

GB/T 15336—2013
代替 GB/T 15336—2005

2013-07-19 发布

2013-12-01 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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
邻 苯 二 甲 酸 酐

GB 1909-2003/IDT(GB 1909-2003)

*

中国标准出版社出版发行

北京南礼部路标准馆邮政编码100045

北京机械工业出版社印刷厂印刷

版 次 2003 年 11 月第 1 版

开 本 880mm×1230mm

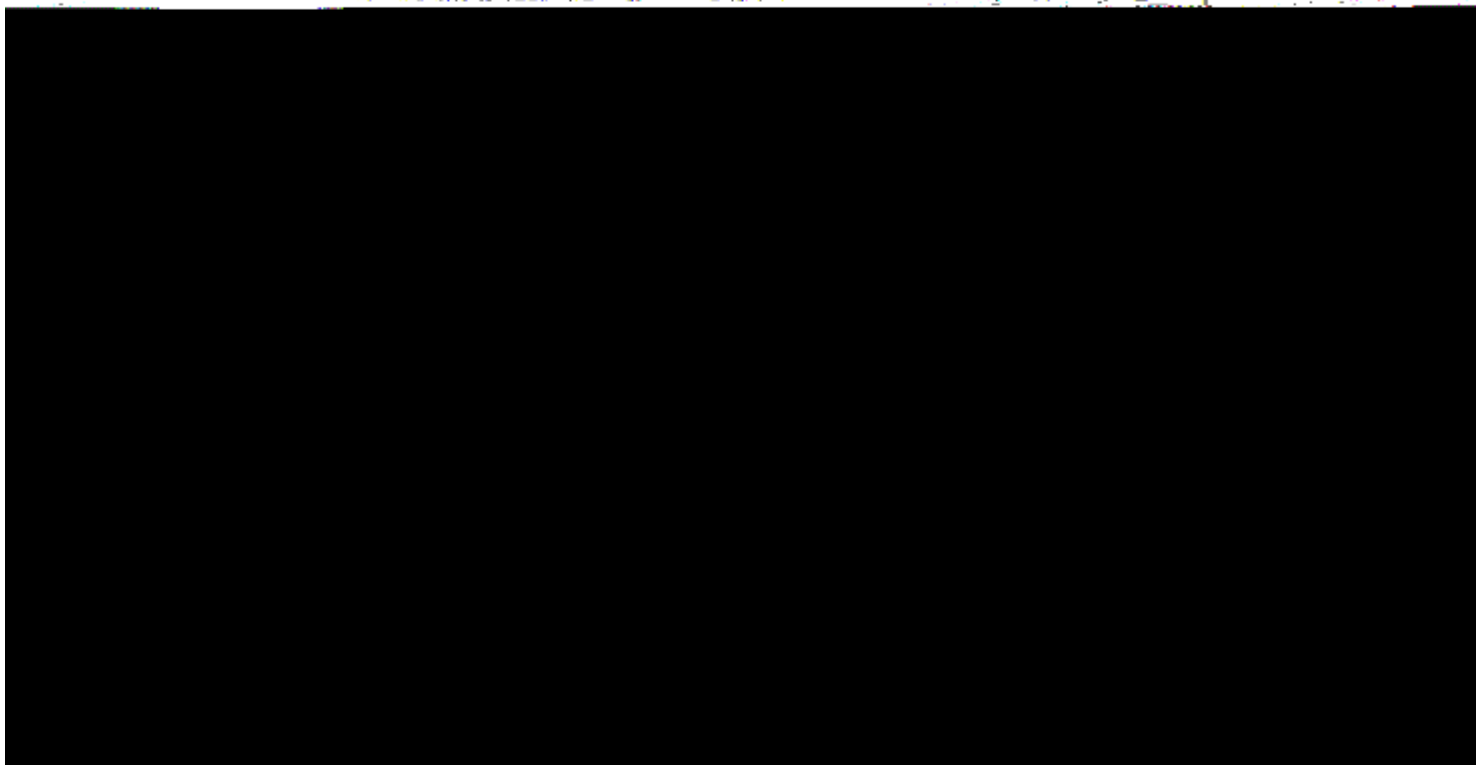
25 印 张 1 印 数 1-47132

书 号：155186·1-47132

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。



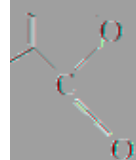
邻苯二甲酸酐

1 范围

本标准规定了邻苯二甲酸酐的要求、安全信息、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。本标准适用于邻苯二甲酸酐。

