

T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIFXXXX—XXXX

重烷基酚

Tert butyl alkylphenol

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：江苏迈达新材料股份有限公司、山东省产品质量检验研究院、南京晶典抗氧化技术研究院有限公司

本文件主要起草人：陈福星、xxx、xxx

重烷基酚

警告——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。

1 范围

本文件规定了重烷基酚的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、贮存。
本文件适用于以对甲酚和异丁烯为原料，经过催化剂作用，由烷基化反应生成的重烷基酚。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6283 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 6680 液体化工产品采样总则
- GB/T 8170 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 重烷基酚

对甲酚及其异构体邻、间甲酚等与异丁烯经过催化剂作用，由烷基化反应生成的单叔丁基甲酚、二叔丁基甲酚、辛基甲酚和其他高沸点烷基甲酚的混合烷基酚。

3.3 其他高沸点烷基甲酚

对甲酚及其异构体邻、间甲酚等与异丁烯经过催化剂作用，由烷基化反应生成的沸点高于二叔丁基甲酚的其他烷基甲酚。

4 技术要求

4.1 重烷基酚根据二叔丁基甲酚及重烷基酚总含量的不同分为 I 型和 II 型，指标要求应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项目	I 型	II 型
外观	浅黄色至深黄色油状液体	深黄色油状液体
重烷基酚总含量/% \geq	90	95
二叔丁基甲酚/% \geq	50	40
水分/% \leq	1.0	1.0
密度 (20℃) / (g/cm ³)	0.91~0.98	0.91~0.98

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

本文件中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 二叔丁基甲酚、重烷基酚总含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品用乙醇稀释后，采用氢火焰离子化检测器的检测，用面积归一化法定量分析。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.3.2.2 燃气：氢气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.3.2.3 助燃气：压缩空气。

5.3.2.4 无水乙醇。

5.3.2.5 间甲酚（CAS 号 108-39-4，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.6 对甲酚（CAS 号 106-44-5，纯度 $\geq 98.5\%$ ）。

5.3.2.7 混合甲酚（CAS 号 1319-77-3，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.8 单叔丁基对甲酚（CAS 号 2409-55-4，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.9 单叔丁基间甲酚（CAS 号 88-60-8，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.10 单叔丁基邻甲酚（CAS 号 2219-82-1，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.11 二叔丁基对甲酚（CAS 号 128-37-0，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.12 二叔丁基间甲酚（CAS 号 497-39-2，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.2.13 辛基酚（CAS 号 140-66-9，纯度 $\geq 99\%$ ）。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID），符合 GB/T 9722 要求。

5.3.3.2 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 进样器：微量进样器，1 μ L。

5.3.3.4 分析天平：0.0001g。

5.3.4 色谱柱及典型色谱工作条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表2，典型色谱图见附录A图A.1，各组分的保留时间和相对校正因子见附录A中表A.1。其他能达到相同分离效果的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱及典型气相色谱参考条件

项目	操作条件
色谱柱	KF-1, 30m×0.32mm×1.0 μm
程序升温	初温150℃, 程序升温速率10℃/min, 终温210℃, 保持5min
汽化室温度	230℃
检测器温度	250℃
载气流量	20mL/min
空气流量	300mL/min
氢气流量	30mL/min
分流比	1:50

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 定性分析

配制含甲基酚、单叔丁基对甲酚、单叔丁基间甲酚、单叔丁基邻甲酚、二叔丁基对甲酚、二叔丁基间甲酚、辛基酚的乙醇溶液，按表2中色谱条件测定，得到各组分的色谱图，记录各被测化合物的保留时间。各组分的参考保留时间和色谱图见附录A。

5.3.5.2 样品测定

准确称取0.1g（精确至0.0001g）混合均匀的样品溶于2mL乙醇中，试样浓度约为0.05g/mL，用微量进样器吸取0.6 μL的试样溶液，按5.3.4中色谱条件进行测定，记录被测物的峰面积。

5.3.6 结果计算

二叔丁基甲酚、重烷基酚总含量的质量分数 ω ，数值以%表示，按式（1）计算。

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

式中：

ω —二叔丁基甲酚含量或重烷基酚总含量，%；

A_i —试样中二叔丁基甲酚峰面积或重烷基酚各组分 i 的峰面积。

$\sum A_i$ —试样中各组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于1%。

5.4 水分的测定

按GB/T 6283 中规定的方法进行测定。

5.5 密度的测定

按 GB/T 4472 中规定的方法进行测定。

6 检验规则

- 6.1 本文件第 4 章规定的所有项目均为出厂检验项目。
- 6.2 在原材料、生产工艺不变的条件下，连续生产 10t 为一批。
- 6.3 按 GB/T 3723、GB/T6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。若桶内产品已有部分凝固，则必须用低于 100℃ 的热水将桶内产品全部融化后进行采样。所采样品总量不少于 500g，经混合均匀后，封装在两个清洁、干燥的玻璃瓶中，贴上标签，注明：产品名称、等级、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶作质量检验用，另一瓶密封保存留样备查。
- 6.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。若检验结果有一项指标不符合本文件的要求，应重新自两倍量的包装中加倍采样进行复验，复检结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品应做不合格处理。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装容器上应有牢固的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、厂址、批号、净含量、商标、本文件编号以及按 GB/T 190 规定的毒性物质标志。

7.2 包装

重烷基酚应用清洁、干燥的铁桶包装，每桶净含量 200kg，或使用专用的槽车运输。也可按用户要求包装。

7.3 运输

运输时防止猛烈撞击，装卸时不得抛卸。运输过程中防止日晒雨淋。

7.4 贮存

重烷基酚应贮存在 35℃ 以下，干燥、通风的库房内，严禁与强氧化剂、碱类同时贮存。

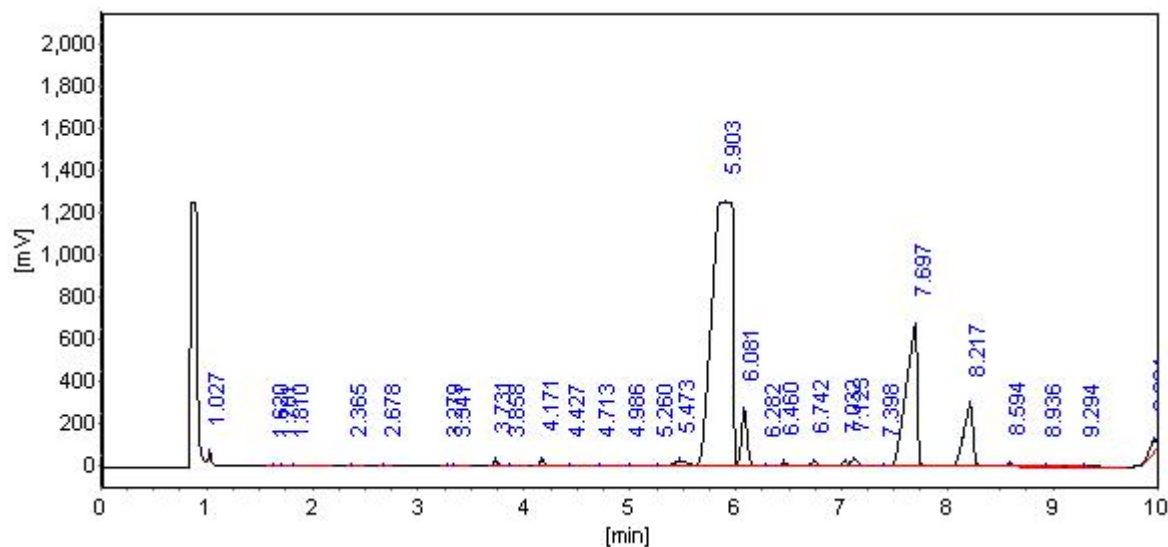
附录 A

(资料性)

