

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 48620—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4775—2014

4'-乙基联苯-4-腈

4'-Ethyl biphenyl-4-carbonitrile

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会 (SAC/TC63/SC2) 归口。

本标准负责起草单位：烟台万润精细化工股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：烟台海川化学制品有限公司、烟台九目化学制品有限公司。

本标准主要起草人：代树华、张玮、郝明、刘伟涛、王福养、张波、车晓伟、张钊、宋有永、田野、李海艳。

4'-乙基联苯-4-腈

1 范围

本标准规定了 4'-乙基联苯-4-腈的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。该产品是生产多种液晶材料的单体液晶。

分子式：C₁₅H₁₃N



相对分子质量：207.27（按 2011 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法
- GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 12268 危险货物名称表

3 要求

4'-乙基联苯-4-腈应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	白色结晶粉末		
4'-乙基联苯-4-腈, w/%	≥ 99.8	99.5	99.0
4'-乙基联苯-4-腈同系物含量之和, w/%	≤ 0.10	0.20	0.30
水, w/%	≤ 0.01	0.02	0.02
色度(10 %二氯甲烷)/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 15	20	20

4 试验方法

警告：试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。试样制备时应在通风橱中进行。

4.1 一般规定

试验方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2 外观

称取约 5 g 试样，置于无色玻璃皿中，目视观察试样。

4.3 4'-乙基联苯-4-腈及其同系物含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱工作条件下试样通过毛细管色谱柱使各组分分离，用火焰离子化检测器检测，面积归一化法定量，分别计算 4'-乙基联苯-4-腈及其同系物的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气：体积分数大于 99.99 %。

4.3.2.2 氢气：体积分数大于 99.99 %。

4.3.2.3 空气：经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.3.2.4 甲苯。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：带有火焰离子化检测器（FID），整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定，线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 进样器：10 μ L 微量进样器。

4.3.3.3 记录仪：色谱数据处理机或工作站。

4.3.4 色谱操作条件

推荐的色谱操作条件见表 2，含量典型色谱图及相对保留值见附录 A（规范性附录）。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱操作条件

项 目	参 数
固定相	5 % 苯基、95 % 甲基聚硅氧烷
毛细管色谱柱	石英毛细管柱 30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m(柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度)
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	300
检测器温度/ $^{\circ}$ C	300
柱箱温度	初始温度 80 $^{\circ}$ C, 保持 1 min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 速率升温至 280 $^{\circ}$ C, 保持 5 min
载气(N ₂)平均线速度/(cm/s)	33
空气/(mL/min)	400
氢气/(mL/min)	40
尾吹辅助气/(mL/min)	25
进样量/ μ L	2
分流比	50 : 1

4.3.5 分析步骤

称取适量实验室样品，用甲苯溶解，制成试样溶液，浓度为 10 mg/mL。

启动仪器，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，待仪器稳定后，吸取 2 μ L 试样溶液，快速进样，以面积归一化法定量。

4.3.6 结果计算

4'-乙基联苯-4-腈的质量分数 w_1 及其同系物的质量分数之和 w_2 ，按公式 (1)、公式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{A_i}{A_i + \sum A_j + \sum A_k} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$w_2 = \frac{\sum A_j}{A_i + \sum A_j + \sum A_k} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_i ——4'-乙基联苯-4-腈的峰面积；

A_j ——4'-乙基联苯-4-腈各同系物的峰面积；

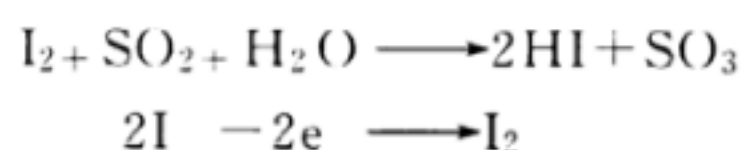
A_k ——其他各杂质组分的峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值 4'-乙基联苯-4-腈含量不大于 0.1%，4'-乙基联苯-4-腈各同系物含量之和不大于 0.01%。

4.4 水分的测定

4.4.1 方法提要

水分的测定按 GB/T 6283—2008 进行。在有机碱和甲醇的存在下，试样中的水与电解液中的碘进行定量反应，反应为：



参加反应的碘分子数等于水的分子数，而电解生成的碘与所消耗的电量成正比，依据法拉第定律，在仪器上直接读出被测试样中水的含量。

4.4.2 试剂

卡尔·费休试剂：与库仑电量水分测定仪配套使用的电解液（市售试剂）。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 微量水分测定仪：精度 $1 \mu\text{g H}_2\text{O}$ ；测量范围 0.010 mg～30 mg H_2O 。

