

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5728—2020

甲基烯丙醇

Methallyl alcohol

2020-12-09 发布

2021-04-01 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（特种）界面活性剂分技术委员会（SAC/TC63/SC8）归口。

本标准起草单位：浙江绿科安化学有限公司、宁波检验检疫科学技术研究院、江苏德纳化学股份有限公司、浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人：唐福伟、谭曜、陈叶、王胜利、向珏贻、张学君、徐燕、陈铁钧。

甲基烯丙醇

1 范围

本标准规定了甲基烯丙醇的结构式和相对分子质量、技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

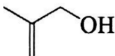
本标准适用于甲基烯丙醇产品。甲基烯丙醇是一种重要的有机中间体，用于合成香料、树脂等。

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 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
- GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定
- 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
- GB/T 9282.1 透明液体 以铂-钴等级评定颜色 第1部分：目视法
- GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定

3 结构式和相对分子质量

结构式：
相对分子质量：72.106 6（按 2018 年国际相对原子质量）

4 技术要求

甲基烯丙醇应符合表 1 的技术要求。

表 1 甲基烯丙醇的技术要求

项 目	指 标
外观（室温）	无色透明液体
甲基烯丙醇含量/% ≥	99.50
色泽（Hazen） ≤	20
水分/% ≤	0.05
折射率（n _D ^{20℃} ）	1.421 0~1.429 0
过氧化值/(mg/kg) ≤	20

5 试验方法

5.1 外观的测定

在自然光下目测。

5.2 甲基烯丙醇含量的测定

5.2.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱条件下直接进样，使样品汽化后经色谱柱分离，用火焰离子化检测器检测，以面积归一化法定量。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 氮气：体积分数大于 99.99%。

5.2.2.2 氢气：体积分数大于 99.99%。

5.2.2.3 氧气：体积分数大于 99.99%。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 气相色谱仪：配有火焰离子化检测器（FID），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。

5.2.3.2 微量注射器：规格为 1 μL。

5.2.3.3 色谱工作站。

5.2.4 色谱柱及典型色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 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以使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱管	石英玻璃，30 m×0.32 mm×0.25 μm
色谱柱固定相	5%二苯基-95%二甲基聚硅氧烷
柱箱温度	初始温度 40℃，以 15℃/min 的速率升温至 250℃，保持 10 min
汽化室温度	230℃
检测器温度	250℃
载气（N ₂ ）流量	30 mL/min
空气流量	300 mL/min
氢气流量	30 mL/min
进样量	0.2 μL
分流比	10：1

5.2.5 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，以面积归一化法定量。

5.2.6 结果计算

甲基烯丙醇及其他各组分的质量分数以 w_i 计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

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

式中：

A_i ——组分 i 色谱峰的面积；

w_r ——5.4 测定的试样中水分的质量分数，以 % 表示。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

5.3 色泽的测定

按 GB/T 9282.1 的规定进行。

5.4 水分的测定

按 GB/T 11275 中卡尔·费休法的规定进行。

5.5 折射率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行。

5.6 过氧化值的测定

按 GB 5009.227 的规定进行。

6 检验规则

6.1 采样

甲基烯丙醇以在一个生产周期内以同一原料、同一配方、同一工艺生产的为一批，从每批产品中采取 10 % 数量的包装物作为样品采样。小批量产品采样不得小于 3 桶。采样前清除桶周围的尘垢，防止杂质落入产品中。用采样管插向桶中采样，采样总量不少于 500 g。将所采的样品分装入两个清洁、干燥的玻璃瓶中，用盖密封，瓶签上应注明生产厂、产品名称、批号和采样日期。一瓶供检验用，另一瓶保存。

6.2 组批

检验以批为单位，在一个生产周期内以同一原料、同一配方、同一工艺生产的甲基烯丙醇为一批。

6.3 出厂检验

甲基烯丙醇应由企业的质量检验部门进行检验，企业应保证每批出厂的甲基烯丙醇产品均符合本标准的规定，并附有一定格式的质量证明书。

6.4 判定规则

理化指标检验结果按 GB/T 8170 进行修约。如有任何一项指标不符合本标准要求，应重新加倍采样，对不合格项进行复检。复检结果如符合本标准规定则判该批产品合格，如仍不合格则判该批产品不合格。