重烷基酚各组分气相色谱图和参考保留时间

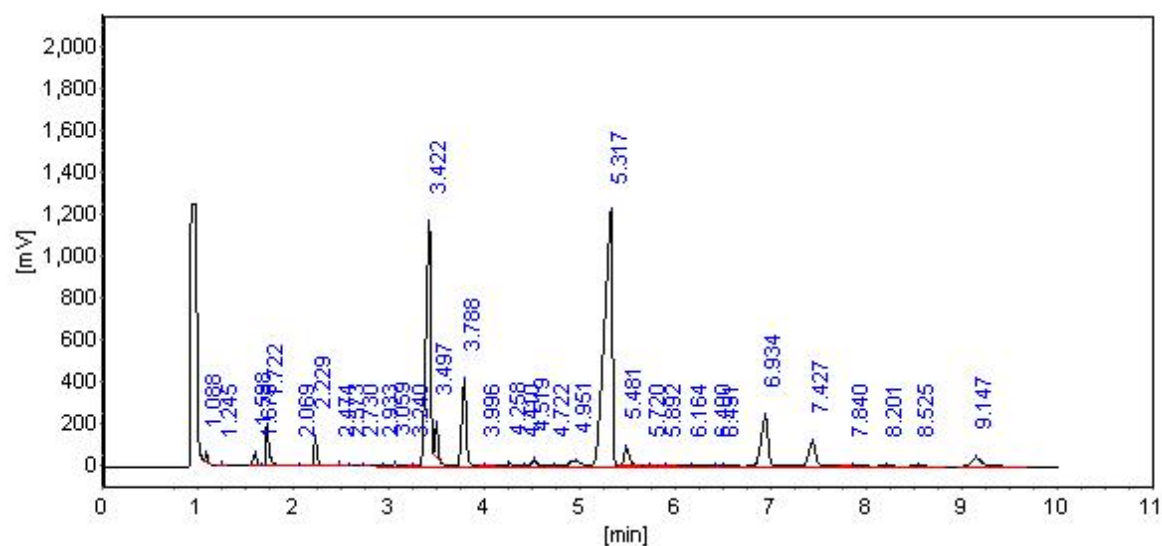
A.1 重烷基酚各组分典型气相色谱图

重烷基酚 I 型各组分气相色谱图见图 A.1



图A.1 重烷基酚 I 型各组分气相色谱图

重烷基酚 II 型各组分气相色谱图见图 A.2



图A.2重烷基酚 II 型各组分气相色谱图

A.2 重烷基酚各组分保留时间

重烷基酚各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 重烷基酚各组分保留时间

序号	组分	参考保留时间, min
1	间甲酚	1.737
2	对甲酚	1.774
3	甲基混酚	1.688
		2.040
		2.396
4	叔丁基邻甲酚	3.066
5	叔丁基对甲酚	3.932
6	叔丁基间甲酚	4.028
7	二叔丁基对甲酚	5.441
8	二叔丁基间甲酚	7.007
9	辛基酚	6.979

《重烷基酚》

团体标准编制说明

江苏迈达新材料股份有限公司

山东省产品质量检验研究院

2021.8

一、任务来源

根据中石化联质标（2020）140 号文件《关于印发 2020 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，《重烷基酚》标准制订项目列入 2020 年第二批团体标准制定计划。本文件是由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。标准由江苏迈达新材料股份有限公司为主要牵头单位，山东省产品质量检验研究院等单位参与了本标准的起草并承担了主要的检验工作。

二、目的、意义

重烷基酚一般为蜡裂解烯烃与苯酚在催化剂作用下烷基化制得。本项目重烷基酚为对甲苯与异丁烯合成二丁基羟基甲苯的同时，烷基化反应生成了单、双叔丁基甲酚和辛基酚的混合烷基酚，并经中和、萃取、结晶等工艺使二丁基羟基甲苯与重烷基酚分离，分离后的重烷基酚纯度可达 90% 以上。该产品不仅用于合成洗涤剂及农药生产的抗氧化剂，还可作为再生胶活化剂原料，每年需求量数万吨。

该产品目前没有国行标，供需双方通过合同约定检测项目和指标，存在要求不明确、管理不规范的问题。制定产品团体标准，将有助于生产企业共同研究、探讨工艺生产的稳定性及产品收率，同时对于下游客户的规范使用与应用。也为行业未来的发展起到积极的引领示范作用。

三、编制过程

1. 制定标准调研阶段

根据中石化联质标（2020）140 号文件《关于印发 2020 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，标准起草小组广泛征集各相关单位意见，查阅了重烷基酚生产、技术要求、使用情况等相关资料，并向相关单位发函，了解对制定《重烷基酚》团体标准的建议及生产、使用情况。在此基础上，初步拟定了《重烷基酚》团体标准的总体架构。

2. 制定标准工作方案阶段

2020 年 7 月，江苏迈达新材料股份有限公司等企业召开了制定《重烷基酚》团体标准工作方案会。会上与会代表经过讨论，初步确定了该产品的技术要求、指标项目

及相关参数，同时初步确定了相应的试验方法、检验、包装、运输、贮存等内容。根据讨论结果，标准起草工作组提出了工作方案及工作进度安排。

3. 制定标准起草阶段

工作方案会后，标准起草单位及有关单位根据工作方案会议的安排，开展了试验方法的研究及试验验证工作。2020年12月召开了《重烷基酚》团体标准制定工作组会议，标准起草工作组汇总了资料，并对资料及相关试验验证结果进行了分析，确定了《重烷基酚》团体标准主要内容。2021年1月-6月，对确定的试验方法进行了多家比对试验，在此基础上提出标准征求意见稿。

四、标准编制原则

本标准的制定参照国内重烷基酚生产、使用的相关资料，同时参考国内企业的相关要求，引进生产的先进理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1. 重烷基酚产品使用安全；随着人们生活水平的提高，以及近年来安全的事件时有发生，人们越来越重视安全生产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故，对人员造成危害，消除生产安全隐患。因此，生产安全是首要的原则。

2. 标准要具有科学性、先进性和可操作性；科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据，新标准有利于新产品开发，有利于产品质量的提高；先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；可操作性是指新标准不能脱离我国国情，有70%企业能做到，30%企业需要经过努力才能做到。

3. 与相关标准法规协调一致；与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法规要相一致。

4. 促进行业健康发展与技术进步。重烷基酚生产企业制定团体标准，是我国二重烷基酚行业以及使用单位一项重大举措，是从对最终产品的被动管控转向对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

5. 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则，同时符合客户的需求，保护消费者利益、促进对外贸易。

五、主要条款的说明

重烷基酚团体标准包括范围、规范性引用文件、技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输、贮存。

1. 范围

本标准规定了重烷基酚的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存。

本文件适用于以对甲酚和异丁烯为原料，在催化剂作用下，通过烷基化反应生产的重烷基酚。

2. 术语和定义

为了便于理解，对重烷基酚、其他高沸点烷基酚进行了定义。

重烷基酚

对甲酚及其异构体邻、间甲酚等与异丁烯经过催化剂作用，由烷基化反应生成的单叔丁基甲酚、二叔丁基甲酚、辛基甲酚和其他高沸点烷基甲酚的混合烷基酚。

其他高沸点烷基甲酚

对甲酚及其异构体邻、间甲酚等与异丁烯经过催化剂作用，由烷基化反应生成的沸点高于二叔丁基甲酚的其他烷基甲酚。

3. 要求

检验项目的设定参照国内企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的实验数据（见实验报告）等资源。根据二叔丁基甲酚及重烷基酚总含量的不同分为 I 型和 II 型，并确定了外观、重烷基酚、二叔丁基甲酚、水分、密度等项目的质量进行系统的控制，指标项目及参数的确定（指标项目及参数见附表）具体说明如下表所示：

项目	I 型	II 型
外观	浅黄色至深黄色油状液体	深黄色油状液体
重烷基酚总含量/% v ≥	90	95
二叔丁基甲酚/% ≥	50	40
水分/% ≤	1.0	1.0
密度 (20℃) / (g/cm ³)	0.91~0.98	0.91~0.98

1) 外观

外观用于对产品是否正常、是否有其它机械杂质混入进行直观和定性的考察。生产工艺不同，生产出的产品颜色存在差异。大部分企业标准中均设置外观指标。本标准规定为“浅黄色至深黄色油状液体”。方法规定用目测法判定，对观测条件作出如下规定“取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观测”。

2) 产品的主要成分

本项目工艺生产的产品，主成分为重烷基酚和二叔丁基甲酚。而重烷基酚和二叔丁基甲酚分别起到不同的抗氧化作用，尤其是在再生胶的生产工艺中，二叔丁基甲酚的抗氧化作用尤其明显，因而主成分设置了重烷基酚总含量和二叔丁基甲酚的含量。根据大量的 I 型和 II 型质量检验数据，规定了重烷基酚总含量和二叔丁基甲酚的含量的质量指标。

