

ICS 71.080.40; 71.080.80; 71.080.99; 71.100.40
G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5620~5623—2019

工业用二异丁基酮 (DIBK)、
工业用二异丁基二甲氧基硅烷、
工业用二异丙基二甲氧基硅烷
和对甲基苯磺酸
(2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5620—2019 工业用二异丁基酮（DIBK）	(1)
HG/T 5621—2019 工业用二异丁基二甲氧基硅烷	(13)
HG/T 5622—2019 工业用二异丙基二甲氧基硅烷	(25)
HG/T 5623—2019 对甲基苯磺酸	(37)

ICS 71.080.80
G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5620—2019

工业用二异丁基酮 (DIBK)

2,6-Dimethyl-4-heptanone for industrial use

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：浙江新化化工股份有限公司、宁波镇洋化工发展有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：刘训军、范彦如、余彭亮、沈曙光、涂利根、邵建强、应明军、颜志明、黎晓华。

工业用二异丁基酮 (DIBK)

警示——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

本标准规定了工业用二异丁基酮 (DIBK) 的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以丙酮为原料在催化剂作用下加氢缩合制得的工业用二异丁基酮 (DIBK)。

分子式: C₉H₁₈O

结构式:



2,6-二甲基-4-庚酮 4,6-二甲基-2-庚酮

相对分子质量: 142.24 (按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2013 液体石油化工产品密度测定法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法 (Hazen 单位——铂-钴色号)

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 液体化工产品采样通则

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

3 要求

3.1 外观: 无色透明液体, 无机械杂质。

3.2 工业用二异丁基酮 (DIBK) 应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标
二异丁基酮 (DIBK), w/%	≥96.0
2,6-二甲基-4-庚酮, w/%	≥70.0
水分, w/%	≤0.15
酸度(以乙酸计), w/%	≤0.02
色度/Hazen 单位 (Pt-Co 号)	≤20

注: 二异丁基酮 (DIBK) 质量分数为 2,6-二甲基-4-庚酮和 4,6-二甲基-2-庚酮质量分数之和。

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 制备。

4.2 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。

4.3 二异丁基酮 (DIBK)、2,6-二甲基-4-庚酮含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法, 在选定的色谱条件下, 使样品经毛细管柱分离, 用氢火焰离子化检测器检测, 采用面积归一化法定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气: 体积分数不低于 99.99%, 经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.2 氢气: 体积分数不低于 99.99%, 经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.3 空气: 经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪: 配有毛细管柱进样装置和氢火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定, 仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.3.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.3.3 自动进样器或微量注射器。

4.3.4 色谱柱及色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1, 其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可采用。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
固定相	PEG-20 M
柱长×柱内径×液膜厚度	60 m×0.25 mm×0.25 μm
柱温/℃	初温 60 ℃，保持 0 min；升温速率 20 ℃/min；终温 230 ℃，保持 10 min
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250
载气流量 (N ₂)/(mL/min)	3.0
氢气流量/(mL/min)	30~40
空气流量/(mL/min)	300~400
分流比	100 : 1
进样量/μL	0.2

4.3.5 分析步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用色谱工作站处理计算结果。定量分析采用面积归一化法。

4.3.6 结果计算

二异丁基酮 (DIBK) 的质量分数 w 、2,6-二甲基-4-庚酮的质量分数 w_1 和 4,6-二甲基-2-庚酮的质量分数 w_2 ，按公式 (1)~公式(3) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100\% - w_3) \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

$$w_2 = \frac{A_2}{\sum A_i} \times (100\% - w_3) \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

$$w = w_1 + w_2 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

w_1 —2,6-二甲基-4-庚酮的质量分数；

w_2 ——4,6-二甲基-2-庚酮的质量分数；

w_3 ——4.4 中测得的水的质量分数;

A_1 ——2,6-二甲基-4-庚酮的峰面积；

A_2 ——4,6-二甲基-2-庚酮的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

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 0.05%。

4.4 水分的测定

用注射器抽取1mL左右样品，称量，精确至0.0001g。采用醛酮试剂测定，测定按GB/T 6283的规定进行。

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 0.02%。

4.5 酸度的测定

4.5.1 方法提要

用无水乙醇为溶剂，以酚酞为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的量计算。

定溶液的体积计算出酸度。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

该溶液由 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液稀释制得。

4.5.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

4.5.2.3 无水乙醇。

4.5.3 仪器

微量滴定管: 10 mL, 分刻度为 0.05 mL。

4.5.4 分析步骤

用量筒取 50 mL 无水乙醇于 250 mL 锥形瓶中, 加入 2 滴~5 滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色(不计体积)。用移液管吸取 50 mL 试样, 加入上述锥形瓶中, 混匀, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至同样的微红色, 并保持 15 s 不褪色即为终点。记录滴定样品消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

4.5.5 结果计算

酸度(以乙酸计)的质量分数 w_4 , 按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V_1/1000)cM}{V\rho_t} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \quad (4)$$

式中:

V_1 ——样品消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——乙酸的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)($M=60.05$);

V ——试样的体积的数值, 单位为毫升(mL);

