

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

工业用间苯二甲腈

iso-Phthalonitrile for industrial use

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件起草单位：江苏新河农用化工有限公司、江苏维尤纳特精细化工有限公司、山东省思威安全生产技术中心、山东艾孚特科技有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、泰州百力化学股份有限公司、河南尤尼特化工新材料有限公司、苏利（宁夏）新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：王海波、杜杰、王婕、贾燕、周倜、孙丽、王笑妍、常丽霞、饶飞、潘才洪、邹连生、李大娟。

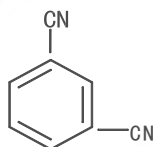
工业用间苯二甲腈

1 范围

本文件规定了工业用间苯二甲腈的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以间二甲苯、氨气为原料制得的工业用间苯二甲腈。

分子式： $C_8H_4N_2$

结构式：



相对分子质量：128.13（按2018年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3723 工业用化学品采样安全通则

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB 30000.18—2013 化学品分类和标签规范 第18部分：急性毒性

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观：白色至微黄色粉末或片状固体，无机械杂质。

4.2 工业用间苯二甲腈应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
间苯二甲腈, w/%	≥99.5	≥99.0	≥98.5
苯甲腈, w/%	≤0.05	≤0.1	≤0.2
间甲基苯甲腈, w/%	≤0.05	≤0.1	≤0.2
间氰基苯甲酰胺, w/%	≤0.1	≤0.5	≤1.0
水分, w/%	≤0.1	≤0.1	≤0.3

5 试验方法

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。

5.1 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中规定的三级水。

5.2 外观

取适量样品于白色衬底的表面皿或白瓷板上，在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 间苯二甲腈及苯甲腈、间甲基苯甲腈、间氰基苯甲酰胺含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱操作条件下，使样品气化后经毛细管柱分离，氢火焰离子化检测器检测，校正面积归一化法定量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 氮气：体积分数不小于 99.99%。

5.3.2.2 氢气：体积分数不小于 99.99%。

5.3.2.3 空气：经硅胶、活性炭或分子筛干燥、净化。

5.3.2.4 丙酮：应没有干扰分析的杂质。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 微量注射器：10 μ L。

5.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2。间苯二甲腈及杂质组分相对质量校正因子测定见附录A，相对质量校正因子推荐值见表A.1。间苯二甲腈及其杂质的典型色谱图和各组分相对保留值见图B.1和表B.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

柱管材质	熔融石英毛细管
固定相	50%苯基-甲基聚硅氧烷
柱规格（柱长×内径×液膜厚度）	30 m×0.25 mm×0.5 μ m
柱温	初始150 $^{\circ}$ C，保持7 min；升温速度20 $^{\circ}$ C/min，升温至240 $^{\circ}$ C，保持5 min
气化室温度/ $^{\circ}$ C	280
检测器温度/ $^{\circ}$ C	300
载气（氮气）流量/（mL/min）	2.0
氢气流量/（mL/min）	30
空气流量/（mL/min）	300
分流比	10:1
进样量/ μ L	1.0

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 试样溶液的制备

试样研磨成细粉并混合均匀。称取约0.2 g（精确至0.0001 g）试样，置于10 mL容量瓶中，加入适量丙酮，在超声波中震荡10 min使之溶解，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

5.3.5.2 测定

在表2所示的操作条件下，待仪器稳定后即可开始测定，记录各组分峰面积，采用校正面积归一化法进行结果计算。相对质量校正因子的测定按附录B进行。

5.3.6 结果计算

试样中间苯二甲腈及苯甲腈、间甲基苯甲腈、间氰基苯甲酰胺的含量 w_i ，以%表示，按式（1）计算：

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum(f_i \cdot A_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

f_i ——试样中组分*i*的相对质量校正因子；

A_i ——试样中组分*i*的峰面积。

5.3.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。间苯二甲腈两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%；苯甲腈、间甲基苯甲腈、间氰基苯甲酰胺两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

5.4 水分的测定

试样研磨成细粉并混合均匀，称取约1.0 g（精确至0.0001 g）试样，按GB/T 6283-2008中第8章“直接电量滴定法”进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的15%。

6 检验规则

6.1 检验项目

本文件第4章规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 组批规则

产品按批进行检验。在原材料和工艺不变的条件下，以一定时间间隔连续生产的实际批为一组批，但构成一个检验批次的时间通常不超过24 h。

6.3 采样

采样安全应遵守GB/T 3723的规定，按GB/T 6678、GB/T 6679的规定确定采样单元数和采样技术，最终采样量应不少于200 g。将所取样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥的容器中密封并粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份留存，以备查验。

6.4 判定规则与复验

检验结果的判定按照GB/T 8170中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本文件的要求，应重新自两倍数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文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用间苯二甲腈外包装上应有牢固、清晰的标志，其内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 厂址；
- d) 批号或生产日期；
- e) 产品等级、净含量；
- f) 本文件编号；
- g) GB 30000.18-2013 规定的“ 吞咽有害”、“吸入有害”符号¹⁾。

