

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:22246—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3989—2007

间苯二酚(1,3-苯二酚)

m-Dihydroxybenzene(1,3-Benzenediol)

2007-09-22 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据我国国情,结合各生产企业的实际情况制定而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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:常州市常虹化工技术开发有限公司、中国石化集团南京化工厂、深圳泛胜塑胶助剂有限公司、江苏傲伦达科技实业有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:周浩江、李春梅、钱迎春、梁沛基、汪荣芬、吴九英。

本标准为首次发布。

间苯二酚(1,3-苯二酚)

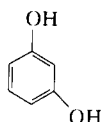
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了间苯二酚的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于间苯二酚的产品质量控制,该产品主要用于染料、药物、感光材料及树脂胶料等产品的生产。

结构式:



分子式: $C_6H_6O_2$

相对分子质量: 110.11(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2385—2007 染料中间体 结晶点的测定 通用方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

间苯二酚质量应符合表 1 的规定。

表 1 间苯二酚的质量要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
1. 外观	白色至浅棕色片状,贮存时允许颜色变深		
2. 干品结晶点/℃	≥ 109.0	108.5	108.0
3. 间苯二酚含量(质量分数)/%(化学法)	≥ 99.00	98.50	98.00
4. 间苯二酚含量/(HPLC)	≥ 99.70	99.00	98.50
5. 对苯二酚含量/(HPLC)	≤ 0.05	0.10	0.10
6. 邻苯二酚含量/(HPLC)	≤ 0.10	0.30	0.50
7. 苯酚含量/(HPLC)	≤ 0.10	0.15	0.20

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀的产品为一批。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,所采样品总量不得少于 300 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,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,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和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中的 5.2 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 间苯二酚含量的测定

5.3.1 方法提要

采用亚硝化法。利用间苯二酚在低温及过量无机酸的存在下和亚硝酸钠作用,发生亚硝化反应的原理进行测定。求得间苯二酚含量。

5.3.2 试剂和溶液

a) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 的规定配制和标定,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点。

b) 盐酸溶液:1+1。

c) 淀粉碘化钾试纸。

5.3.3 分析步骤

称取间苯二酚试样约 1.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 水搅拌溶解后,移入 250 mL 容量瓶中,加入水稀释至刻度,摇匀。吸取上述试液 25 mL,置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸溶液,75 mL 水,冷却至 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在搅拌条件下,先加入 90 %计算量的亚硝酸钠标准滴定溶液,滴定时将滴定管尖端插入液面下,近终点时,将滴定管提出液面,继续滴定并用淀粉碘化钾试纸试验,当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 5min 不消失,即为终点。在同样条件下作空白试验。

5.3.4 结果计算:

间苯二酚含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_2)/1\,000] \times M/2}{m \times 25/250} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试样耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——间苯二酚的摩尔质量数值,单位为克每摩尔 g/mol [$M(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2)=110.11$];

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 间苯二酚、对苯二酚、邻苯二酚、苯酚的含量的测定(液相色谱法)

5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法求得间苯二酚、对苯二酚、邻苯二酚、苯酚的含量。

5.4.2 仪器设备

- 液相色谱仪:输液泵——流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;
检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。
- 色谱柱:长为 150 mm,内径为 6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C₁₈ ODS 5 μ m。
- 数据处理机:满量程 1 mV~5 mV 记录器或色谱工作站。
- 微量注射器:10 μ L~25 μ L 平头微量注射器。
- 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯。
- 磷酸。
- 甲醇水溶液:1+1。
- 磷酸二氢钾溶液:0.02 mol/L(2.7 g/L 磷酸二氢钾;用磷酸调 pH \approx 4)。
- 水:经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- 流动相:甲醇+磷酸二氢钾溶液=38+62。
- 波长:275 nm。
- 流量:1.0 mL/min。
- 柱温:室温。
- 进样量:5 μ L。

可根据装置不同,气候条件不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.4.5 溶液的制备

称取间苯二酚试样 0.04 g(精确至 0.001 g)于 10 mL 棕色容量瓶中,加甲醇水溶液溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡、充分溶解后备用。

5.4.6 分析步骤

开机预热,待仪器运行稳定后,用微量注射器进试样溶液 5 μ L,待最后一个组分流完(见色谱图 1),用数据处理机进行结果处理。

5.4.7 结果计算

间苯二酚、对苯二酚、邻苯二酚、苯酚含量以 w_i 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_i ——各组分的峰面积数值,单位为毫伏秒(mV·s);

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值之和,单位为毫伏秒(mV·s)。

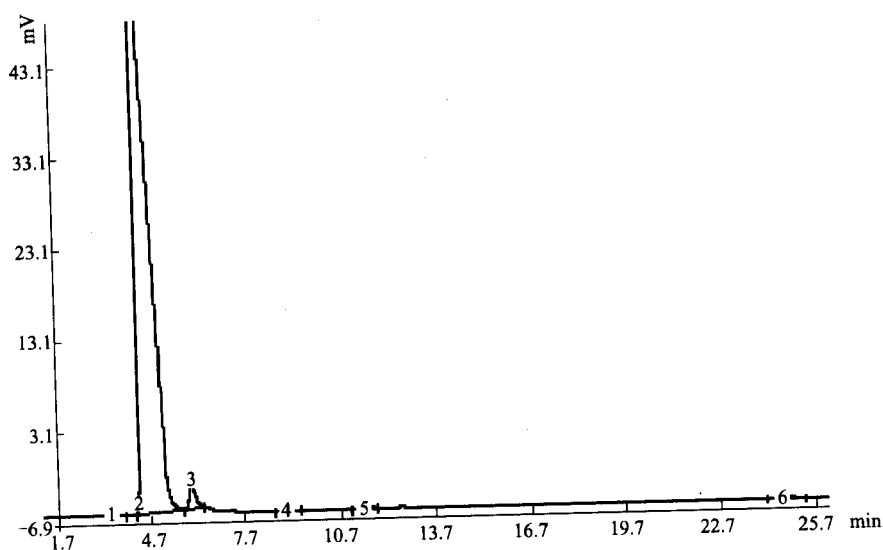
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

间苯二酚含量两次平行测定结果之差应不大于 0.2%(质量分数),对苯二酚、邻苯二酚、苯酚其他有机杂质两次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。

5.4.9 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——对苯二酚；
- 2——间苯二酚；
- 3——邻苯二酚；
- 4——未知物；
- 5——苯酚；
- 6——未知物。

图1 间苯二酚色谱示意图

5.5 干品结晶点的测定

GB/T 2385—2007 中的规定进行。干燥剂为 5A 分子筛。干燥时间为 30min。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准 3 的表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

间苯二酚应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的间苯二酚均符合本标准的要求。

6.3 复验

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，则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

间苯二酚的每个外包装上都应涂上牢固、清晰的标志，注明：产品名称、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。同时应附有产品质量检验合格的证明。间苯二酚属于有毒物质，按 GB 190 的有关规定标注“有毒品”警示标志。

7.2 包装

间苯二酚用内衬黑塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装，每袋净含量 25 kg，其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

储运中应符合 GB 191 的有关规定，运输时应轻取轻放，防止日晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

间苯二酚有毒,遇明火能燃烧,贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥处。

8 安全

间苯二酚危险品编号(UN:2876;CN:61725),属于有毒物质,触及皮肤易经皮肤吸收,吸入蒸汽、粉尘会引起中毒,如发生意外,应及时就医。使用及搬运时,应穿戴劳动保护用品,严格注意安全。