4.4.3.2 天平：分度值 0.1 mg。

4.4.4 分析步骤

按照仪器规定加入卡尔·费休试剂，调节库仑电量水分测定仪，待仪器稳定后，即可开始试样测定。

称取试样 0.3 g，精确至 0.000 2 g。按“启动”键后拔出进样旋塞，迅速加入试样后旋紧，仪器自动滴定到终点，电解终点指示灯亮，记录显示屏结果即试样中水的质量。

4.4.5 结果计算

水的质量分数 w_3 ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——水的质量的数值，单位为克 (g)。

两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定操作。称取试样 2.5 g，精确至 0.01 g。加入二氯甲烷溶解并定容到 25 mL，摇匀。

5 检验规则

5.1 第 3 章中的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 4'-乙基联苯-4-腈应由生产厂质量检验部门按本标准检验。生产厂应保证出厂的产品均符合本标准的要求。

5.3 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过1天。

5.4 4'-乙基联苯-4-腈采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行，采样总量不少于 50 g，混合均匀后分装于两个清洁、干燥的带磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签，注明产品名称、产品批号、采样日期及采样人姓名，一瓶供分析检验用，另一瓶保存、备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果有一项不符合本标准要求时，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 4'-乙基联苯-4-腈包装容器上都应有牢固清晰的标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂厂名、厂址；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号；
- f) 符合 GB/T 12268 分类属于第 9 类危险品的标识标签（标签大小：10 cm×10 cm）；
- g) 符合 GB 190 规定的“杂项危险物质和物品”标志。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称、等级；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

6.2 包装

4'-乙基联苯-4-腈按 GB/T 12268 分类属于第 9 类危险品，包装等级为Ⅲ类包装（即货物具有小的危险性，包装强度要求一般）。其内包装采用进口铝瓶包装，3.5 kg/瓶；外包装使用专用危险品纸箱，每箱装 4 瓶，14 kg/箱。大包装采用双层高压塑料袋包装，25 kg/袋，外用专用危险品纸板桶包装，每桶装 1 袋产品。

6.3 运输

4'-乙基联苯-4-腈在装卸、运输过程中，包装容器应轻搬、轻放，避免破漏。

6.4 贮存

4'-乙基联苯-4-腈应贮存在干燥、通风良好的场所。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀物品同时存放。

7 安全

7.1 4'-乙基联苯-4-腈毒理数据：大鼠急性经口毒性试验，雄性、雌性大鼠均 $LD_{50} > 500$ mg/kg bw；大鼠急性经皮毒性试验，雄性、雌性大鼠均 $LD_{50} > 2000$ mg/kg bw。根据急性毒性分级标准，属低毒级物质。

