

盛华德化工有限公司  
SHENGHUADE CHEMICAL CO.,LTD

Q/P

# 濮阳盛华德化工有限公司企业标准

Q/PSHD004-2020

代替 Q/PSHD004-2018

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月08日 11点49分  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止

## 均苯四甲酸二酐

Pyromellitic dianhydride

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月08日 11点49分  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止

2020-05-01 发布

2020-10-01 实施

濮阳盛华德化工有限公司

发布



## 目 录

前 言.....	1
1 范围.....	2
2 规范性引用文件.....	2
3 要求.....	3
4 试验方法.....	3
4.1 警示.....	3
4.2 一般规定.....	3
4.3 外观.....	3
4.4 熔程的测定.....	3
4.5 游离酸检测.....	4
4.6 含量的测定.....	5
4.7 丙酮残留检测.....	7
4.8 粒径检测.....	8
5 检验规则.....	9
5.1 检验分类.....	9
5.2 组批.....	9
5.3 采样.....	9
5.4 判定规则与复检.....	9
5.5 检验.....	9
6 标志、包装、运输和贮存.....	10
6.1 标志.....	10
6.2 包装.....	10
6.3 运输.....	10
6.4 贮存.....	10
7 安全.....	10
7.1 危险警告.....	10
7.2 安全措施.....	10



## 前 言

目前，均苯四甲酸二酐尚无国家或行业标准，特制定本标准作为企业组织生产、检测、包装等提供依据。

本标准按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本标准是对 Q/PSHD004-2018《均苯四甲酸二酐》的修订。

本标准由濮阳盛华德化工有限公司技术开发部提出并起草。

本标准主要起草人：王书生、李德彪、孙维华、王志明、赵贵现、韩志强、孙维昊、祝利军。

企业标准信息公共服务平台  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止  
2020年11月08日 11点49分

企业标准信息公共服务平台  
公开  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止  
2020年11月08日 11点49分

起草人代表：

审批人：

2020-10-01 实施



# 均苯四甲酸二酐

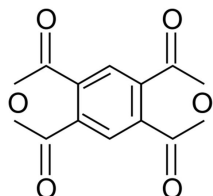
## 1 范围

本标准规定了均苯四甲酸二酐的技术要求、检测规则、试验方法、标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于均四甲苯经空气直接氧化而得的均苯四甲酸二酐，以丙酮溶剂结晶提纯的精制均苯四甲酸二酐成品。主要用于合成耐高温聚酰亚胺薄膜和环氧树脂固化剂。

分子式： $C_{10}H_2O_6$

结构式：



相对分子质量：218.12（按 2016 年国际相对原子质量）

## 2 规范性引用文件

下列文件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，仅注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

- GB 190 危险货物标示
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 产品采样通则
- GB/T 617 化学试剂熔点范围测定通用法
- GB/T 6882 分析实验室实验用水规格的试验方法
- GB/T 601 化学试剂标准滴定溶液的配制
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则
- GB/T 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6679 化工固体产品采样通则
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB/T 191 包装储运图标志
- GB 190 危险货物包装标志



GB 12463 危险货物运输包装通用技术

GB/T19007.1 粒度分析激光衍射法

### 3 要求

3.1 性状：外观为白色或微黄色针状结晶体。

3.2 均苯四甲酸二酐应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项目	指标
外观	白色结晶
熔程/°C	286~288
游离酸, $\omega$ /%	$\leq 0.50$
含量, $\omega$ /%	99.5
丙酮残留, ppm	$\leq 1300$
粒径 (90%以上) /目	80~150

### 4 试验方法

#### 4.1 警示

试验方法规定的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。

#### 4.2 一般规定

若无明确说明, 在分析中凡使用确认为分析纯的试剂和 GB/T6682 中规定的三级水, 分析中所用标准滴定溶液, 在没有注明其它要求时按 GB/T601、GB/T603 规定制备。

