

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4415—2012

2,3,5-三甲基氢醌

2,3,5-Trimethylhydroquinone

2012-12-28 发布

2013-06-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC134)归口。

本标准起草单位：南通柏盛化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：许庆丰、蒲爱军。

# 2,3,5-三甲基氢醌

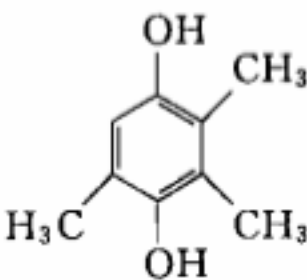
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了 2,3,5-三甲基氢醌产品的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于 2,3,5-三甲基氢醌的产品质量控制。

结构式:



分子式:  $C_9H_{12}O_2$

相对分子质量: 152.19(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 700-13-0

## 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。凡是注日期的引用文件,仅所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/T 2386—2006 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

## 3 要求

2,3,5-三甲基氢醌的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2,3,5-三甲基氢醌的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1)外观	白色或类白色粉末	5.2
(2)2,3,5-三甲基氢醌的纯度(GC)/%	≥ 99.00	5.3
(3)水分的质量分数/%	≤ 1.00	5.4
(4)灰分的质量分数/%	≤ 0.10	5.5

## 4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定,所采样品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部

分的样品,所采样品总量不少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、批号,生产厂名称,取样日期、地点。一个供检验,另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 2,3,5-三甲基氢醌纯度的测定

5.3.1 方法原理

采用毛细管柱气相色谱法,分离 2,3,5-三甲基氢醌及其有机杂质,用氢火焰离子化检测器进行检测,采用峰面积归一化法测定 2,3,5-三甲基氢醌的纯度。

5.3.2 仪器设备

- a) 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 的规定;
- b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- c) 毛细管色谱柱:内径 0.25 mm,长 30 m,膜厚 1.0 μm;
- d) 固定相:100 %的二甲基聚硅氧烷(如 HP-1 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱);
- e) 微量进样器或自动进样器;
- f) 色谱工作站或积分仪。

5.3.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
载气		氮气
载气压力/kPa		70
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)		30
助燃气(空气)流量/(mL/min)		300
补偿气(氮气)流量/(mL/min)		20
分流比		10 : 1
程序升温	初始柱温/℃	180
	保持时间/min	5
	升温速度/(℃/ min)	10
	终止温度/℃	240
	终温保持/min	0
进样量/μL		2.0
注:可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。		

5.3.4 试剂

三氯甲烷。

5.3.5 试样溶液的配制

称取适量试样于样品瓶中,用三氯甲烷作溶剂,制备的试样浓度为 2 mg/mL~3 mg/mL,盖紧瓶盖,超声振荡助溶,摇匀。溶解后的样品应迅速进样。

5.3.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,进试样溶液 2.0 μL,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.7 结果计算

2,3,5-三甲基氢醌的纯度以  $w_1$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A_1$ ——2,3,5-三甲基氢醌的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——2,3,5-三甲基氢醌及各有机杂质的峰面积数值之和。