3) 水分含量

水分越低，储存期越长，下游产物越稳定。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，并结合生产工艺，本文件规定水含量的质量分数 $\leq 1.0\%$ 。

4) 密度

通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了叔丁基烷基酚的密度(ρ_{20})为 $0.91\text{g/cm}^3 \sim 0.98\text{g/cm}^3$ 。

4. 试验方法

重烷基酚产品在本标准中的外观、水分、密度的测定方法，基本采用相关通用标准中的试验方法；重烷基酚、二叔丁基甲酚因没有相关标准，因而对此进行了大量实验研究，确定用气相色谱法，并对色谱操作条件进行了筛选和优化。实验数据见实验报告。

(1) 重烷基酚总含量、二叔丁基甲酚含量的测定

文件中规定采用气相色谱法测定上述项目的含量，其测定原理为：在选定的色谱操作条件下，样品用乙醇稀释后经毛细管色谱柱分离，采用氢火焰离子化检测器的检测，用面积归一化法定量分析。

(2) 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的方法进行。

(3) 密度的测定

按 GB/T 4472 中规定的方法进行测定。

七、标准属性

根据我国对标准属性的的划分原则，本文件为推荐性团体标准。

八、标准水平分析

本文件为适应目前国内实际生产及使用的要求，对产品进行分类，标准的指标项目设置、技术要求 及试验方法方面均能满足使用的要求。试验方法方面，水分的测定采用卡尔费休法进行测定，产品主含量采用仪器分析法进行测定。这些方法可操作

性强，结果可靠。促进了环境保护及保障了分析人员的健康安全。综合分析，本文件在各项指标项目设置 方面适应了目前企业的使用要求，保证了产品的使用安全，分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。

九、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准符合相关现行法律、法规和强制性国家标准的要求。

十、重大分歧意见的处理经过和依据

标准修订过程中尚未出现重大意见分歧。

十一、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性团体标准。

十二、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准作为推荐性团体标准颁布，供相关组织参考采用。

重烷基酚团体标准

实验报告

1.重烷基酚总含量、二叔丁基甲酚的测定

1.1 定性分析

因为本产品是对甲酚与异丁烯烷基化反应的产物，所以，采用气相色谱法，按照 GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》的规定进行测定。按本文件中 5.3 规定条件配备标准溶液，通过各标准试剂的出峰时间（色谱图见图 1-9），定性出本产品含有的具体成分；通过试验方法的摸索，得到色谱操作条件（表 1）、典型色谱图（图 1）和各组分的保留时间（表 2）。

烷基酚标准试剂

间甲酚（CAS号108-39-4，纯度 \geq 99%）。

对甲酚（CAS号106-44-5，纯度 \geq 98.5%）。

混合甲酚（CAS号1319-77-3，纯度 \geq 99%）。

单叔丁基对甲酚（CAS号2409-55-4，纯度 \geq 99%）。

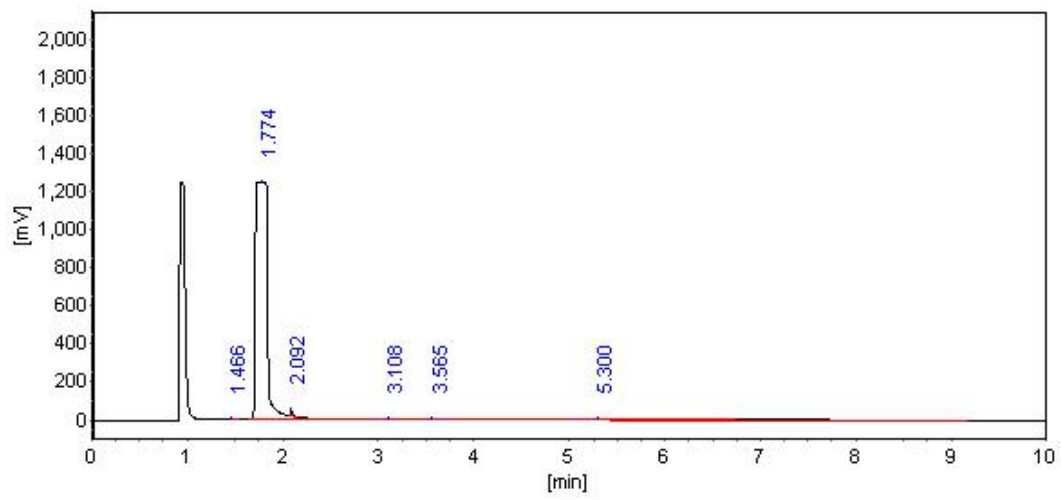
单叔丁基间甲酚（CAS号88-60-8，纯度 \geq 99%）。

二叔丁基对甲酚（CAS号128-37-0，纯度 \geq 99%）。

二叔丁基间甲酚（CAS号497-39-2，纯度 \geq 99%）。

辛基酚（CAS号140-66-9，纯度 \geq 99%）。

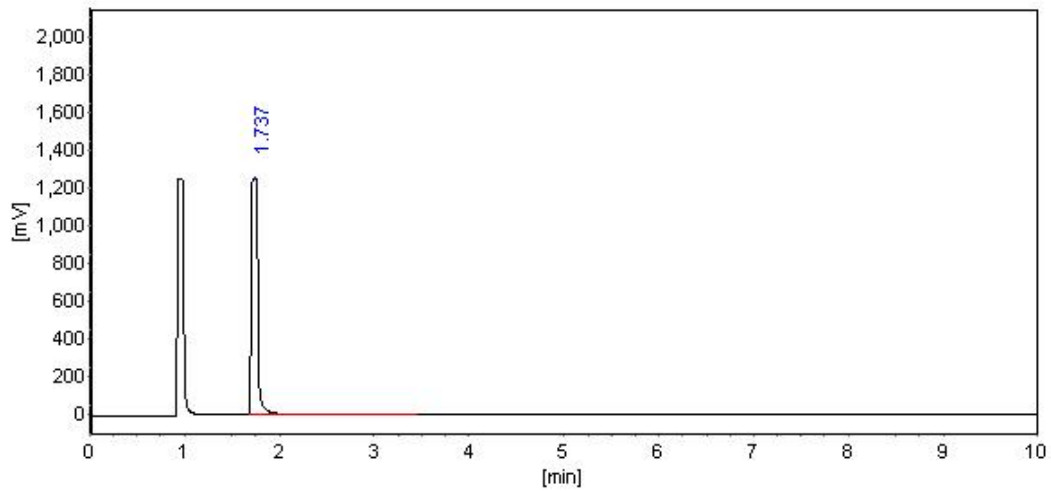
将上述各类烷基酚标准试剂配制成乙醇溶液。



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		1.466	120	290	0.00260	0.00260	BB
2		1.774	1249506	11093573	99.48792	99.48792	SBB
3		2.092	30093	52345	0.46943	0.46943	TBB
4		3.108	292	920	0.00825	0.00825	TBB
5		3.565	71	248	0.00222	0.00222	TBB
6		5.300	198	3298	0.02958	0.02958	TBB
总计:			1280280	11150673	100.00000	100.00000	

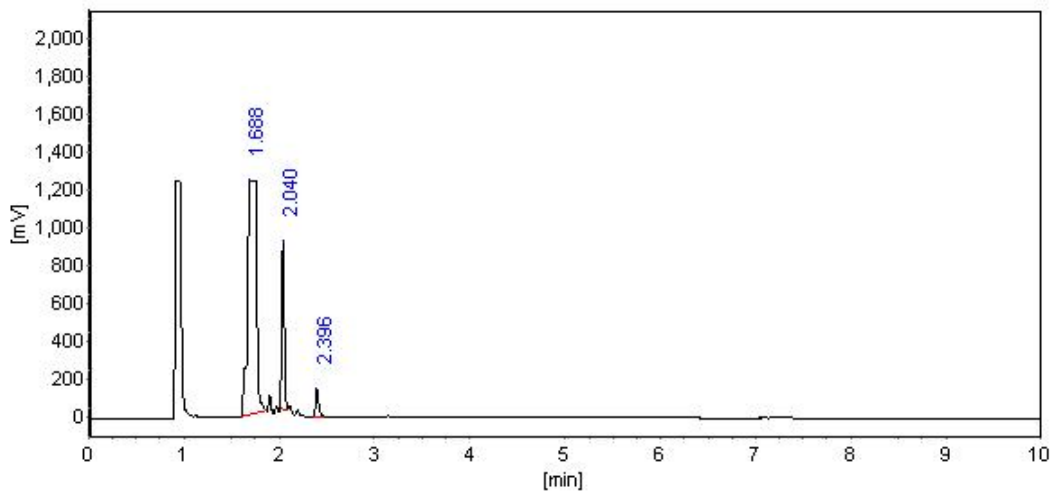
图1 对甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		1.737	1249851	6071087	100.00000	100.00000	SBV
总计:			1249851	6071087	100.00000	100.00000	

