

ICS 71.080.60

G 17

备案号:38714—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4475—2012

工业用乙二醇正丁醚

Ethylene glycol monobutyl ether for industrial use

2012-12-28 发布

2013-06-01 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。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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:江苏怡达化工有限公司、常州大学、德纳(南京)化工有限公司。

本标准参加起草单位:江苏瑞佳化学有限公司、江苏华伦化工有限公司、江苏天音化工有限公司。

本标准主要起草人:刘准、郭登峰、张学君、赵重光、王长青、罗拥军、蔡向阳、何长碧、王建芝。

工业用乙二醇正丁醚

1 范围

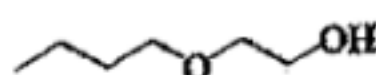
本标准规定了工业用乙二醇正丁醚的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以正丁醇、环氧乙烷为原料经催化反应制得的工业用乙二醇正丁醚。

本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

分子式: $C_6H_{14}O_2$

结构式:



相对分子质量: 118.17 (按 2007 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,仅所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 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

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 7534 工业用挥发性有机液体 沸程的测定

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

3 要求

3.1 外观: 无色透明液体。

3.2 工业用乙二醇正丁醚指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10
乙二醇正丁醚, w/%	≥ 99.0
水, w/%	≤ 0.10
酸度(以乙酸计), w/%	≤ 0.01
密度(20℃)/(g/cm ³)	0.898~0.905
沸程(0℃, 101.3 kPa)/℃	167~173

4 试验方法

4.1 警告

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。

4.2 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。分析中所用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601 和 GB/T 603 之规定制备。

4.3 外观的测定

于 50 mL 具塞比色管中, 加入实验室样品, 在日光或日光灯照射下, 正对白色背景, 轴向目测。

4.4 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.5 乙二醇正丁醚含量的测定

4.5.1 方法提要

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

4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢气: 体积分数不低于 99.9%, 经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.5.2.2 氮气: 体积分数不低于 99.9%, 经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.5.2.3 空气: 经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 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。

4.5.3.2 色谱工作站。

4.5.3.3 微量注射器: 1 μ L。

4.5.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 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使用。

表2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)交联毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.4 μm
柱温度/℃	初始温度 100℃, 升温速率 10℃/min, 终温 200℃, 保持 5 min
汽化室温度/℃	270
检测器温度/℃	240
载气流量/(mL/min)	2.4
分流比	40 : 1
进样量/μL	0.4

4.5.5 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。

4.5.6 定量分析

面积归一化法。

4.5.7 结果计算

乙二醇正丁醚的质量分数 w_1 , 数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times (100 - w_2) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_2 ——4.6中测得的水分的含量,以%表示;

A ——乙二醇正丁醚的峰面积;

$\sum A_i$ ——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0.10%。

4.6 水分的测定

按GB/T 6283的规定进行。能达到同样测试精度的其他方法也可采用。

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这两个测定值的算术平均值的10%。

4.7 酸度的测定

4.7.1 方法提要

以酚酞为指示剂,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体积计算出酸度。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.2 酚酞指示剂:10 g/L。

4.7.3 仪器

微量滴定管:10 mL,分刻度为0.05 mL。

4.7.4 试验步骤

量取50 mL无二氧化碳的蒸馏水于250 mL锥形瓶中,加2~5滴酚酞指示剂摇匀,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。再用移液管移取50.00 mL乙二醇正丁醚样品,摇匀,再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并保持15s不褪色即为终点。

4.7.5 结果计算

酸度的质量分数 w_3 , 以乙酸计, 数值以 % 表示, 按公式(2)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1/1\,000)cM}{V\rho} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液(4.7.2.1)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 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) ($M=60.1$);

V ——试料体积的数值, 单位为毫升(mL);

ρ ——试料的密度的数值, 单位为克每立方厘米(g/cm³)。

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 0.003 %。

4.8 密度的测定

按 GB/T 4472 中密度计法的规定进行。

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 0.000 5 g/cm³。

4.9 沸程的测定

按 GB/T 7534 的规定进行。

5 检验规则

5.1 本标准第3章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 以同等质量的产品为一批, 可按产品贮罐组批, 或按生产周期进行组批。

5.3 按 GB/T 3723、GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定进行采样。采样总体积不少于 1 000 mL。将样品平均分为两份, 放入清洁干燥的玻璃瓶中, 盖紧密封, 贴上标签。标签上应注明产品名称、生产批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用, 另一瓶保存备查。

5.4 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明, 内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号和生产日期;
- d) 净含量;
- e) 产品检验结果或检验结论;
- f) 执行标准编号等。

5.5 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时, 则应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 则整批产品应作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用乙二醇正丁醚包装容器上应有牢固的标志, 其内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称;
- c) 厂址;
- d) 商标;
- e) 批号和生产日期;

- f) 净含量;
- g) 本标准编号;
- h) GB 190 中规定的“有毒品”等标志。

6.2 工业用乙二醇正丁醚应用清洁干燥的铁桶、防静电的塑料桶或槽罐包装。包装要求密封,不可与空气接触。

6.3 工业用乙二醇正丁醚运输时应有遮盖物,防止曝晒。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 工业用乙二醇正丁醚应贮存于阴凉、干燥、通风处,远离火源、热源,避免曝晒、雨淋。应与氧化剂、酸类等分开存放,切忌混贮。