规范性引用文件

下列文件中的规定通过本标准的引用而成为本标准的规范性引用文件。



分子式: C₈H₄O₃

邻苯二甲酸酐 (Phthalic anhydride) 的 CAS 注册号为 85-85-3 (CAS RN: 85-85-3)。

相对分子质量

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。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是

3 要求

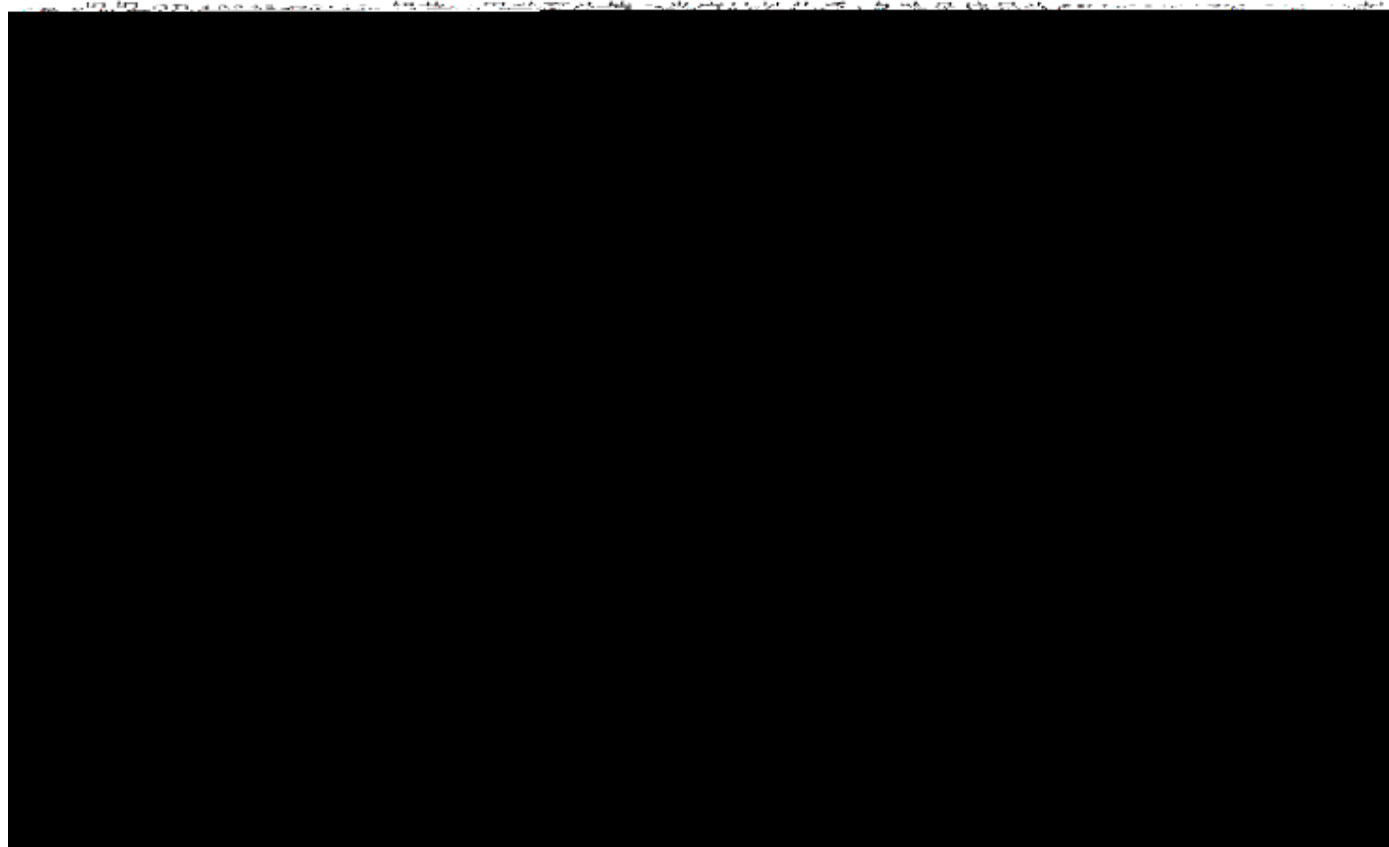
邻苯二甲酸酐的质量要求应符合表 1 的规定。

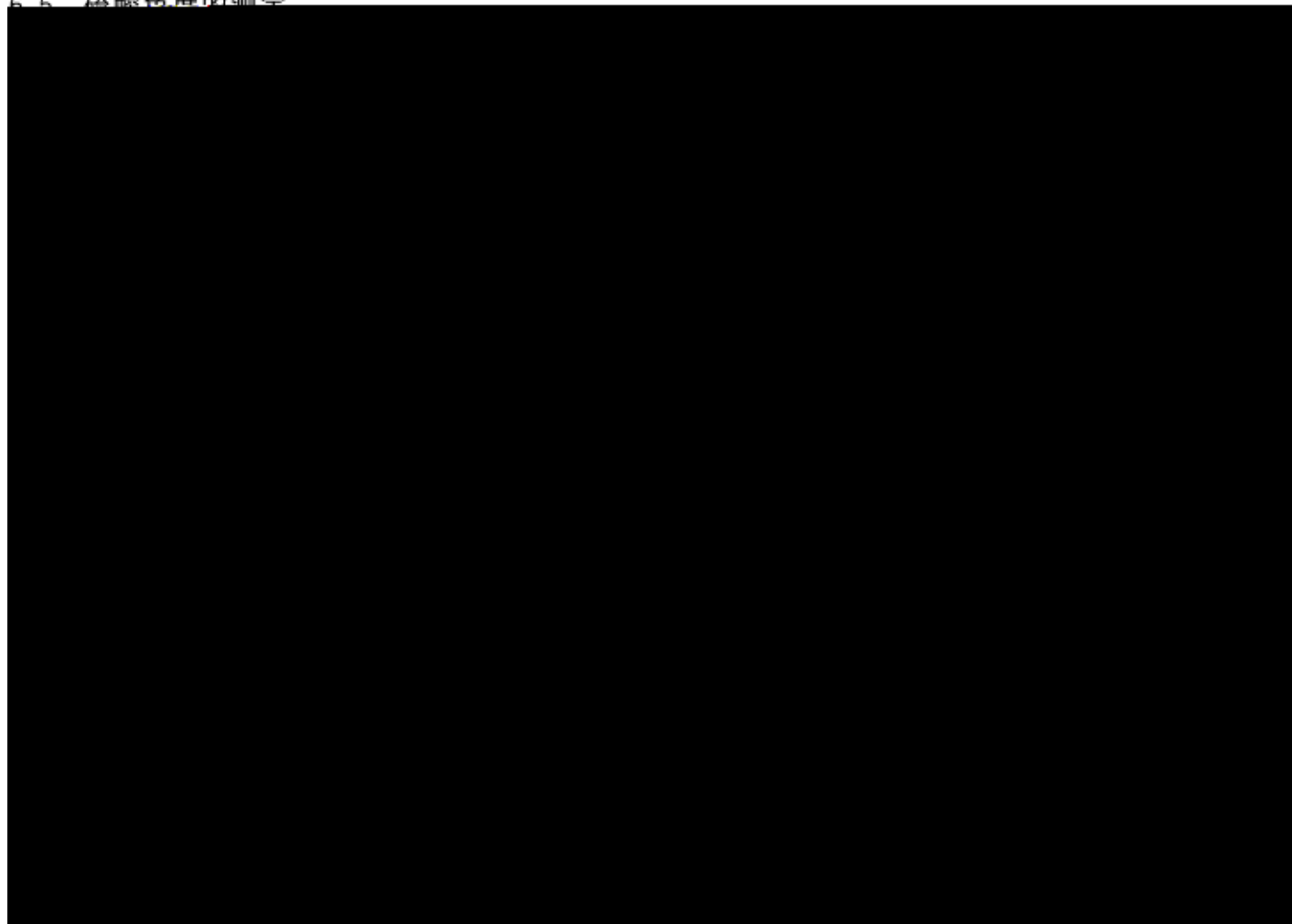
表 1 邻苯二甲酸酐的质量要求

项 目	指 标			试验方法
	优等品 (%)	一等品 (%)	合格品 (%)	
外观	白色或带其他色痕的			目视
熔点/℃	150	—	154	(8) 按照标准 GB 5109
酸值	—	—	—	(9) 按照标准 GB 5109
邻苯二甲酸酐纯度/%	≥ 99.99	≥ 99.99	≥ 99.99	(10) 按照标准 GB 5109

4 安全信息

4.1 安全





a) 与相色谱仪、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。

色谱仪
色谱工作站或软件

6.7.4 色谱仪操作条件

色谱仪操作条件见表 2。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
载气(氮气)压力/kPa	70
燃烧气(氮气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300

表 2 (续)

控制参数		操作条件
补偿气(氮气)流量/(mL/min)		20
分流比		10 : 1
进样量/ μ L		1
程序升温	初始柱温/ $^{\circ}$ C	160
	保持时间/min	0
	升温速度/ $(^{\circ}$ C/min)	10
	终止温度/ $^{\circ}$ C	200
	保持时间/min	6