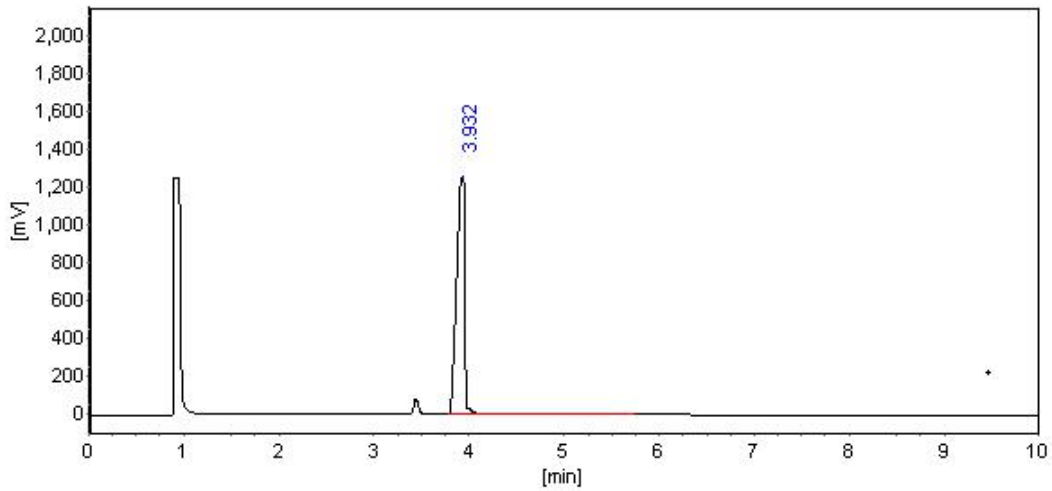
图2 间甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		1.688	1232562	8058069	80.71019	80.71019	BB
2		2.040	878073	1616329	16.18927	16.18927	BB
3		2.396	139121	309556	3.10054	3.10054	BB
总计:			2249756	9983954	100.00000	100.00000	

图 3 甲基混酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		3.932	1250654	7552306	100.00000	100.00000	SVB
总计:			1250654	7552306	100.00000	100.00000	

图 4 单叔丁基对甲酚标准溶液气相色谱图

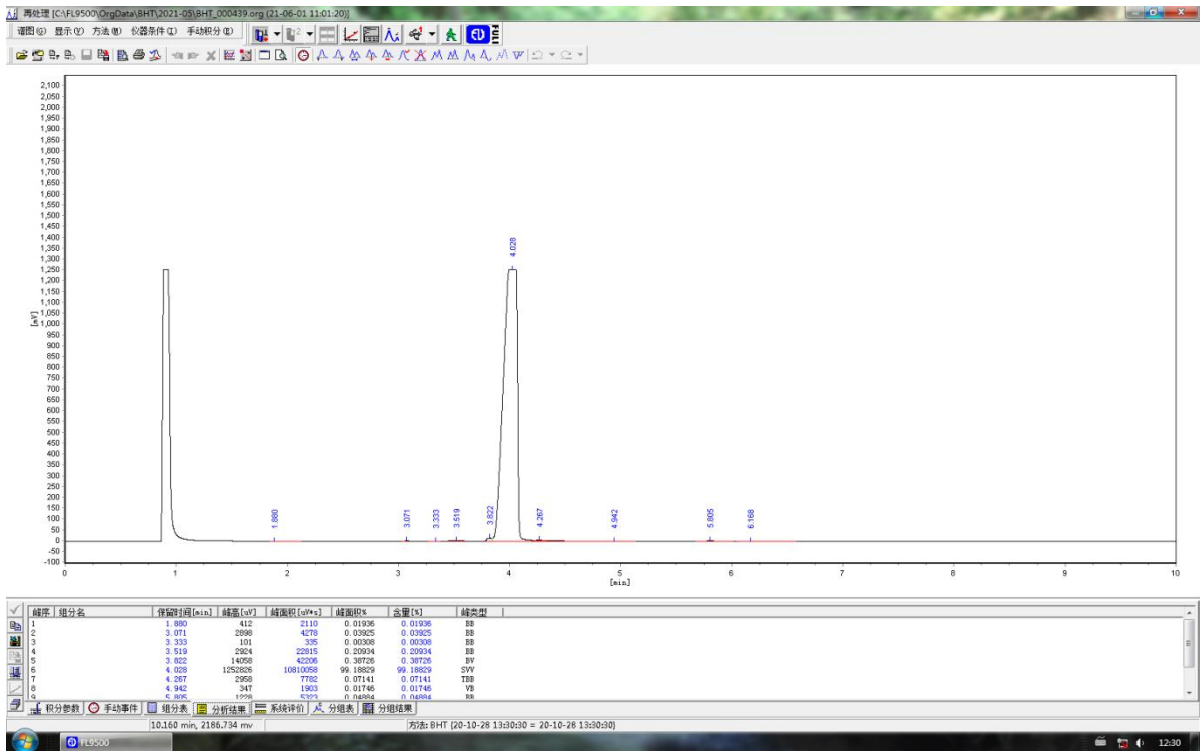
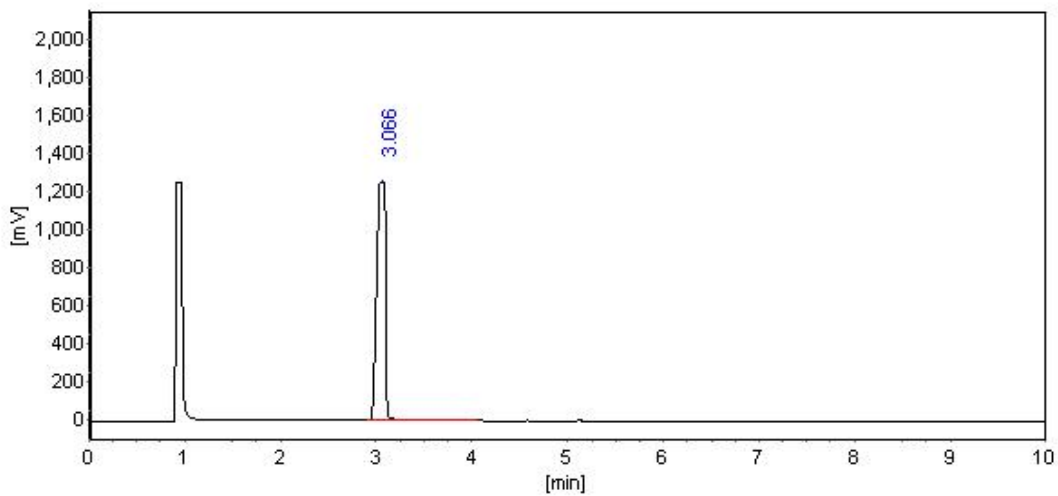