#### 4.3 外观

目测。

#### 4.4 熔程的测定

##### 4.4.1 仪器

- (1) 全自动微机熔点仪
- (2) 毛细管
- (3) 研钵



## 4.4.2 测定方法

- (1)将样品在研钵内充分研制成粉末；
- (2)将粉末样品装入毛细管，以自由落体方式装实样品，样品实体高度 3mm 左右；
- (3)开启电源，设置检测参数，待温度插入装有样品的毛细管，开始检测；
- (4)检测完成后，记录检测数据；
- (5)重复上述操作，两次检测数据差别 1℃为平行检测结果，如果差别大于 1℃重复上述检测，至有合适数据，认定为检测结果。

## 4.5 游离酸检测

## 4.5.1 仪器与试剂

微量滴定管	2ml
棕色滴瓶	60ml
棕色锥形瓶	500ml
棕色锥形瓶	250ml
均苯四甲酸	
丙酮	分析纯
溴酚蓝	
三乙胺	分析纯

## 4.5.2 三乙胺标准溶液配制 (0.1mol/L)

(1)准确称取 5.055 克三乙胺于 500ml 容量瓶，以 150ml 丙酮溶解后用丙酮定容至 500ml 备用。

(2)指示剂配制：精确称取 0.1 溴酚蓝以无水丙酮溶解后定容至 100ml 备用。

(3)标定：量取 100ml 无水丙酮于 250ML 锥形瓶，滴加 5 点溴酚蓝指示剂，用配制的三乙胺标准溶液滴定至溶液呈蓝色。记录用去三乙胺溶液体积。

精确称取 0.120 克均苯四甲酸于 250ml 锥形瓶中，量取无水丙酮 100ml 至 250ml 锥形瓶，加入 5 滴溴酚蓝指示剂，用配制三乙胺溶液滴定至溶液呈蓝色，记录用去三乙胺溶液体积。

三乙胺标准溶液溶度以下式计算

$$C = \frac{m \times 1000 \times 2}{245.12 \times (v_1 - v_2)}$$

式中：

C—三乙胺标准溶液溶度， mol/L

M—均苯四甲酸质量， g

V1—滴定消耗三乙胺标准溶液体积， ml



V2—空白值体积，ml

#### 4.5.3 游离酸测定方法

准确称取 3 克均苯四甲酸酐于 250 毫升锥形瓶，加入 100ml 无水丙酮溶解，加入 5 滴溴酚蓝指示剂，用标定的三乙胺溶液滴定至蓝色。记录体积。

量取 100ml 无水丙酮于 250ml 锥形瓶 加入 5 滴溴酚蓝指示剂，以标定的三乙胺溶液滴定至蓝色，记录体积。

游离酸含量以下式计算

$$\text{游离酸含量} = \frac{12.71 \times C \times (v_1 - v_2)}{M}$$

式中：

C—三乙胺标准溶液浓度 mol/L

V1—滴定均苯四甲酸酐消耗三乙胺标准溶液体积

V2—滴定无水丙酮空白值

M—均苯四甲酸酐质量

#### 4.6 含量的测定

##### 4.6.1 仪器和器材

高效液相色谱仪 紫外可见光检测器

分析天平

色谱柱 C-18

超声清洗器

容量瓶 100ml

玻璃漏斗

吸量管 5ml

##### 4.6.2 标准物和试剂

均苯四甲酸 PMA

邻苯二甲酸 EMA

偏苯三甲酸 TMA

4-甲基邻苯二甲酸 4MPA

顺丁烯二酸 MPC

磷酸

色谱甲醇

色谱三乙胺

色谱乙腈

色谱纯净水

##### 4.6.3 含量测定方法



## 4.6.3.1 水、试剂和溶剂

## (1)水

本标准使用的水应是通过蒸馏或离子交换等方法精制的水,或者通过反渗透、蒸馏、离子交换等方法结合精制的水。水质不应干扰分析。

## (2)试剂

试剂应是分析纯试剂或质量更好的试剂。试剂不应干扰分析。

## (3)溶剂

溶剂应足 HPLC 级的产品或质量相当或更好的产品。它们不应干扰所使用的检测器的性能。

## (4)取样及预处理的操作

高效液相色谱分析要求按样品的分析目的选择合适的取样方法。根据样品形式和分析目的,样品可直接进高效液相色谱仪,或者对分析物进行溶解、萃取、衍生、浓缩等预处理。

## 4.6.3.2 标样和样品的配制

(1)标样的配制:精确称取 30mg 均苯四甲酸,偏苯三甲酸、邻苯二甲酸、4-甲基邻苯二甲酸、顺丁烯二酸各 10mg 于 1000ml 容量瓶中,用 0.01mol/L 的磷酸溶液溶解并稀释至刻度,备用。