7.1.2 每批出厂的间苯二甲腈都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品检验结果或检验结论；
- e) 本文件编号等。

7.2 包装

工业用间苯二甲腈采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。每袋净含量25 kg、500 kg。也可根据客户要求采用其他形式的包装。

7.3 运输

工业用间苯二甲腈在装卸及运输过程中，应轻装轻卸，严禁撞摔，防潮湿、防日晒和雨淋，远离火源。

7.4 贮存

工业用间苯二甲腈包装件应贮存于阴凉、通风、干燥的库房中，远离火源及氧化剂。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录C。

附录 A

(规范性)

相对质量校正因子的测定

A.1 试剂

A.1.1 丙酮，分析纯，应没有干扰分析的杂质。

A.1.2 苯甲腈：纯度不低于99.0%（质量分数）。

A.1.3 间甲基苯甲腈：纯度不低于99.0%（质量分数）。

A.1.4 间氰基苯甲酰胺：纯度不低于99.0%（质量分数）。

A.1.5 对苯二甲腈：纯度不低于99.0%（质量分数）。

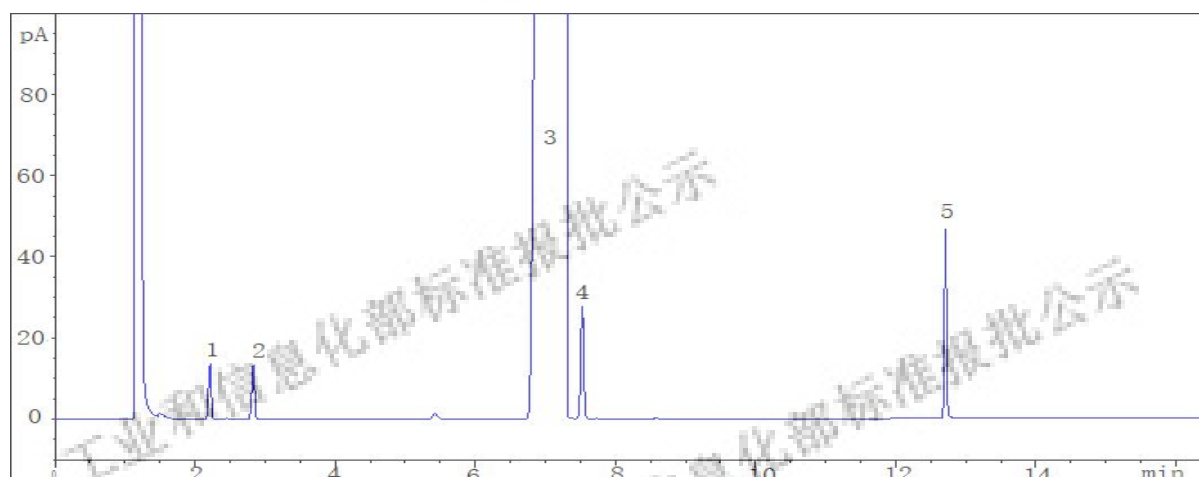
A.1.6 间苯二甲腈标样：纯度不低于99.5%（质量分数）。需事先在本文件规定的试验条件下进行检查，应在待测组分处无目标杂质峰的出现，否则应予以扣除。

A.2 分析步骤

A.2.1 称取苯甲腈标样0.1 g(精确至0.0001 g)、间甲基苯甲腈0.1 g(精确至0.0001g)、对苯二甲腈0.15 g(精确至0.0001g)、间氰基苯甲酰胺0.4 g(精确至0.0001 g)，分别置于4个100 mL容量瓶中，加适量丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀，配制成单标储备溶液。

A.2.2 称取间苯二甲腈标样1.0 g(精确至0.0001 g)，置于50 mL容量瓶中，用移液管分别加入适量体积的A.2.1中单标储备溶液，加入适量丙酮，在超声波中震荡使之溶解，冷却至室温，用丙酮稀释至刻度，摇匀，配制成与实际样品中各组分含量相近的混合标准溶液，计算混合标准溶液中各组分的质量（各组分的质量按标样实际质量分数进行换算）。