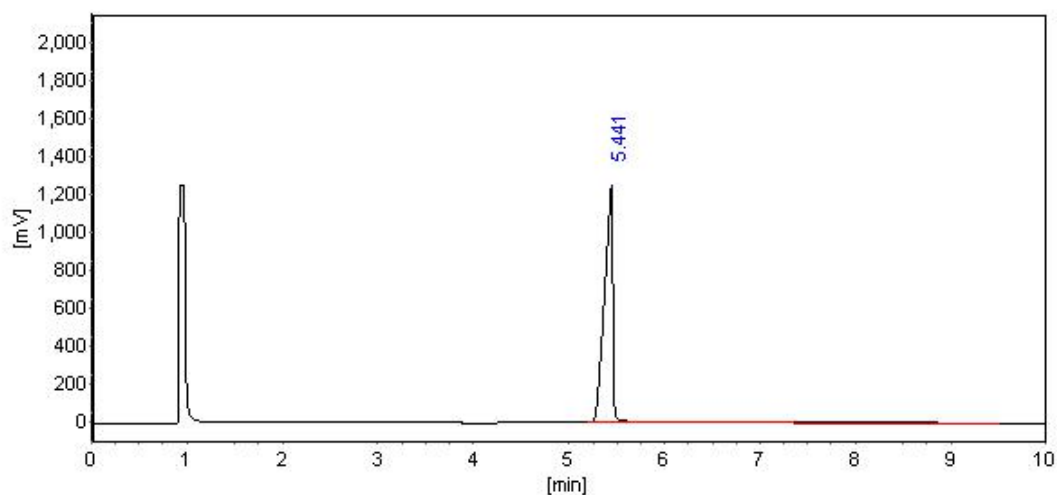
图 5 单叔丁基间甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		3.066	1250669	8024919	100.00000	100.00000	SBB
总计:			1250669	8024919	100.00000	100.00000	

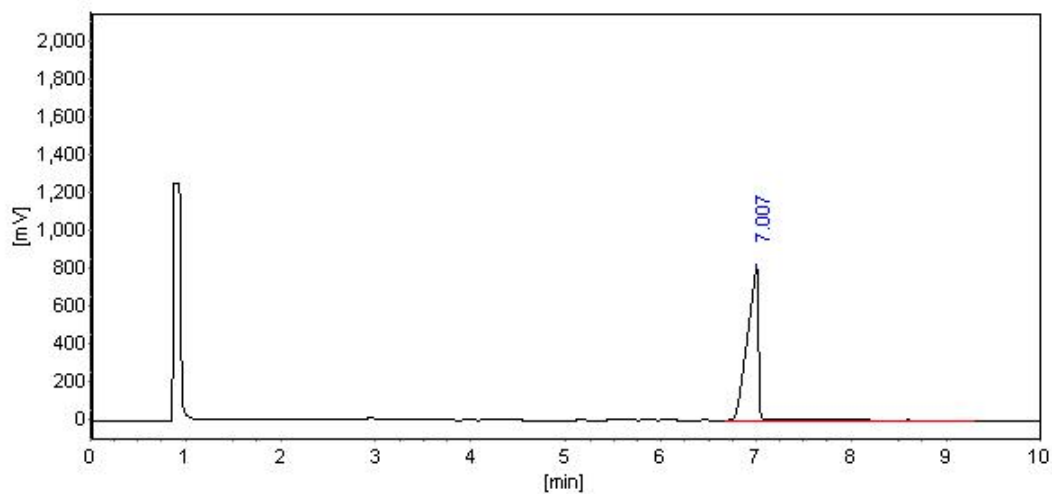
图 6 单叔丁基邻甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		5.441	1238345	7789463	100.00000	100.00000	VB
总计:			1238345	7789463	100.00000	100.00000	

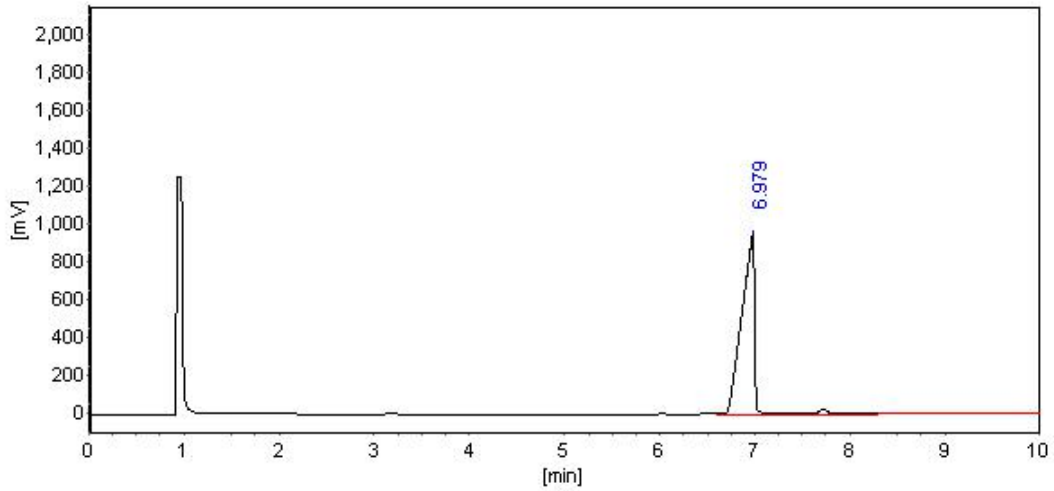
图 7 二叔丁基对甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		7.007	806558	6513159	100.00000	100.00000	SBB
总计:			806558	6513159	100.00000	100.00000	

图 8 二叔丁基间甲酚标准溶液气相色谱图



分析结果表

峰号	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		6.979	948011	8860337	100.00000	100.00000	SVB
总计:			948011	8860337	100.00000	100.00000	

图 9 辛基酚标准溶液气相色谱图

表 1 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项目	操作条件
色谱柱	KF-1, 30m×0.32mm×1.0 μ m
程序升温	初温150℃, 程序升温速率10℃/min, 终温210℃, 保持5min
汽化室温度	230℃
检测器温度	250℃
载气流量	20mL/min
空气流量	300mL/min
氢气流量	30mL/min
分流比	1:50

表 2 重烷基酚各组分保留时间

序号	组分	参考保留时间, min
1	间甲酚	1.737
2	对甲酚	1.774
3	甲基混酚	1.688
		2.040
		2.396
4	单叔丁基邻甲酚	3.066
5	单叔丁基对甲酚	3.932
6	单叔丁基间甲酚	4.028

