



中华人民共和国国家标准

GB/T 23959—2009

工业用对苯二酚

Hydroquinone for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:连云港三吉利化学工业有限公司。

本标准参加起草单位:盐城凤阳化工有限公司、罗地亚镇江化学品有限公司。

本标准主要起草人:刘德标、陈豪青、徐娟、王恒启。

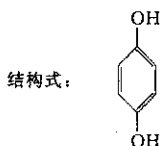
工业用对苯二酚

1 范围

本标准规定了工业用对苯二酚的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于苯酚羟基化法或苯胺法制得的工业用对苯二酚的生产、检验和销售。

分子式: $C_6H_4O_2$



相对分子质量: 110.11(按 2007 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/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

3 要求

3.1 外观:优等品为白色或近白色固体,合格品为白色或浅色固体。

3.2 工业用对苯二酚应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
对苯二酚, w/%	99.0~100.5	
邻苯二酚, w/%	0.05	
熔点/℃	171~175	
灼烧残渣, w/%	0.10	0.30
重金属(以 Pb 计), w/%	0.002	—

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	合格品
铁(以 Fe 计), w/%	≤ 0.002	—
溶解性试验	通过试验	—

4 试验方法

4.1 警示

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。

标准所用盐酸、硫酸、氨水等化学品具有腐蚀性,应小心操作,避免皮肤接触。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、试剂,除在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定执行。

4.3 外观的测定

取适量实验室样品摊平在干净的白纸上,在充足光线条件下目视。

4.4 对苯二酚含量的测定

4.4.1 方法提要

氧化还原滴定法。对苯二酚与硫酸铈或硫酸铈铵发生氧化还原反应,四价铈被还原成三价铈,以二甲胺做指示剂,计量得到对苯二酚含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 硫酸溶液:0.5%。

4.4.2.2 硫酸铈或硫酸铈铵标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]=0.01 \text{ mol/L}$ 或 $c[\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.3 二甲胺指示液:0.05 g/L。

称取 1.0 g 二甲胺,溶于 100 mL 水中。

4.4.3 试验步骤

称取 0.15 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水、10 mL 硫酸溶液(4.4.2.1),加 1~2 滴二甲胺指示液,用硫酸铈或硫酸铈铵标准滴定溶液滴定,至溶液由浅黄色变为紫色。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

4.4.4 结果计算

对苯二酚的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——试料消耗硫酸铈或硫酸铈铵标准滴定溶液(4.4.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗硫酸铈或硫酸铈铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸铈或硫酸铈铵标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——对苯二酚($\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=55.055$)。

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不大于 0.3%。

4.5 邻苯二酚含量的测定

4.5.1 方法提要

高效液相色谱法。样品用流动相(甲醇-乙酸水溶液)溶解,使用定量进样阀将样品溶液注入色谱系统,通过色谱柱使样品溶液中各组分分离,用紫外吸收检测器检测,外标法定量,计算样品中邻苯二酚含量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 邻苯二酚标准品:质量分数不小于98.0%;

4.5.2.2 甲醇-乙酸水溶液:称取1.0 g 冰乙酸,加500 mL 水(GB/T 6682—2008 中规定的一级水)混匀,为乙酸水溶液。分别取等体积的甲醇(HPLC 级试剂)和乙酸水溶液混匀,pH 在3~3.5。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 高效液相色谱仪:配有可变波长的紫外吸收检测器。

4.5.3.2 色谱工作站。

4.5.3.3 定量进样阀,20 μ L。

4.5.3.4 微量注射器,1 μ L。

4.5.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件如表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

推荐的色谱柱和色谱分析条件

色谱柱	250 mm \times 4.6 mm 内径, 5 μ m 粒径, 18 烷基硅烷键合硅胶为填料, 填充以多孔键合硅胶为基质, 表面键合
柱温	室温
流动相	甲醇-乙酸水溶液
流动速度/(mL/min)	0.8
检测器检测波长/nm	277
进样量/ μ L	20 μ L

4.5.5 分析步骤

4.5.5.1 标准样品溶液的制备

称取0.05 g 邻苯二酚标准品,精确至0.000 1 g,置于100 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确吸取该溶液2 mL 于100 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液稀释至刻度,摇匀(该溶液含邻苯二酚标准品10 μ g/mL)。