按与测定样品相同的操作条件测定混合标准溶液，平行测定三次，测得所有色谱峰的面积。间苯二甲腈及其杂质标样的色谱图见图A.1。



标引序号说明：

1 —— 苯甲腈；

2 —— 间甲基苯甲腈；

3 —— 间苯二甲腈；

4 —— 对苯二甲腈；

5 —— 间氰基苯甲酰胺。

图 A.1 间苯二甲腈及其杂质标样的色谱图

A.3 相对质量校正因子的计算

各组分相对于间苯二甲腈的质量校正因子 f_i ，按式 (A.1) 计算：

$$f_i = \frac{A \times m_i}{A_i \times m} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A ——混合标准溶液中中间苯二甲腈的峰面积；

m_i ——混合标准溶液中组分 i 的质量，单位为克 (g)；

A_i ——混合标准溶液中组分 i 的峰面积；

m ——混合标准溶液中中间苯二甲腈的质量，单位为克 (g)。

各组分三次相对质量校正因子测定结果的相对标准偏差不大于5%，取其平均值作为该组分的相对质量校正因子，保留三位有效数字。

A.4 推荐的各组分的相对质量校正因子

推荐的各组分的相对质量校正因子见表A.1。

表 A.1 推荐的各组分的相对质量校正因子

峰序号	组分名称	相对质量校正因子
1	苯甲腈	0.827
2	间甲基苯甲腈	0.837
3	间苯二甲腈	1.000
4	对苯二甲腈	0.993
5	间氰基苯甲酰胺	1.230

注：试样中其它未定性组分的校正因子使用保留时间最为接近的组分的相对质量校正因子计算。

A.5 相对质量校正因子的定期测定

相对质量校正因子与仪器及色谱条件等相关，表A.1中提供的各组分相对质量校正因子仅为参考值，相对质量校正因子应实际测定，并定期进行校验。

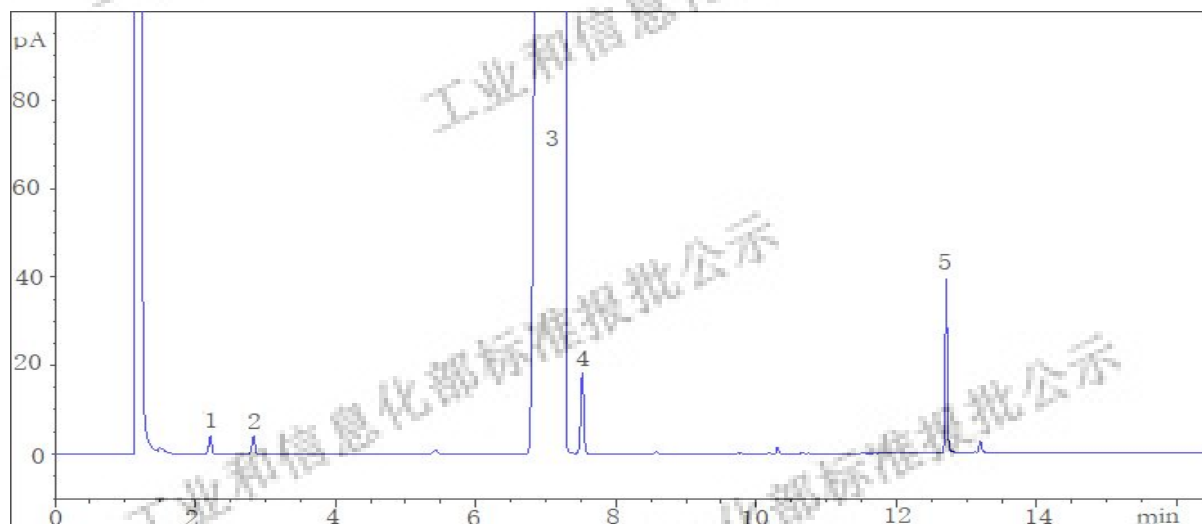
附录 B

(资料性)

间苯二甲腈及其杂质含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

B.1 间苯二甲腈及其杂质含量测定的典型色谱图

间苯二甲腈及其杂质含量测定的典型色谱图见图B.1。



标引序号说明：

- 1 —— 苯甲腈；
- 2 —— 间甲基苯甲腈；
- 3 —— 间苯二甲腈；
- 4 —— 对苯二甲腈；
- 5 —— 间氰基苯甲酰胺。

图 B.1 间苯二甲腈及其杂质含量测定的典型色谱图

B.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表B.1。

表 B.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	苯甲腈	0.304
2	间甲基苯甲腈	0.388
3	间苯二甲腈	1.000
4	对苯二甲腈	1.031
5	间氰基苯甲酰胺	1.742

附录 C

(资料性)

安 全

C.1 安全提示

工业用间苯二甲腈属可燃、有害品。遇明火、高热可燃，对人体皮肤和呼吸道有一定的刺激作用。

C.2 安全措施

灭火剂：雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳。

接触人员应戴防护手套、穿防护服、戴防护眼镜及防尘口罩。若不慎发生接触，应立即按如下措施急救：

- a) 皮肤接触：脱去污染的衣着，立即用清水冲洗干净；
 - a) 眼睛接触：立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少 15 min。就医。
 - b) 吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅，出现呼吸困难应及时就医。
 - c) 食入：切勿给失去知觉者通过口喂任何东西。用水漱口。就医。
-