序号	组分	参考保留时间, min
7	二叔丁基对甲酚	5.441
8	二叔丁基间甲酚	7.007
9	辛基酚	6.979

1.2 I 型样品的测定

选取 5 个样品, 按本文件 5.3 规定条件进行样品分析, 每个样品平行测定三次, 其中 1#~5#样品色谱图见图 10~图 14, 全部实验结果见表 3。

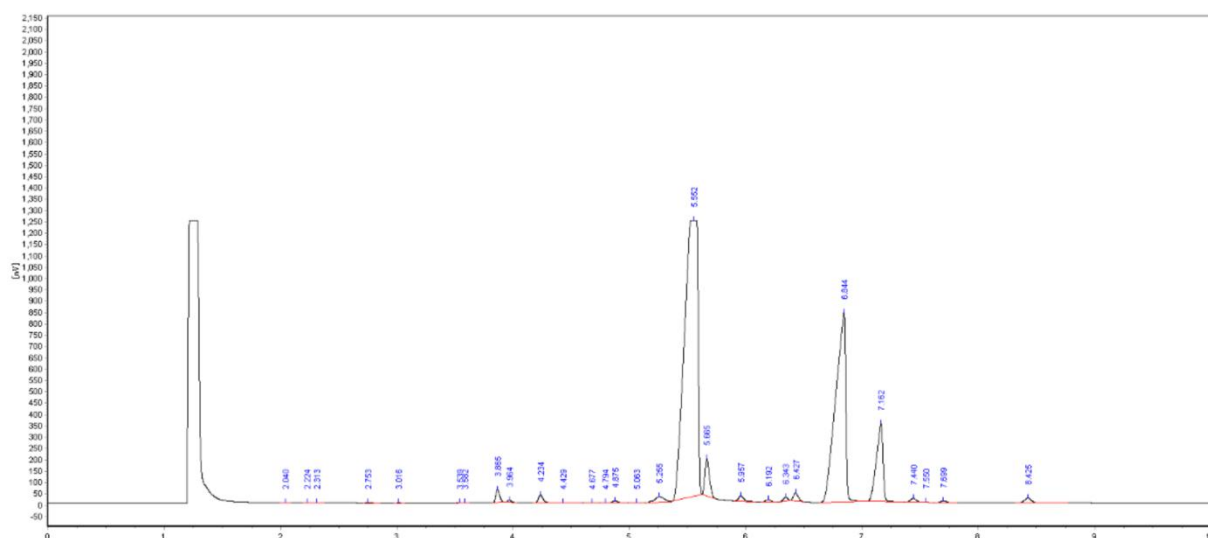


图 10 I 型样品 1#-1 色谱图

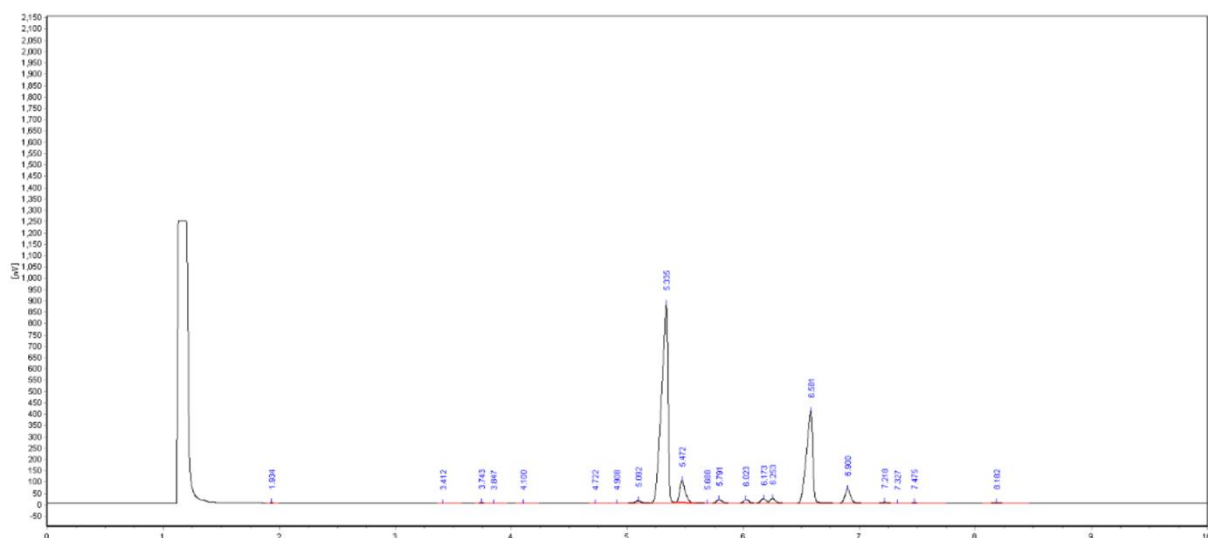


图 11 I 型样品 2#-1 色谱图

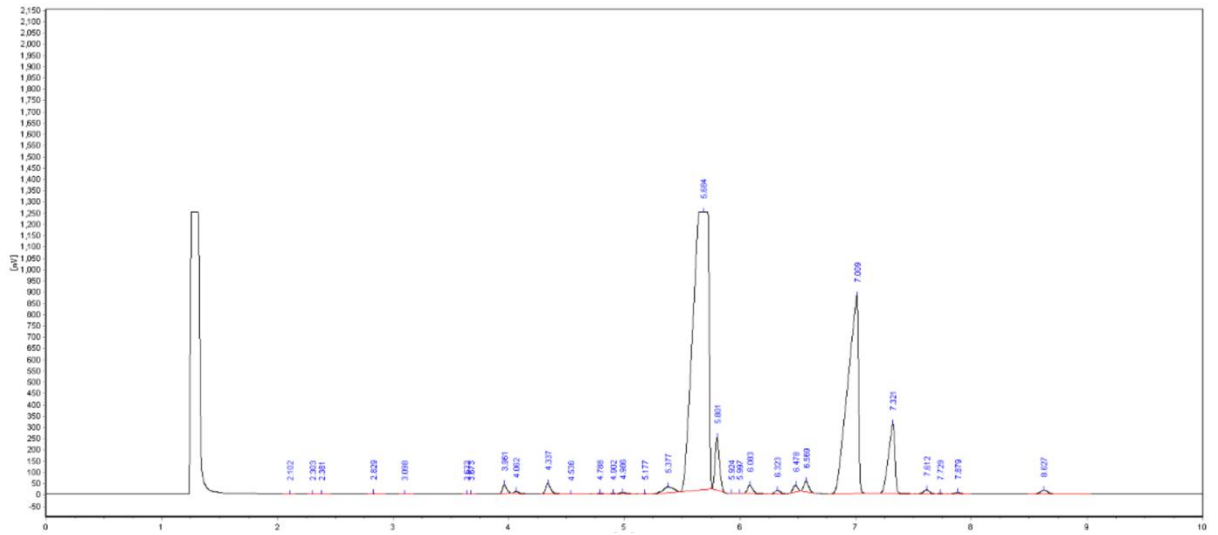


图 12 I 型样品 3#-1 色谱图

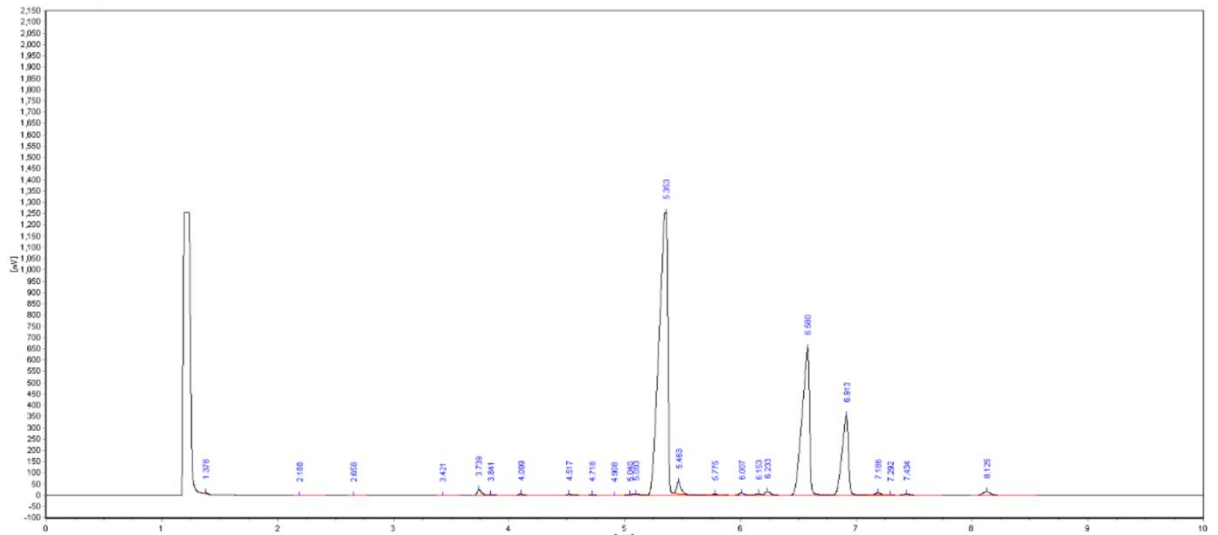


图 13 I 型样品 4#-1 色谱图

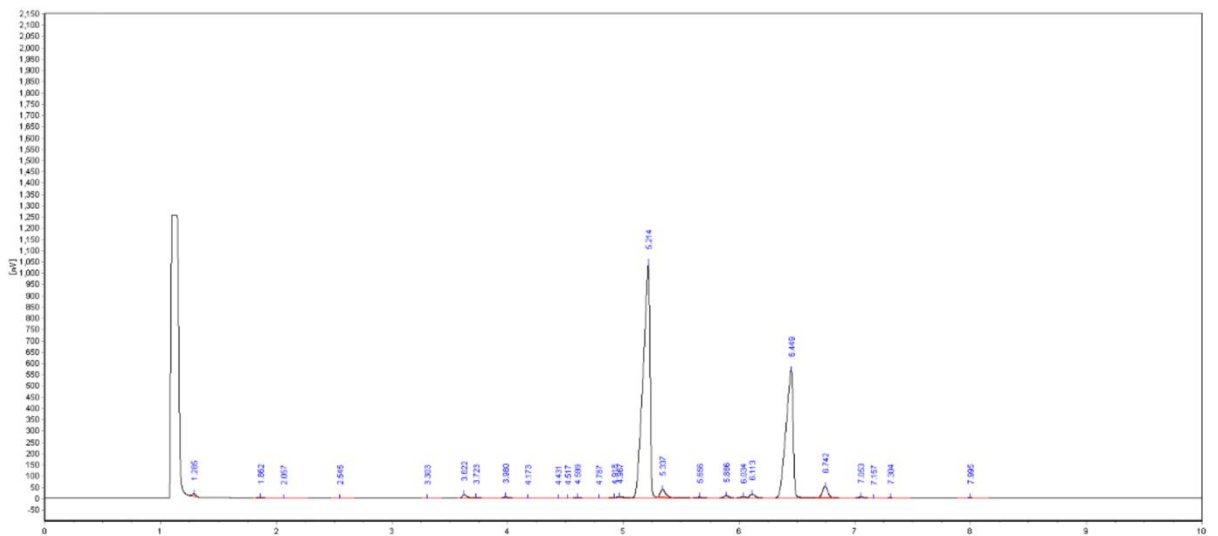


图 14 I 型样品 5#-1 色谱图

表 3 I 型样品实验数据汇总

组分	1			2			3			4			5		
对甲酚%	0.44	0.47	0.48	0.51	0.55	0.55	0.24	0.31	0.34	0.47	0.54	0.57	0.72	0.71	0.68
平均值%	0.46			0.54			0.30			0.53			0.70		
单叔丁基对甲酚%	0.64	0.73	0.66	0.71	0.81	0.84	0.75	0.71	0.64	0.61	0.76	0.90	0.42	0.64	0.77
平均值%	0.68			0.79			0.70			0.75			0.61		
双叔丁基对甲酚%	53.21	53.34	53.4	52.92	52.77	53.23	51.78	51.95	51.45	52.12	52.01	51.78	52.92	52.48	52.45
平均值%	53.31			52.97			51.73			51.97			52.62		
其他高沸点烷基甲酚%	40.12	40.45	40.22	40.58	40.59	40.36	40.45	40.66	40.86	40.22	40.49	40.73	40.90	40.84	40.49
平均值%	40.33			40.51			40.66			40.48			40.74		
重烷基酚总含量%	94.32			94.27			93.09			93.20			93.97		

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

1.2 II型样品的测定

选取 5 个 II 型样品，按本文件 5.3 规定条件进行样品分析，每个样品平行重复测定三次，其中 1#~5#样品色谱图见图 15~图 19，全部实验结果见表 4。