6.5 在符合本标准包装、运输和贮存条件下,工业用乙二醇正丁醚自生产之日起,保质期为6个月。逾期检验合格仍可使用。

7 安全

7.1 安全警告

7.1.1 乙二醇正丁醚,沸点 170.2 °C,闪点 61 °C(闭口),燃点 244 °C,其蒸气能与空气形成爆炸性混合物,爆炸极限为 1.1 %~10.6 %。遇高热、明火或与氧化剂接触有引起燃烧的危险。接触空气或在光照条件下可生成具有潜在爆炸危险性的过氧化物。若遇高热,容器内压增大,有开裂和爆炸的危险。

7.1.2 乙二醇正丁醚有毒,具有刺激性,其蒸气对眼有刺激性。皮肤接触可致皮炎。吸入本品蒸气后,可导致呼吸道刺激及肝肾损害。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

- a) 应避免乙二醇正丁醚与眼睛、皮肤接触。眼睛接触:立即提起眼睑,用流动清水冲洗。
- b) 皮肤接触:脱去污染的衣服,用大量流动清水冲洗。
- c) 吸入:脱离现场至空气新鲜处。如呼吸困难,给输氧,就医。
- d) 食入:饮足量温水,催吐,就医。

7.2.2 消防措施

可用雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

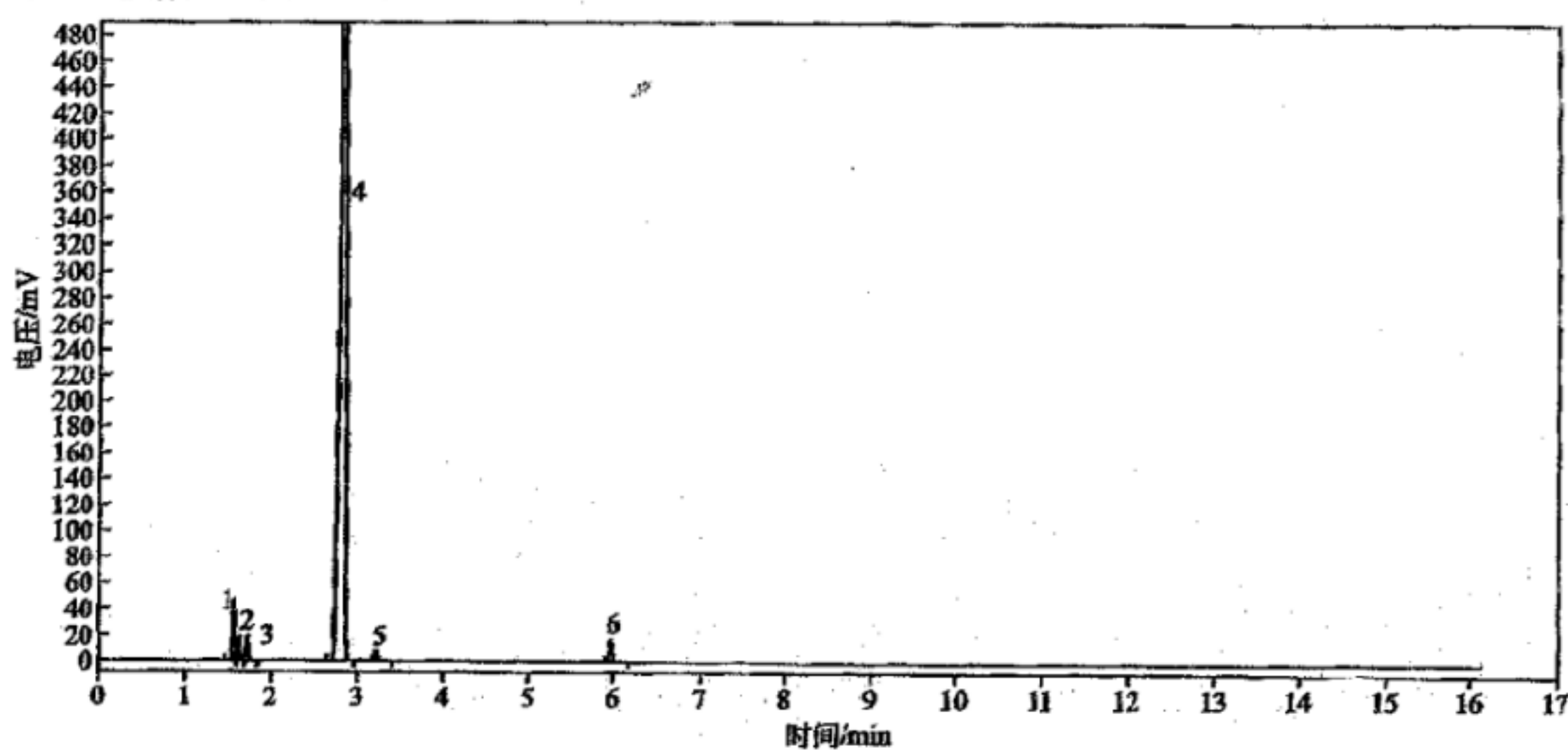
附录 A

(规范性附录)

乙二醇正丁醚测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 乙二醇正丁醚测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——丁醇;
 2——乙二醇;
 3——二氧六环;
 4——乙二醇正丁醚;
 5——二乙二醇;
 6——二乙二醇丁醚。

图 A.1 乙二醇正丁醚的典型色谱图

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

序号	组分名称	相对保留值
1	丁醇	0.629
2	乙二醇	0.650
3	二氧六环	0.676
4	乙二醇正丁醚	1.000
5	二乙二醇	1.113
6	二乙二醇丁醚	1.931