ρ_t ——试样的密度的数值(t 为测定时试样的温度。密度测定按 GB/T 2013 的规定进行), 单位为克每毫升(g/mL)。

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 0.005%。

4.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5 检验规则

5.1 本标准第 3 章所列的全部项目为出厂检验项目。

5.2 工业用二异丁基酮(DIBK)以同等质量的产品为一批。桶装产品以不大于 100 t 为一批, 或以一贮槽、一槽罐的产品量为一批。

5.3 按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定确定采样单元数和采样方法。采样总量应保证检验的要求。将所采实验室样品混匀, 分别装入两个洁净、干燥的带内塞试剂瓶中, 并粘贴标签, 注明产品名称、批号、采样时间、采样人姓名等。一瓶供检验用, 另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本标准的要求，罐装产品应重新加倍采样进行检验，桶装产品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标准的要求，则整批产品应做不合格处理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用二异丁基酮（DIBK）包装容器上应有清晰、明显、牢固的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号；
- f) 符合 GB 190 中规定的危险特性标志¹⁾。

6.1.2 每批出厂的工业用二异丁基酮（DIBK）应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用二异丁基酮（DIBK）采用闭口钢桶、槽罐车包装，或按供需双方协商并符合安全规定的包装。

6.3 运输

运输时应防止曝晒。在装卸、运输时应避免静电火花产生，搬运时不可与皮肤直接接触。运输装卸应按照危险货物运输规定进行，轻装、轻卸，防止容器受损。

6.4 贮存

工业用二异丁基酮（DIBK）应严格密封，存于干燥、通风、阴凉的场所，远离热源、火花、明火和热表面。应与氧化剂、还原剂、碱类分开存放，切忌混贮。

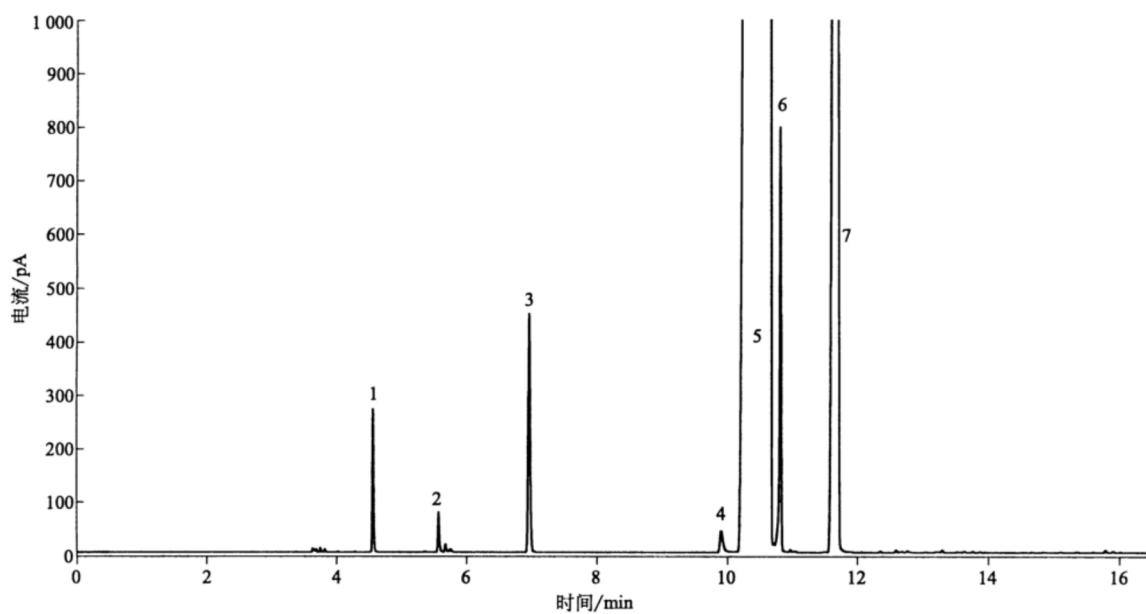
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附录 A
(规范性附录)

工业用二异丁基酮 (DIBK) 含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 工业用二异丁基酮 (DIBK) 含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——丙酮；
- 2——异丙醇；
- 3——甲基异丁基酮；
- 4——甲基异丁基醇；
- 5——2,6-二甲基-4-庚酮；
- 6——1,3,5-三甲苯；
- 7——4,6-二甲基-2-庚酮。

图 A.1 工业用二异丁基酮 (DIBK) 含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	丙酮	0.427
2	异丙醇	0.522
3	甲基异丁基酮	0.653
4	甲基异丁基醇	0.928
5	2,6-二甲基-4-庚酮	1.000
6	1,3,5-三甲苯	1.012
7	4,6-二甲基-2-庚酮	1.082

附录 B
(资料性附录)
安 全

B. 1 危险警告

工业用二异丁基酮 (DIBK) 的闪点为 49 °C，爆炸下限为 0.8% (体积分数)，属于易燃液体。接触本产品或其蒸气可能造成呼吸道刺激。

B. 2 安全措施

灭火方法和灭火剂：雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。