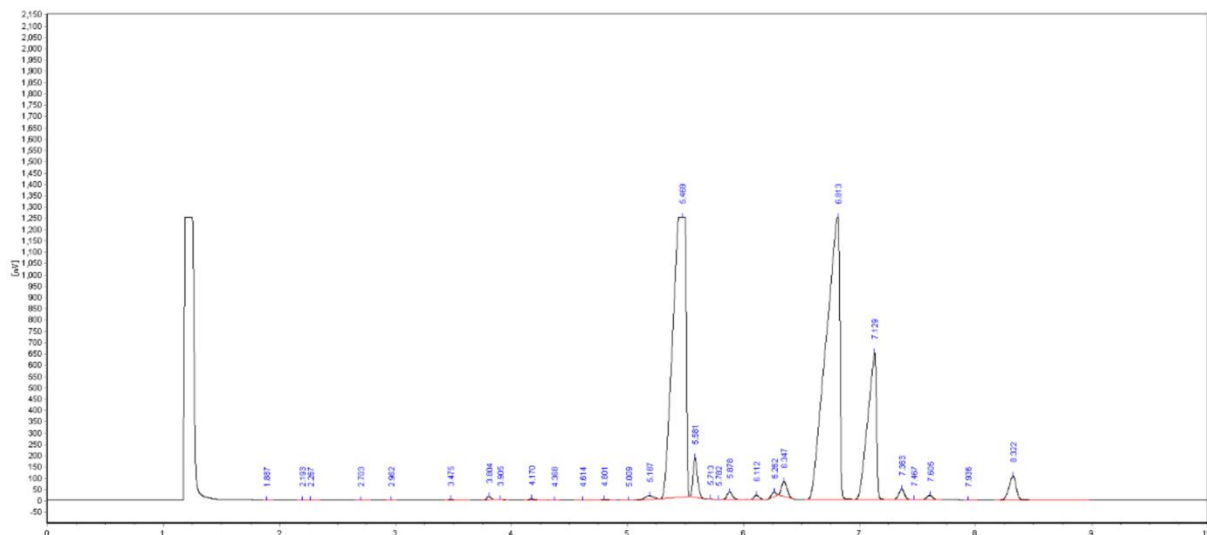


图 15 II 型样品 1#-1 色谱图

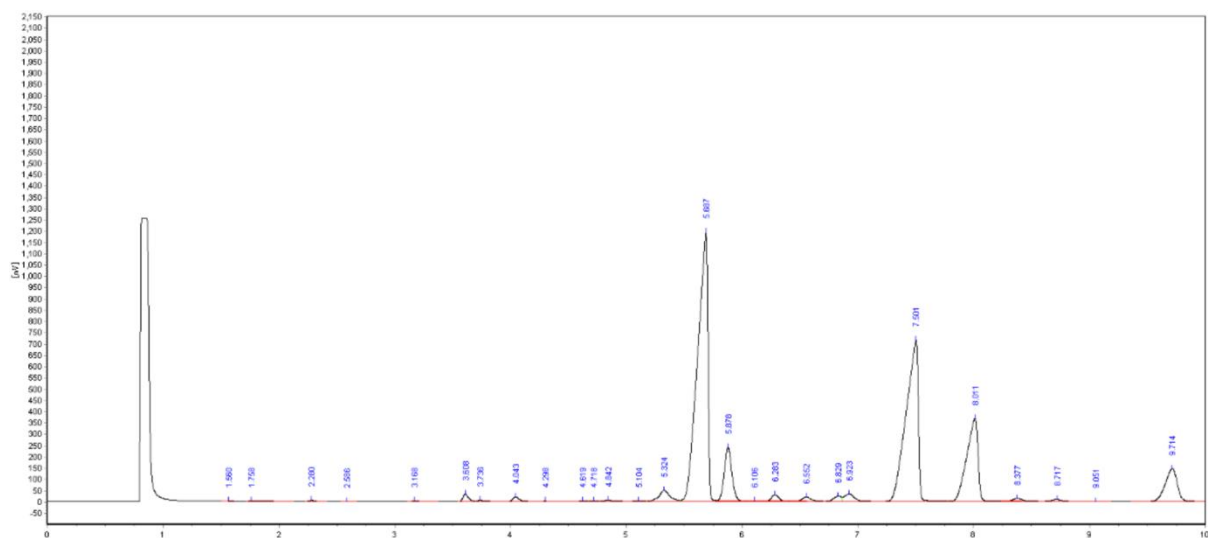


图 16 II 型样品 2#-1 色谱图

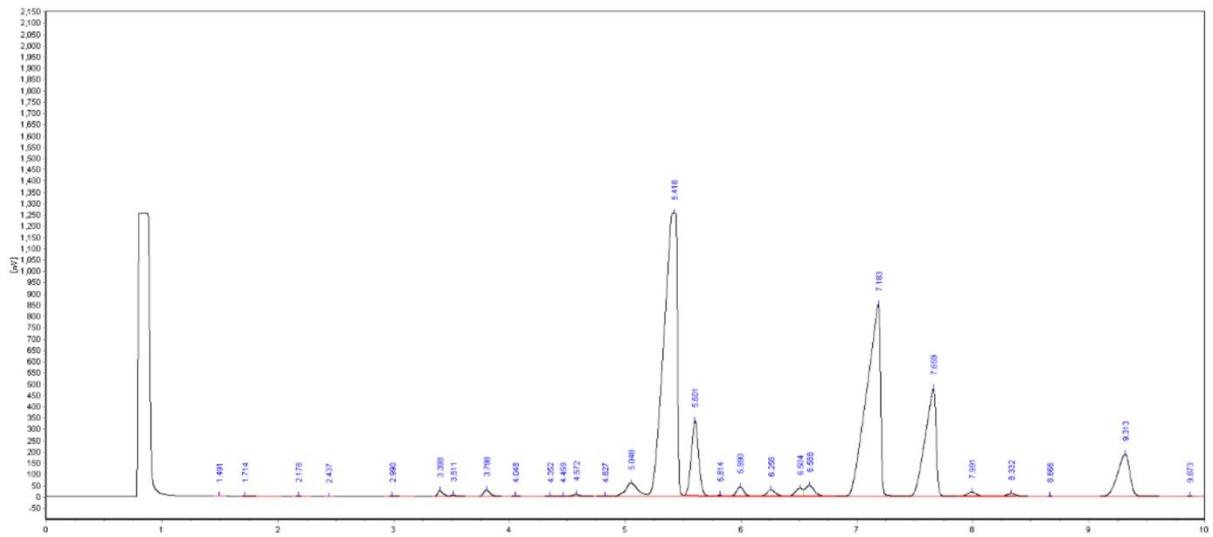


图 17 II型样品 3#-1 色谱图

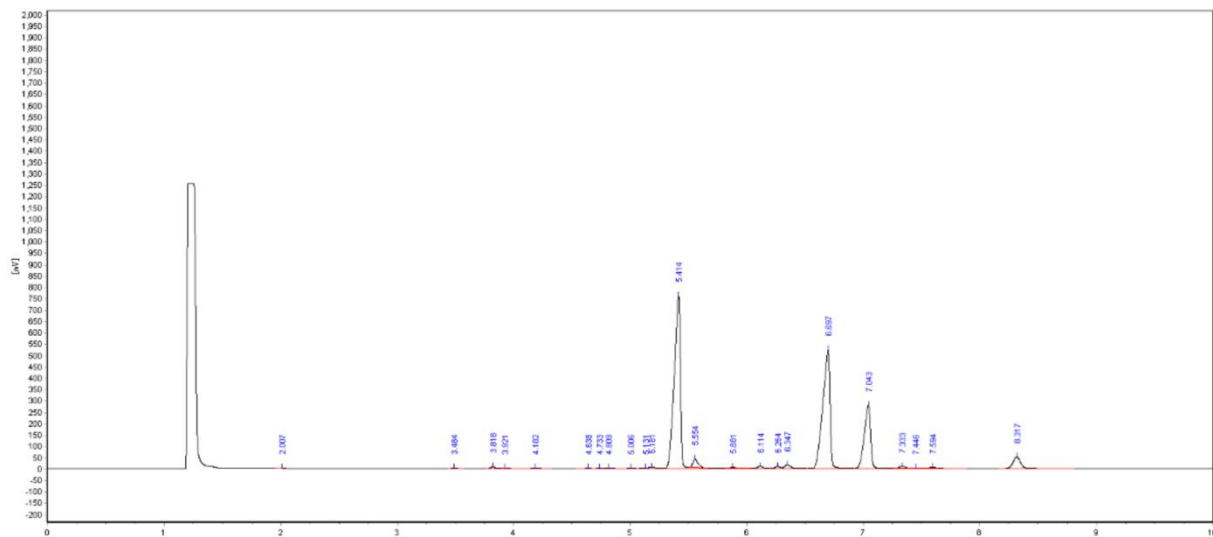


图 18 II型样品 4#-1 色谱图

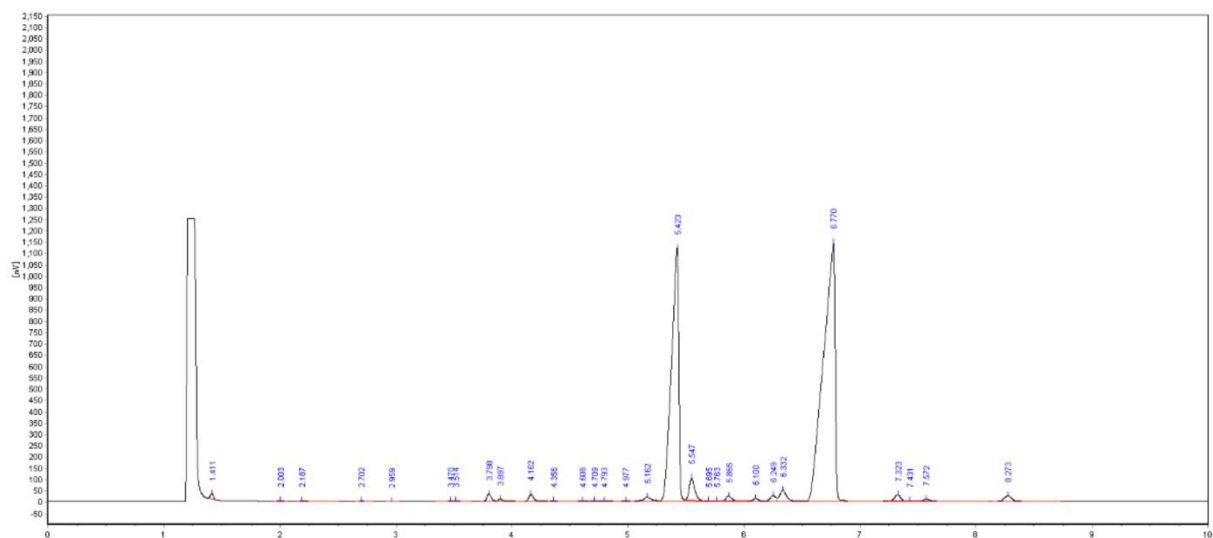


图 19 II型样品 5#-1 色谱图

表 4 II 型样品实验数据汇总

组分	1#			2#			3#			4#			5#		
对甲酚%	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
平均值%	未检出			未检出			未检出			未检出			未检出		
叔丁基对甲酚%	0.04	0.12	0.08	0.07	0.09	0.09	0.08	0.07	0.05	0.08	0.11	0.05	0.06	0.04	0.06
平均值%	0.07			0.08			0.07			0.08			0.06		
二叔丁基对甲酚%	40.64	40.42	40.24	40.89	40.68	40.56	42.42	41.87	41.98	41.24	41.03	40.89	41.66	41.44	41.18
平均值%	40.43			40.71			42.09			41.05			41.43		
辛基酚%	2.42	2.67	2.85	2.23	2.55	2.78	2.65	2.48	2.10	3.05	3.23	3.55	2.24	2.66	2.85
平均值%	2.65			2.52			2.41			3.28			2.58		
其他高沸点烷基甲酚%	52.76	52.97	53.55	53.12	53.17	53.64	51.68	51.69	51.32	50.85	50.78	51.26	51.72	51.94	52.32
平均值	53.09			53.31			51.90			50.96			51.99		
重烷基酚总含量 %	96.17			96.54			96.40			95.29			96.00		

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

2.水分的测定

