

ICS 71.040.30
G 63
备案号:37886—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4367—2012

化学试剂 苯酚

Chemical reagent—Phenol

2012-11-07 发布

2013-03-01 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化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准负责起草单位:北京利德曼生化股份有限公司。

本标准参加起草单位:西陇化工股份有限公司。

本标准主要起草人:王兰珍、郑延军、赖留恋、梁云、庄景发、章小亮、牛佳。

化学试剂 苯酚

警告:本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

示性式: C_6H_6O

相对分子质量:94.11(根据2007年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂苯酚的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂苯酚的检验。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 618 化学试剂 结晶点测定通用方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色针状结晶或结晶块,有腐蚀性及毒性。易吸收空气中水分,溶于水、乙醇、三氯甲烷等。遇光或在空气中易变成浅红色。

4 规格

苯酚的规格见表1。

表1 苯酚的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(C_6H_5OH) $w/\%$	$\geqslant 99.0$	$\geqslant 98.0$
结晶点/ $^{\circ}C$	$\geqslant 40$	$\geqslant 39$
水溶解试验	合格	合格
pH值(50 g/L, 25 $^{\circ}C$)	4.5~6.0	4.5~6.0
蒸发残渣 $w/\%$	$\leqslant 0.02$	$\leqslant 0.02$
焦性物质	合格	合格

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

5.2.1 气相色谱法(仲裁法)

按 GB/T 9722—2006 的规定测定。

5.2.1.1 测定条件

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流速:氮气,20 mL/min;

色谱柱:HP-5(5 %苯基-95 %甲基聚硅氧烷,或能达到同等分离效果);

柱长:30 m;

柱内径:0.32 mm;

液膜厚度:0.25 μm;

柱温度:130 °C;

汽化室温度:260 °C;

检测室温度:250 °C;

不对称因子: $f \geq 0.80$;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 1.0 \text{ mm}$;

组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{邻甲酚}, \text{苯酚}} = 1.13, r_{\text{间甲酚}, \text{苯酚}} = 1.17, r_{\text{对甲酚}, \text{苯酚}} = 1.17$;

进样量:0.2 μL;

柱流量:0.8 mL/min;

分流比:20:1。

5.2.1.2 定量方法

称取 2 g 样品,用无水乙醇(优级纯)溶解,移入 25 mL 容量瓶中,用无水乙醇(优级纯)稀释至刻度。按 GB/T 9722—2006 中 9.2 的规定测定。

5.2.2 氧化还原滴定法

称取 0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。量取 25.00 mL,注入碘量瓶中,加 30.00 mL 溴标准滴定溶液 [$c\left(\frac{1}{2}\text{Br}_2\right) = 0.1 \text{ mol/L}$] 及 5 mL 盐酸,立即密塞,振摇 30 min,静置 15 min 后,微开瓶塞,加 5 mL 碘化钾溶液(200 g/L),立即密塞。充分振摇后,加 2 mL 三氯甲烷,摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加 3 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

苯酚的质量分数 w ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times (25/500) \times 1000} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——苯酚摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M\left(\frac{1}{6}\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}\right) = 15.69$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 结晶点

按 GB/T 618 的规定测定。

5.4 水溶解试验

称取 5 g 样品,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,溶液应无色透明、无机械杂质(保留此溶液用于 pH 值的测定)。

5.5 pH 值

将测定水溶解试验的溶液(5.4),按 GB/T 9724 的规定测定。

5.6 蒸发残渣

称取 10 g 样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.7 焦性物质

称取 5 g 样品,加 15 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)(控制此溶液温度不高于 30 °C),立即观察,溶液应无色澄清、无焦性臭味。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存及运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类。

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15,外套黑塑料袋。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

标签:符合 GB 15258 的规定,注明“腐蚀品”和“毒害品”。