(2)样品溶液的配制:准确称取 0.1g 均苯四甲酸二酐于 100ml 容量瓶,加入约 00ml 的 0.01mol/L 的磷酸溶液于水浴加热水解溶化,后冷却至室温用 0.01mol/L 的磷酸溶液定容至刻度,备用。

## 4.6.3.3 计算校正因子

启动高效液相色谱仪,待仪器稳定后设定检测条件,基线稳定后将配置的标样用 0.22 μ m 滤头过滤,进样分析待各组分出峰完毕后按下式计算校正因子。

$$\text{校正因子 } f = \frac{\text{各物质浓度 } \text{mol/L}}{\text{峰面积}}$$

## 4.6.3.4 含量计算

均苯四甲酸酐含量按均苯四甲酸计算,其余杂质按各水解对应酸的量计算。

各杂质含量按下式计算:

$$\omega \% = \frac{A_i \times f}{C} \times 100$$

均苯四甲酸二酐含量=100-各杂质含量

上式中:

ω%—为各杂质百分含量

A<sub>i</sub>—为各杂质的峰面积



f—为各杂质的校正因子

C—为均苯四甲酸体积浓度 (mg/L)

注：未确定物质的校正因子按 4-甲基邻苯二甲酸的校正因子计。

#### 4.7 丙酮残留检测

##### 4.7.1 仪器设备与试剂

- (1)气相色谱仪配有氢焰检测仪
- (2)毛细管色谱柱：SE-54 0.32mm×30m×0.25um
- (3)数据处理系统：浙大智达 N2000
- (4)微量进样器
- (5)氮气：99.999%
- (6)氢气：氢气发生器
- (7)空气：净化空气
- (8)顶空进样器
- (9)分析天平 万分之一
- (10)容量瓶 25ml
- (11)顶空进样瓶 10ml
- (12)吸量管 10ml
- (13)二甲基乙酰胺 分析纯

##### 4.7.2 分析条件

###### 4.7.2.1 色谱分析条件

- (1)载气压力：0.02Mpa
- (2)氢气压力：0.1Mpa
- (3)空气压力：0.05Mpa
- (4)柱温：80℃
- (5)检测器温度：200℃
- (6)进样器温度：200℃
- (7)定量方法：外标法