4.5.5.2 样品溶液的制备

称取0.2 g 实验室样品,精确至0.000 1 g,置于100 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.5.5.3 测定

在选定色谱条件下,仪器基线稳定后,重复注入标准样品溶液,待相邻两针的相对响应值变化小于1.5%,进行高效液相色谱分析,按下列顺序进样:标准样品溶液,样品溶液,样品溶液,标准样品溶液。将得到的两次样品溶液及前后两次标准样品溶液的峰面积进行平均,外标法定量,计算邻苯二酚含量。

4.5.6 结果计算

邻苯二酚的质量分数 w_2 ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 m_2 P}{50 A_2 m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_1 ——相邻两针样品溶液中邻苯二酚峰面积的平均值;

A_2 ——样品溶液前后两针标准样品溶液中邻苯二酚峰面积的平均值;

m_1 ——样品溶液中试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——标准样品溶液中邻苯二酚标准品的质量的数值,单位为克(g);

P ——邻苯二酚标准品含量的质量分数, %;

50——标准溶液的稀释倍数。

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不大于 0.02%。

4.6 熔点的测定

按 GB/T 617—2006 规定的方法进行测定。以仪器法作为仲裁法。

4.7 灼烧残渣的测定

4.7.1 仪器

4.7.1.1 坩埚:容积 100 mL。

4.7.1.2 高温炉:可控制温度 $(600 \pm 50)^\circ\text{C}$ 。

4.7.1.3 干燥器:内装变色硅胶或无水氯化钙。

4.7.2 分析步骤

称取约 5.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于预先已在 600 °C 恒量的坩埚中。将盛有试样的坩埚,放在电炉上缓慢加热,直到试样全部碳化,转入高温炉中,在 600 °C 下灼烧 4 h。取出于干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.000 1 g。保留该残余物为 A,用于重金属和铁含量的测定。

4.7.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_2 ——坩埚和灼烧后残余物的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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不大于 0.02%。

4.8 重金属(铅)含量的测定

4.8.1 方法提要

在弱酸性条件下,样品中的重金属(铅)离子与硫化钠作用,生成硫化铅,与同法处理的铅标准溶液比较,做限量试验。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 盐酸溶液:1+3。

4.8.2.2 盐酸溶液:1+99。

4.8.2.3 氨水溶液:1+9。

4.8.2.4 硫化钠溶液:用水冲洗几粒硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)结晶体,用纸巾吸干水,用 100 mL 水溶解 5.0 g 此结晶体。

4.8.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH4~5。

4.8.2.6 对硝基酚指示液:2.5 g/L。

4.8.2.7 铅(Pb)标准溶液:0.01 mg/mL。临用前用水将 0.1 mg/mL 的铅(Pb)标准溶液稀释而成。

4.8.3 仪器

比色管:50 mL。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 试样溶液的制备

将 4.7.2 中保留的灼烧后残余物 A 加 2 mL 盐酸溶液(4.8.2.1)溶解,用水定量转移至 25 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.8.4.2 测定

量取 (5.0 ± 0.05) mL 试样溶液和 (2.0 ± 0.05) mL 铅(Pb)标准溶液于两个 50 mL 烧杯中。各加 2 滴对硝基酚指示液,如果溶液无色,加氨水溶液至溶液变为黄色,再加盐酸溶液(4.8.2.2)至溶液变为无色,并过量 1 mL,分别定量转移至两个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,充分混匀。量取上述两个溶液 (20.0 ± 0.05) mL 于两个比色管中。在两个比色管中各加 10 mL 硫化钠溶液,用水稀释至 50 mL,混匀。试样溶液产生的颜色不应深于铅(Pb)标准溶液产生的颜色。

4.9 铁(Fe)含量的测定

4.9.1 方法提要

在弱酸性条件下,样品中的铁(II)离子与 1,10-菲罗啉作用,生成橙红色络合物,与同法处理的铁(II)标准溶液比较,做限量试验。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 1,10-菲罗啉溶液:分别取等量的 1,10-菲罗啉水溶液(1.0 g/L)和盐酸羟胺水溶液(100 g/L)和乙酸-乙酸钠缓冲溶液混合均匀。

