



中华人民共和国国家标准

GB/T 25787—2010

4,4'-二羟基二苯砜(双酚 S)

4,4'-Sulfonyldiphenol (Bisphenol-S)

2010-12-23 发布

2011-10-01 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/TC 134)归口。

本标准起草单位：江苏敖伦达科技实业股份有限公司、南通柏盛化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：汪荣芬、许庆丰、李春梅。

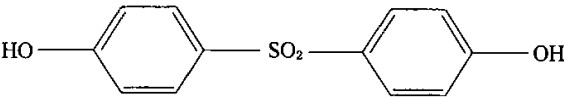
4,4'-二羟基二苯砒(双酚 S)

1 范围

本标准规定了 4,4'-二羟基二苯砒(双酚 S)的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于 4,4'-二羟基二苯砒的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{12}H_{10}O_4S$

相对分子质量: 250.27(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 80-09-1

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/T 605 化学试剂 色度测定的通用方法(GB/T 605—2006, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点范围的测定通用方法

GB/T 2386—2006 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法(ISO 6685:1982, IDT)

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(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170—2008 数值约规则与极限数值的表示修和判定

GB/T 21876—2008 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 要求

4,4'-二羟基二苯砒的质量应符合表 1 的要求。

表 1 4,4'-二羟基二苯砒的质量要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
(1) 外观	白色结晶粉末	
(2) 干品初熔点/℃	≥ 245.0	—
(3) 4,4'-二羟基二苯砒纯度/%	≥ 99.50	95.00
(4) 2,4-双酚 S 含量/%	≤ 0.50	—
(5) 水分的质量分数/%	≤ 0.80	1.00

表 1 (续)

项 目	指 标	
	一等品	合格品
(6) 灰分的质量分数/% ≤	0.30	1.00
(7) 色度,色度号 ≤	20	—
(8) 铁离子的质量分数/(mg/kg) ≤	5	—

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定采样。所采产品的包装必须完好,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 500 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

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

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。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 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 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2006 的规定进行。试样按本标准的 5.5 烘干后进行测定。

两次平行测定结果之差应不大于 0.1 ℃,取其算术平均值作为测定结果。

5.4 4,4'-二羟基二苯砜纯度及 2,4-双酚 S 含量

5.4.1 方法提要

采用高效反相液相色谱法,在十八烷基键合固定相上,以乙腈和水及冰乙酸为流动相,分离 4,4'-二羟基二苯砜及各组分,经紫外检测器检测,以峰面积归一法确定 4,4'-二羟基二苯砜纯度及 2,4-双酚 S 含量。

5.4.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0)mL/min,在此范围内其流量稳定性为±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;
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C₁₈ ODS 5 μm;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器:(10~25)μL,平头;
- e) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 乙腈:色谱纯;
- b) 冰乙酸;
- c) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:乙腈、水与冰乙酸的体积比为 33 : 67 : 1;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 进样量:5 μ L。

可根据装置不同,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 分析步骤

称取试样 15 mg(精确至 0.1 mg)至 25 mL 容量瓶中,用乙腈充分溶解并稀释至刻度。用微量注射器吸取 5 μ L 试样溶液,注入进样阀中,待最后一个组分流完(见色谱图),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.6 结果计算

4,4'-二羟基二苯砜纯度及 2,4-双酚 S 含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

A_i ——试样中组分 i 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分 i 的峰面积数值之和。

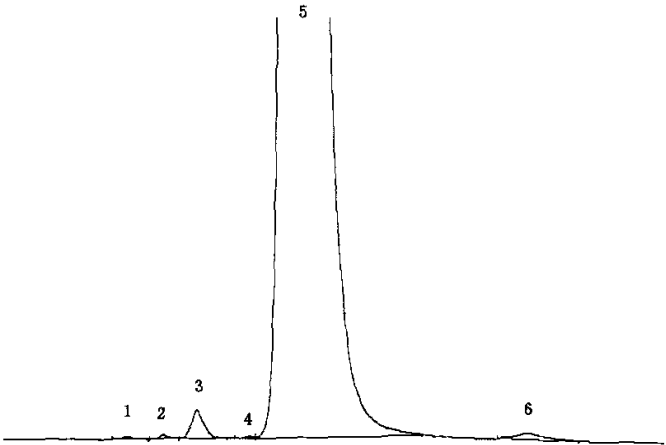
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.7 允许差

4,4'-二羟基二苯砜纯度两次平行测定的结果之差应不大于 0.2%,2,4-双酚 S 含量两次平行测定的结果之差应不大于 0.05%,取算术平均值作为测定结果。

5.4.8 色谱图

见图 1。



- 1——未知物;
- 2——未知物;
- 3——未知物;
- 4——未知物;
- 5——4,4'-二羟基二苯砜;
- 6——2,4-双酚 S。

图 1 4,4'-二羟基二苯砜的液相色谱示意图

5.5 水分含量的测定

称样量 3 g, 烘干温度 105 ℃~110 ℃。烘干时间为 4 h, 其他按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。

允许差 0.05% (质量分数)。

5.6 灰分含量的测定

按 GB/T 21876—2008 的规定进行, 温度为 650 ℃±25 ℃, 称样量 10 g。

允许差 0.05% (质量分数)。

5.7 铁离子含量的测定

5.7.1 方法提要

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子, 在 pH=2~9 时, 二价铁离子可与 1,10-菲罗啉生成橙红色络合物, 在分光光度计最大吸收波长(510 nm)处测定其吸光度或与标准铁色阶目视比较。

5.7.2 测定步骤

按本标准 5.6 进行灰化后的试样, 用 4 mL(1:9)硝酸溶液溶解后, 按 GB/T 3049—2006 的规定进行测定。

5.8 色度的测定

按 GB/T 605 的规定进行。样品溶剂: 甲醇, 样品比色浓度: 100 g/L, 比色管: 25 mL。

误差范围: ±5 色度号。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

4,4'-二羟基二苯砜应由生产厂的质量检验部门检验合格, 附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 4,4'-二羟基二苯砜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, 则整批产品为不合格。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

4,4'-二羟基二苯砜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、产品生产许可证编号及标志(如适用)、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上, 并和产品质量检验合格的证明一起放入包装桶内的塑料袋外面。

7.2 包装

4,4'-二羟基二苯砜用内衬塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装, 每袋净含量 25 kg 或 50 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋,严防包装破裂。

7.4 贮存

贮存于阴凉干燥通风处。