7.2 4'-乙基联苯-4-腈分类识别为第 9 类（或项）危险品，即杂项危险物质和物品，属于危害环境的

固体物质；吸入可导致中毒，吞食对身体有害；刺激皮肤，严重刺激眼睛和呼吸道。

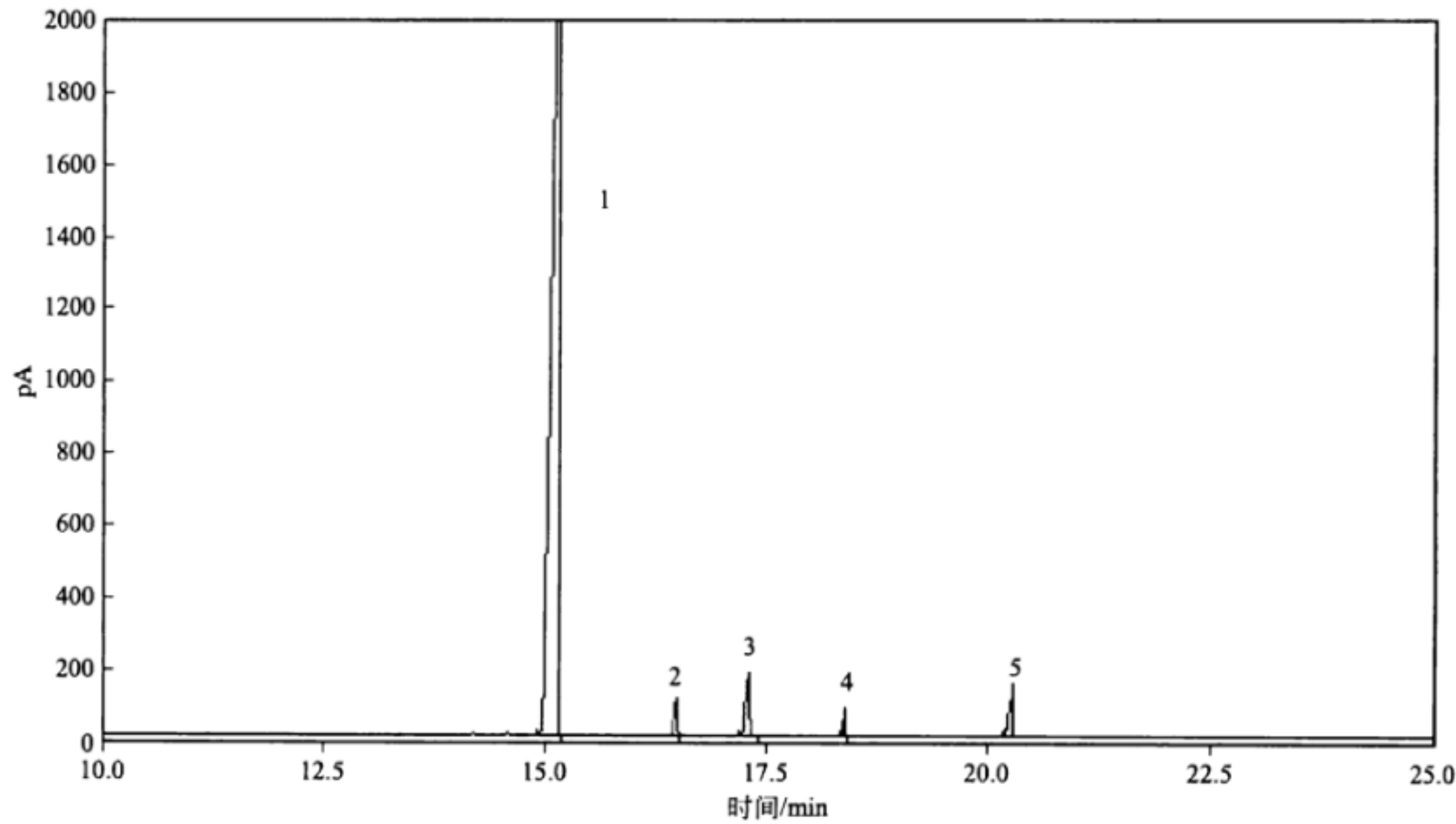
7.3 操作人员应佩戴防毒面具、化学安全防护眼镜、橡胶手套，在通风橱中进行样品的配制。如接触到皮肤，应立即用流动清水彻底冲洗；如接触到眼睛，立即提起眼睑，用流动的清水冲洗眼睛数分钟并就医；如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸通畅，呼吸有困难时给输氧并就医；如食入，尽快就医。

附 录 A
(规范性附录)

4'-乙基联苯-4-腈及其同系物含量测定的典型色谱图及相对保留值

A.1 4'-乙基联苯-4-腈及其同系物含量测定的典型色谱图

4'-乙基联苯-4-腈及其同系物含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：
1 4'-乙基联苯-4-腈；
2 4'-丙基联苯-4-腈；
3 4'-丁基联苯-4-腈；
4 4'-戊基联苯-4-腈；
5 4'-庚基联苯-4-腈。

图 A.1 4'-乙基联苯-4-腈及其同系物含量测定的典型色谱图

A.2 相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留值

峰号	组分名称	保留时间/min	相对保留值(RRT)
1	4'-乙基联苯-4-腈	15.16	1.00
2	4'-丙基联苯-4-腈	16.32	1.07
3	4'-丁基联苯-4-腈	17.29	1.14
4	4'-戊基联苯-4-腈	18.37	1.21
5	4'-庚基联苯-4-腈	20.29	1.34

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

4'-乙基联苯-4-腈

HG/T 4775—2014

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数17千字

2015年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2008

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00 元

版权所有 违者必究