###### 4.7.2.2 顶空进样器分析条件

- (1)炉温：80℃
- (2)阀温：90℃
- (3)管温：120℃
- (4)顶空：50s
- (5)取样：15s
- (6)进样：10s



## 4.7.2.3 标样的配制

(1)用分析天平准确称取0.1g无水丙酮溶于99.9g二甲基乙酰胺中混合均匀备用；

(2)稀释上述溶液20倍，定为标样浓度。

## 4.7.2.4 样品溶液配制

准确称取2.00g(精确至0.0001g)样品以50.00g(精确至0.0001g)二甲基乙酰胺溶解混合均匀备用。

## 4.7.2.5 样品平衡时间：20min

## 4.7.2.6 分析步骤

(1)启动气相色谱仪，稳定后设定检测条件待基线稳定备用；

(2)用吸量管量取5ml对照溶液置于顶空进样瓶中，密闭进样瓶；

(3)开启顶空进样器，设置检测参数，稳定后将对照溶液瓶置于仪器中，启动检测程序；

(4)待各组分出峰完毕，重复上述过程，在两次检测方差在0.5以内，计算校正因子。

$$f = \text{丙酮浓度}(\text{ug/g}) / \text{丙酮峰面积}$$

## 4.7.3 丙酮残留计算

以吸量管量取5ml样品溶液，置于顶空进样瓶，重复4.6.2.4的分析操作。按下式计算丙酮残留。

$$\text{丙酮残留含量}(\text{ug/g}) = \frac{(a+w) \times f \times A_c}{w}$$

式中：a—二甲基乙酰胺质量，g

w—样品质量，g

A<sub>c</sub>—样品峰面积

f—校正因子

## 4.8 粒径检测

## 4.8.1 一般规定

本标准粒径采用激光粒度分析仪对均苯四甲酸酐颗粒度分布进行检测

本标准采用的名词和单位均符合国家标准

本标准引用 GB/T19007.1 为标准

本标准粒度单位为 μm

## 4.8.2 仪器与试剂

激光粒度分析仪

超纯水

## 4.8.3 测定步骤



- (1)启动仪器，待激光稳定；
- (2)打开软件输入信息和检测参数；
- (3)校准光路 完成空白检测；
- (4)将样品均苯四甲酸酐加入纯净水中，分散均匀后，加入样品池。开启循环和搅拌，启动仪器超声系统超声 30 秒；
- (5)样品稳定后启动检测。并记录结果；
- (6)检测完毕清洗检测池 关闭电源。

## 5 检验规则

### 5.1 检验分类

本标准所列项目均为型式检验项目，其中外观、熔程、游离酸、丙酮残留、含量为出厂检验项目。在正常生产情况下每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：

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

### 5.2 组批

在相同原料相同工艺的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过一个班组生产时间。

### 5.3 采样

按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定采样。

### 5.4 判定规则与复检

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果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复检，复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，整批产品应作降等或不合格处理。

### 5.5 检验

均苯四甲酸二酐应由生产厂质量检验部门按本标准检验，生产厂应保证出厂的产品均符合本标准要求，每批出厂的产品都应附有质量检验报告单，其内容应包括：生产厂名称、产品名称、产品批号或生产日期和本标准的编号。用户应在收到本产品 15 天之内检验质量是否符合本标准要求当供需双方对产品质量发生争议时，由双方协商解决或由法定仲裁机构按照本标准进行检验仲裁。



## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

均苯四甲酸二酐包装容器上应有牢固的标志，标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190 中规定的“毒性物质”标志和 GB/T 191 中规定的“怕雨”等标志。

### 6.2 包装

产品内包装为内衬 PE 塑料袋的铝箔袋，每小袋 10kg，在塑料袋和铝箔袋之间放置一袋干燥剂（100g），外包装为纸箱，每箱两小袋，净重 20kg，也可根据客户要求定制包装。其最大偏差及运输应符合国家有关规定。

### 6.3 运输

产品在运输过程中应有遮盖物，应防潮、防雨水，防止日光暴晒，并应轻装轻卸，防止包装破损。严禁与食品、食用化学品、强氧化剂、碱类物质混运，并应符合危险化学品货物运输的有关规定。

### 6.4 贮存

本产品应贮存在清洁、阴凉、干燥的仓库内，严禁雨淋或受潮，严禁与氧化剂、碱类物质、食品、使用化学品混贮。产品自出厂之日起，质量有效期为六个月，超过有效期可按本标准规定再检验，如符合质量要求仍可使用。

## 7 安全

### 7.1 危险警告

均苯四甲酸二酐为毒性物质，吞咽可能有害、皮肤接触可能有害，吸入可能有害，遇明火能燃烧，受高热分解放出有毒气体，在潮湿空气中会发生水解反应。

### 7.2 安全措施

着火时可用水雾、抗乙醇泡沫、干粉或二氧化碳灭火。如果吸入，请将患者移到新鲜空气处。如呼吸停止，进行人工呼吸。如果皮肤接触，用肥皂和大量的水冲洗。如果眼睛接触，用水冲洗眼睛作为预防措施。如果食入，切勿给失去知觉者通过口喂任何东西，用水漱口。



企业标准信息公共服务平台  
公开 2020年11月08日 11点49分  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止

企业标准信息公共服务平台  
公开 2020年11月08日 11点49分  
该标准已于2021年02月04日 14点22分废止