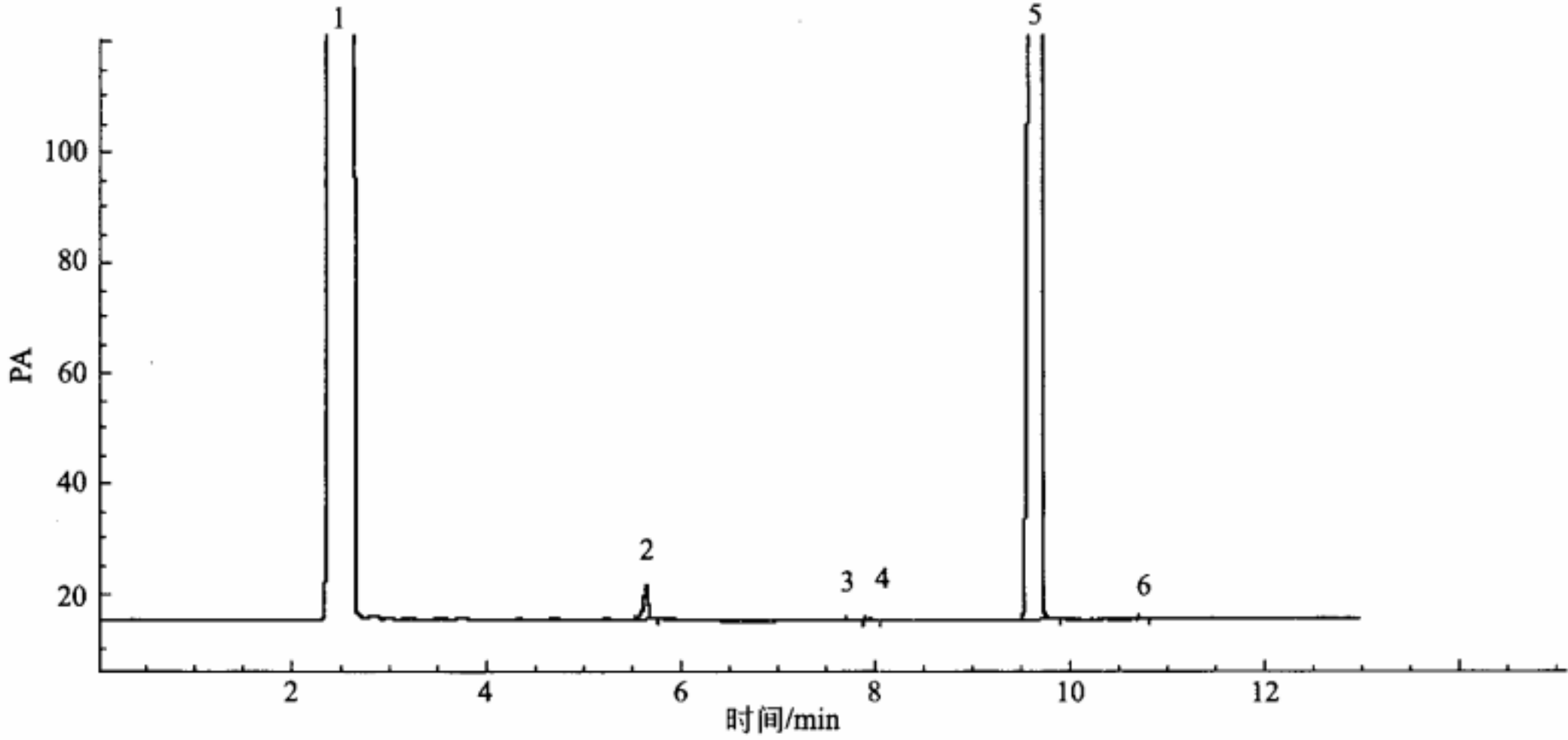
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.8 允许差

2,3,5-三甲基氢醌纯度平行测定结果之差应不大于 0.20 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.9 色谱示意图

色谱示意图见图 1。



- 1——溶剂;
- 2——2,3,5-三甲基苯醌;
- 3——未知物;
- 4——未知物;
- 5——2,3,5-三甲基氢醌;
- 6——未知物。

图 1 2,3,5-三甲基氢醌色谱示意图

5.4 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。称取试样质量为 2.0 g~2.5 g(精确至 0.000 1 g),烘干温度为 105 ℃±5 ℃。

水分平行测定结果之差应不大于 0.20 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 灰分的测定

按 GB/T 21876 规定进行。称取试样质量 2.0 g~2.5 g(精确至 0.000 1 g),高温炉温度为 750 ℃±25 ℃。

灰分平行测定结果之差应不大于 0.05 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2,3,5-三甲基氢醌应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 2,3,5-三甲基氢醌都符合本标准的要求。

6.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时,应重新自两倍量的包装中取样进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志

2,3,5-三甲基氢醌的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志,标志内容至少应有:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称、地址;
- c) 生产日期;
- d) 生产许可证编号和标志(如适用);
- e) 净含量。

7.2 标签

产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号。

7.3 包装

2,3,5-三甲基氢醌用纸桶或铁桶包装,内衬双层塑料袋并扎口密封。每袋净含量 25 kg±0.25 kg 或 50 kg±0.50 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

2,3,5-三甲基氢醌运输过程中应防雨、防晒、防止碰破和避免压坏包装。

7.5 贮存

2,3,5-三甲基氢醌应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

**2,3,5-三甲基氢醌**

HG/T 4415—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 8 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1418

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

定价:10.00 元

版权所有 违者