按本文件拟定方法 5.4 测定 I 型和 II 型重烷基酚样品，水分的测定采用卡尔·费休法，按照 GB/T 6283《化工产品水含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）》的规定进行测定。结果见表 5。

表 5 水分试验验证数据

指标	I 型					II 型				
	1#	2#	3#	4#	5#	1#	2#	3#	4#	5#
水分, w/%	0.47	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.48	0.7	0.58	0.46
	0.49	0.67	0.67	0.67	0.67	0.67	0.4	0.64	0.62	0.52
	0.49	0.67	0.67	0.67	0.67	0.67	0.45	0.68	0.61	0.50
平均值, w/%	0.48	0.66	0.66	0.66	0.66	0.66	0.44	0.67	0.60	0.49
绝对偏差, w/%	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.029	0.022	0.016	0.022

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

3.密度测定的测定

按本文件拟定方法 5.5 测定 I 型和 II 型重烷基酚样品，结果见表 6。

表 6 密度试验验证数据

指标	I 型					II 型				
	1#	2#	3#	4#	5#	1#	2#	3#	4#	5#
密度 ρ_{20} (g/cm ³)	0.9635	0.9635	0.9645	0.9613	0.9635	0.9635	0.9645	0.9613	0.9635	0.9635
	0.9628	0.9616	0.9635	0.9622	0.9628	0.9616	0.9635	0.9622	0.9628	0.9616
	0.9633	0.9626	0.9642	0.9631	0.9633	0.9626	0.9642	0.9631	0.9633	0.9626
平均值 ρ_{20} (g/cm ³)	0.9632	0.9626	0.9641	0.9622	0.9632	0.9626	0.9641	0.9622	0.9632	0.9626
绝对偏差 (g/cm ³)	0.0003	0.0006	0.0004	0.0006	0.0003	0.0006	0.0004	0.0006	0.0003	0.0006

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。