可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件。

6.7.5 试样溶液的制备

称取适量样品,用溶剂溶解,转移至容量瓶中,定容。

6.7.6 测定步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,用微量进样器吸取配制好的样品溶液进样,待出峰完毕

6.7.7 结果计算

邻苯二甲酸酐纯度以 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\%$$

式中:

A_1 ——邻苯二甲酸酐的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——峰谱中各组分峰面积之和。

计算结果按修约规则修约至两位有效数字。

8 允许差

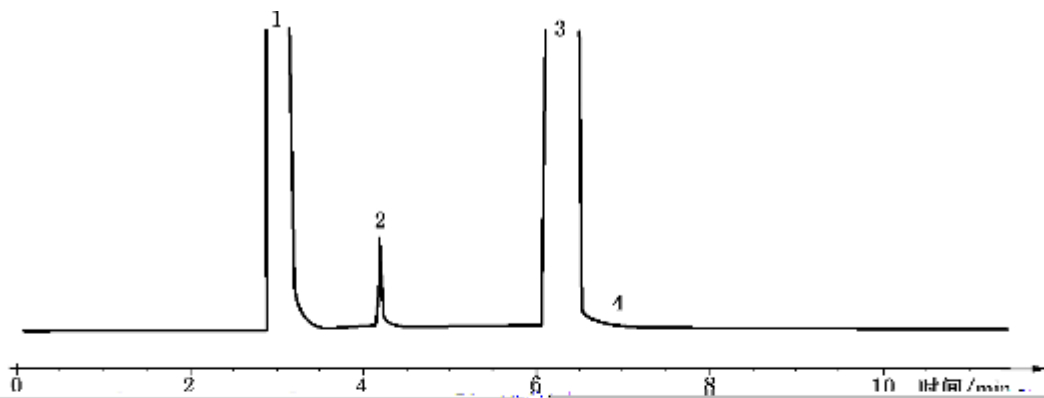
6.7

邻苯二甲酸酐纯度的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。

9 色谱图

6.7

气相色谱图见图 1。



说明:

- 1 — 溶剂;
- 2 — 未知物;
- 3 — 邻苯二甲酸酐;
- 4 — 未知物.

图 1 邻苯二甲酸酐气相色谱示意图

6.8 游离酸含量的测定

6.8.1 测定原理

采用中和滴定法。

6.8.2 试剂和溶液

- a) 乙醇:体积分数为 95%;
- b) 丙酮;
- c) 邻苯二甲酸;
- d) 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$;
- e) 酚酞指示液:10 g/L;
- f) 溴酚蓝指示液:4 g/L。

6.8.3 仪器设备

侧边活塞自动定零位滴定管。

6.8.4 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的配制与标定

6.8.4.1 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液的配制

用乙醇稀释至刻度摇匀,放置、澄清。

称取氢氧化钾 28 g,于 1 L 容量瓶中,加 50 mL 水溶解,再

6.8.4.2 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的配制

称取邻苯二甲酸 18.62 g(精确至 0.002 g),于 1 L 容量瓶中,加 50 mL 水及 430 mL 乙醇,此时溶液呈酸性,然后加入 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 400 mL,用水稀释至刻度,不断摇动即

加入 6 滴溴酚蓝指示液,用中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色

邻苯二甲酸质量浓度的计算

6.8.4.4 中性邻苯二甲酸

邻苯二甲酸质量,单位为克(g):

$$T = \frac{m_1}{V_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——邻苯二甲酸质量,单位为克(g);

V_1 ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(ml).

步骤 6.8.5 测定

取 2.0g 试样,置于锥形瓶中,加入 20ml 水,加热煮沸 5min,冷却至室温,加入 20ml 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液,加入 6 滴溴酚蓝指示液,用中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色。

6.8.6 结果计算

游离酸含量以质量分数 w_2 计,按式(3)计算

$$\dots\dots\dots (3) \quad w_2 = \frac{TV_2}{m_2} \times 100\%$$

式中:

T ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/ml);

V_2 ——消耗中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(ml);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);



7.3 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,重新检验的结果符合本标准的规定时,则该批产品合格。

标志、标签、包装、运输和贮存

8

1 标志

8

邻苯二甲酸酐的每个包装容器上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂印耐久、清晰的标志,标志内容至少应有:

- a) 产品名称;
- b) 生产许可证编号和标志;
- c) 净含量;
- d) 警示标志(腐蚀性物质);

8.2 标签

符合 GB 15253 的规定,标签上应注明生产日期、合格证明,此外,还应印有标准、标准的编号或符合 GB 15253 的规定,标签上应注明生产日期、合格证明,此外,还应印有标准、标准的编号或符合 GB 15253 的规定。

8.3 包装

8.4 运输