4.9.2.2 铁[Fe(II)]标准溶液:0.01 mg/mL。

4.9.3 仪器

同 4.8.3。

4.9.4 分析步骤

量取 (5.0 ± 0.05) mL 试样溶液和 (2.0 ± 0.05) mL 铁[Fe(II)]标准溶液于两个 50 mL 烧杯中。以下步骤同 4.8.4.2。在两个比色管中各加入 5 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至 50 mL,混匀。试样溶液产生的颜色不应深于铁[Fe(II)]标准溶液产生的颜色。

4.10 溶解性试验

4.10.1 试剂

乙酸溶液:1 + 9,用冰乙酸制备。

4.10.2 分析步骤

称取 2.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,置于 50 mL 具塞比色管中,加乙酸溶液至刻度,混匀。目视观察,试验溶液应透明无不溶物。

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。

5.1.1 出厂检验项目为外观和表 1 中的对苯二酚的质量分数、终熔点、溶解性试验,应逐批进行检验。

5.1.2 型式检验项目为 3.1 外观和表 1 中规定的所有项目,在正常生产情况下每六个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- 更新关键生产工艺;
- 主要原料有变化;
- 停产后重新恢复生产;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异;
- 合同规定。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批为一组批,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 天。

5.3 工业用对苯二酚的采样按 GB/T 6678—2003 和 GB/T 6679—2003 的规定进行。所采试样总量不得少于 100 g。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的避光样品袋中,贴上标签并注明:产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一袋送检,一袋留样,留样时间六个月。

5.4 工业用对苯二酚应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称和厂址、产品名称、产品等级、生产日期或批号、质量等级、净含量和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍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

工业用对苯二酚产品包装容器上应有牢固清晰的标志,标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、产品等级、净含量、本标准编号以及 GB 190 中规定的“有毒品”标志。

6.2 包装

工业用对苯二酚的包装采用塑料袋和复合袋双层包装。每包净含量为 25 kg。或按照用户要求并符合安全规定的包装。

6.3 运输

工业用对苯二酚运输过程中应轻装、轻卸、防热、防雨、防潮、防止破损,避免阳光照射。

6.4 贮存

工业用对苯二酚应贮存于干燥、避免阳光照射的阴凉处。

7 安全

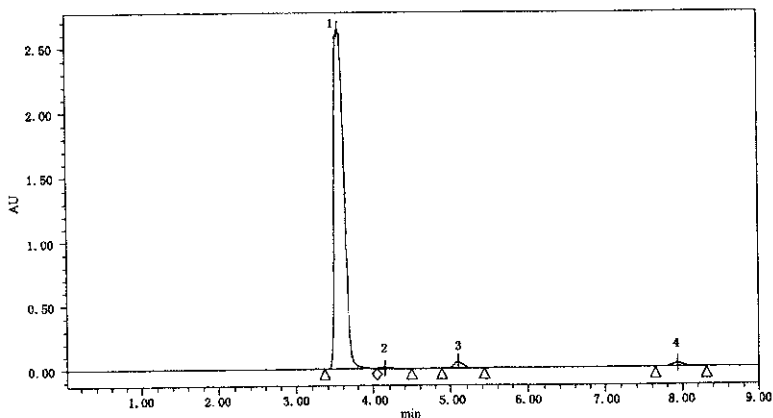
对苯二酚在与眼睛和皮肤接触时,能引起眼睛损伤和皮肤炎。避免皮肤接触,不要吸入其细尘或蒸气。处理产品时戴好眼睛防护装置和手套。

附录 A
(规范性附录)

对苯二酚中邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图和参考保留时间

A.1 对苯二酚中邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——对苯二酚；
2——未知峰；
3——邻苯二酚；
4——苯酚。

图 A.1 对苯二酚中邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图

A.2 各组分的参考保留时间

各组分的参考保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分的参考保留时间

峰序	组分名称	保留时间/min
1	对苯二酚	3.577
2	未知峰	4.151
3	邻苯二酚	5.098
4	苯酚	7.937

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 对 苯 二 酚
GB/T 23959—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38615 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 68533533



GB/T 23959-2009