6.5 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协议解决，或请法定检验部门按本标准进行仲裁检验，仲裁机构可由双方协商选定，仲裁时应按本标准规定的检验方法进行。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品包装容器上应涂刷牢固的标志，标明生产厂名称、产品名称、商标、产品标准编号、净含量、生产日期和批号、保质期。每批包装好的产品应附有质量合格证，合格证上应标明生产厂名称、产品名称、产品标准编号、生产日期和批号。

7.2 包装

产品采用塑料桶或铁桶包装，每桶净含量由双方协商确定。

7.3 运输

产品在运输时应轻装、轻卸，防雨、防潮。

7.4 贮存

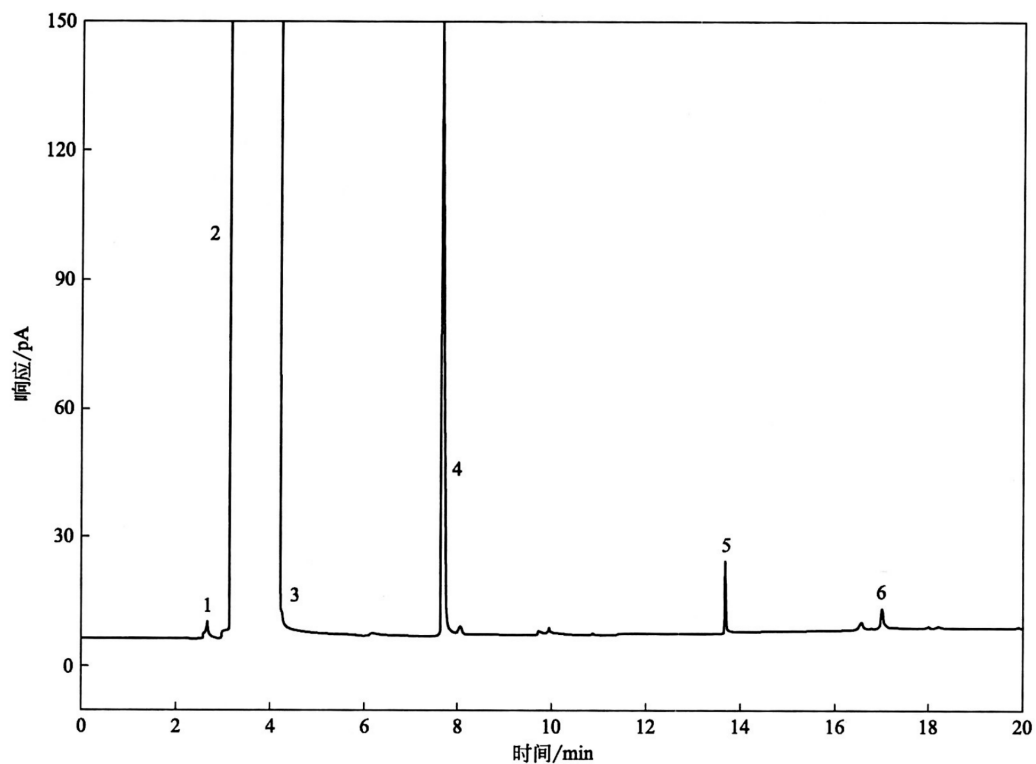
产品应密封贮存于阴凉、干燥的通风处。

附 录 A
(规范性附录)

甲基烯丙醇含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 甲基烯丙醇含量测定的典型色谱图

图 A.1 给出了甲基烯丙醇含量测定的典型色谱图。



说明:

- 1——甲基烯丙醛;
- 2——甲基烯丙醇;
- 3——同分异构体;
- 4——二甲基烯丙醇醚;
- 5——未知物;
- 6——未知物。

图 A.1 甲基烯丙醇含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

表 A.1 给出了各组分的相对保留值。

表 A.1 各组分相对保留值

峰号	峰 名	相对保留值
1	甲基烯丙醛	2.633
2	甲基烯丙醇	4.180
3	同分异构体	4.239
4	二甲基烯丙醇醚	7.647
5	未知物	13.668
6	未知物	16.996