T/CIEP 团 体 标 准

T/CIEP 011-2022

3, 3', 4, 4'-二苯醚四甲酸二酐

3,3',4,4'-Oxydiphthalic anhydride

2022-06-28 发布

2022-07-30 实施

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。

本文件由中国工业环保促进会提出。

本文件由中国工业环保促进会归口。

本文件起草单位:河北海力香料股份有限公司、江苏先诺新材料科技有限公司、南通汇顺化工有限公司、中国工业环保促进会。

本文件主要起草人: 张云堂、闫卫涛、韩彦肖、韩恩林、牛鸿庆、郭君华、郑玉龙、李小平、杨斌。

3.3'.4.4'-二苯醚四甲酸二酐

警示——本文件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。

1 范围

本文件规定了3,3',4,4'-二苯醚四甲酸二酐(以下简称"产品")的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、储存。

本文件适用于以苯酐为起始原料制备的产品。

CAS号: 1829-59-2

分子式: C₁₆H₆O₇

结构式:

相对分子量: 310.21 (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 191 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

中华人民共和国药典(2020年版)四部

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

产品技术指标应符合表1要求。

表1 要求

项目		指标
外观		白色粉末
纯度 /%	\vee	99. 50
水分 / (mg/kg)	\bowtie	500
金属离子(钠、镁、钾、钙、铝之和) / (μg/kg)	\forall	2000

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些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 外观

自然光下目测。

5.2 产品的纯度测定

5.2.1 试剂和材料

- 5.2.1.1 色谱乙腈(纯度:色谱纯)。
- 5.2.1.2 磷酸(纯度:色谱纯)。
- 5.2.1.3 氢氧化钠 (纯度:分析纯)。

5.2.2 仪器设备

- 5.2.2.1 液相色谱仪(UV)、分析天平(0.0001g)。
- 5.2.2.2 记录仪:色谱工作站。

5.2.3 色谱柱及典型操作条件

用液相色谱法测定,以反相柱分离产品中各组分,用紫外检测器检测,以归一化法计算产品的纯度。 推荐的色谱柱及操作条件参见表 2。

参数	操作条件
色谱柱	C18,柱内径 4.6mm,柱长 250mm
检测波长 / nm	254
柱温 / ℃	40
流动相	乙腈: 0.1%磷酸=1:1 (v:v)
流速 / (mL/min)	1.0
进样量/ μL	20

表2 色谱条件

5.2.4 试验步骤

- 5.2.4.1 精密称取 0.01g (精确至 0.0001g) 样品置 100mL 容量瓶中,加入 1mL 1mol/L 氢氧化钠溶液。
- 5. 2. 4. 2 样品溶解后加 10mL 乙腈、1mL 纯化水和 2mL 1mo1/L 磷酸摇匀。
- 5.2.4.3 用纯化水定容至 100mL, 摇匀, 待用。
- 5.2.4.4 按操作条件调整仪器,基线稳定后,进行样品测定。测量各组分的峰面积,用面积归一化法定量。

5.2.5 结果计算

产品的纯度用符号 ω表示, 计算方法按式(1)计算。

$$\omega = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \cdots (1)$$

式中:

ω一产品纯度,以百分比表示(%);

A_i一产品峰面积,单位为毫伏分(mV·min);

 ΣA_i 一所有组分峰面积总和,单位为毫伏分($mV \cdot min$)。

5.2.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%, 取其算术平均值为报告结果。

5.3 水分测定

依照中华人民共和国药典(2020版)四部之规定检测。

5.4 金属离子测定

依照中华人民共和国药典(2020版)四部之规定检测。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件表1中的全部项目均为出厂检验项目。

6.2 组批

以同等质量的均匀产品为一批,或以一储槽、一釜的产品为一批。

6.3 采样

- 6.3.1 按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 中规定的方法进行。
- 6.3.2 在每批产品中抽取样品 50g, 置于两个样品袋中, 一个供检验, 另一个保存备查。
- 6.3.3 粘贴标签注明产品名称、批号、取样日期等信息。
- 6.3.4 取样和样品保存过程中需做好防潮、防水。
- 6.3.5 产生质量争议时重新取样。

6.4 判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果均符合本文件要求即为合格,检验结果若有一项不符合本文件要求,应重新自该批产品中两倍量的包装件中取样,进行全项复检,复检结果即使只有一项不合格,则判定整批产品不合格。

6.5 不合格批次产品的处理

不合格批次产品,根据检测结果情况,返回上一工序重新精制。

7 标志、包装、运输、储存

7.1 标志

产品包装上应按照 GB/T 191 的有关规定粘贴明显、清晰、牢固的标志,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号、净含量、生产日期、产品主要成分和产品标准号。

7.2 包装

产品应装入药用低密度聚乙烯袋中,外层包铝箔袋,放入全纸桶,袋口、桶盖严密封闭,净重 20kg。

7.3 运输

产品在运输过程中,防止暴晒、雨淋。

7.4 储存

产品单独储存,不与其它物品一起存放,防止暴晒、雨淋。