

ICS 71.080.80  
G 17  
备案号：59425—2017

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5148—2017

## 异佛尔酮

Isophorone

2017-07-07 发布

2018-01-01 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。

本标准负责起草单位：铜陵市恒兴化工有限责任公司。

本标准参加起草单位：江苏焕鑫新材料股份有限公司、万华化学集团股份有限公司。

本标准主要起草人：赵坚强、何耀伟、章蕾蕾、罗丹、牧巧云、李红雷。



# 异佛尔酮

## 1 范围

本标准规定了异佛尔酮的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存以及安全。

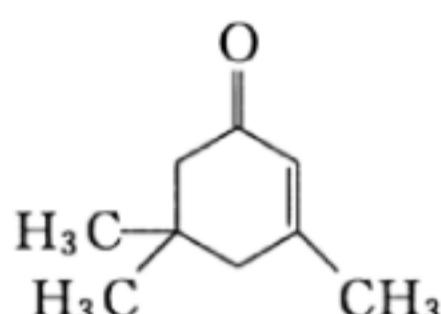
本标准适用于由丙酮经缩合、精馏工艺生产的异佛尔酮（混合异构体）。

化学名称：3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮（ $\alpha$ -异佛尔酮）；

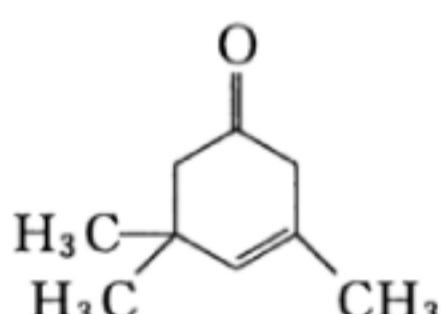
3,5,5-三甲基-3-环己烯-1-酮（ $\beta$ -异佛尔酮）。

分子式： $C_9H_{14}O$

$\alpha$ -异佛尔酮结构式：



$\beta$ -异佛尔酮结构式：



相对分子质量：138.23（按2011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/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方法

GB/T 6283—2008 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：无色或微黄色透明液体。

3.2 异佛尔酮的技术指标应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
异佛尔酮(混合异构体), w/%	≥99.5	≥99.0
色度(铂-钴)/Hazen 单位	≤20	≤50
水分, w/%		≤0.1
酸度(以 CH <sub>3</sub> COOH 计), w/%		≤0.01

## 4 试验方法

### 4.1 警告

试验方法规定的一些过程可能导致危险，操作者应采取适当的安全和防护措施。

### 4.2 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 和 GB/T 603 的规定制备。

### 4.3 外观

取适量实验室样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

### 4.4 异佛尔酮(混合异构体)含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下样品经汽化通过毛细管柱，使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

#### 4.4.2 试剂

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

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

4.4.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

#### 4.4.3 仪器

4.4.3.1 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。

4.4.3.2 微量注射器：10 μL。

4.4.3.3 色谱数据处理工作站。

#### 4.4.4 色谱柱及操作条件

推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值分别见附录 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	聚乙二醇 (PEG) -20M 毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱箱温度	程序升温：初始温度 60 ℃，保持时间 2 min；以 15 ℃/min 的速率 升温至 220 ℃；在 220 ℃时保持 15 min
汽化室温度/℃	260
检测室温度/℃	260
柱流量（氮气）/（mL/min）	1
燃烧气（氢气）流量/（mL/min）	40
助燃气（空气）流量/（mL/min）	400
分流比	50 : 1
进样量/μL	0.2

#### 4.4.5 分析步骤

启动气相色谱仪，参照表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后准备进样分析。

用进样器直接进样，用色谱数据处理工作站计算结果。

#### 4.4.6 分析结果的表述

异佛尔酮（混合异构体）含量的质量分数  $w$ ，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A_1 + A_2}{\sum A_i} \times (100 \% - w_1) \quad \dots\dots\dots \quad (1)$$

式中：

$A_1$ —— $\alpha$ -异佛尔酮的峰面积；

$A_2$ —— $\beta$ -异佛尔酮的峰面积；

$\sum A_i$ ——所有组分的峰面积之和；

$w_1$ ——4.6 中测定的水分。

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 %。

#### 4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定执行。

#### 4.6 水分的质量分数的测定

按 GB/T 6283—2008 第 7 章的规定执行。

#### 4.7 酸度的测定

#### 4.7.1 试剂和材料

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

4.7.1.2 酚酞指示液：10 g/L。

#### 4.7.1.3 无水乙醇。

#### 4.7.2 仪器和设备

#### 4.7.2.1 锥形瓶：250 mL。

#### 4.7.2.2 移液管: 50 mL

#### 4.7.3 分析步骤

在电子天平上准确称取 50 g 试样，精确至 0.000 2 g。放入锥形瓶中，再用移液管准确吸取 50 mL 无水乙醇于锥形瓶中，加入 3 滴～5 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色为终点。记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积  $V$ 。

以同样的方法测定 50mL 无水乙醇消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积  $V_0$ 。

#### 4.7.4 结果计算

酸度的质量分数(以  $\text{CH}_3\text{COOH}$  计)  $X_1$ , 按公式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0)M}{1000m} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

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

*m*——称取样品的质量的数值，单位为克(g)；

1 000——体积换算系数。

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 %。

## 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 以同等质量的均匀产品为一批，可按产品储罐组批，或按生产周期进行组批。批量不超过1 000 t。

5.3 按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定采样，所采样品总量不得少于 250 g。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的玻璃瓶中，贴上标签，注明样品名称、批号、采样日期和采样者姓名。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 规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

## 6 标识、包装、运输和贮存

### 6.1 标识

6.1.1 工业用异佛尔酮包装容器上应有牢固、清晰的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 质量等级；
- g) 本标准编号。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容至少包括：

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

### 6.2 包装

产品采用洁净、干燥、牢固的磷化铁桶或储罐装，也可按需方要求的形式包装。包装方式应安全、可靠。

### 6.3 运输

搬运时人员应穿戴相应的劳保防护用品，避免与皮肤接触和吸入。应远离火源，防雨、防晒，轻装、轻卸。运输工具应有防淋、防晒、防静电设施。

### 6.4 贮存

贮存于阴凉、通风的库房。远离火种、热源。防止阳光直射。保持容器密封。应与氧化剂、酸类、碱类分开存放，切忌混储。配备相应品种和数量的消防器材。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

## 7 安全

### 7.1 危险警示

吸入、食入或经皮肤吸收，对黏膜、皮肤有较强刺激性，产生烦躁感。

### 7.2 安全措施

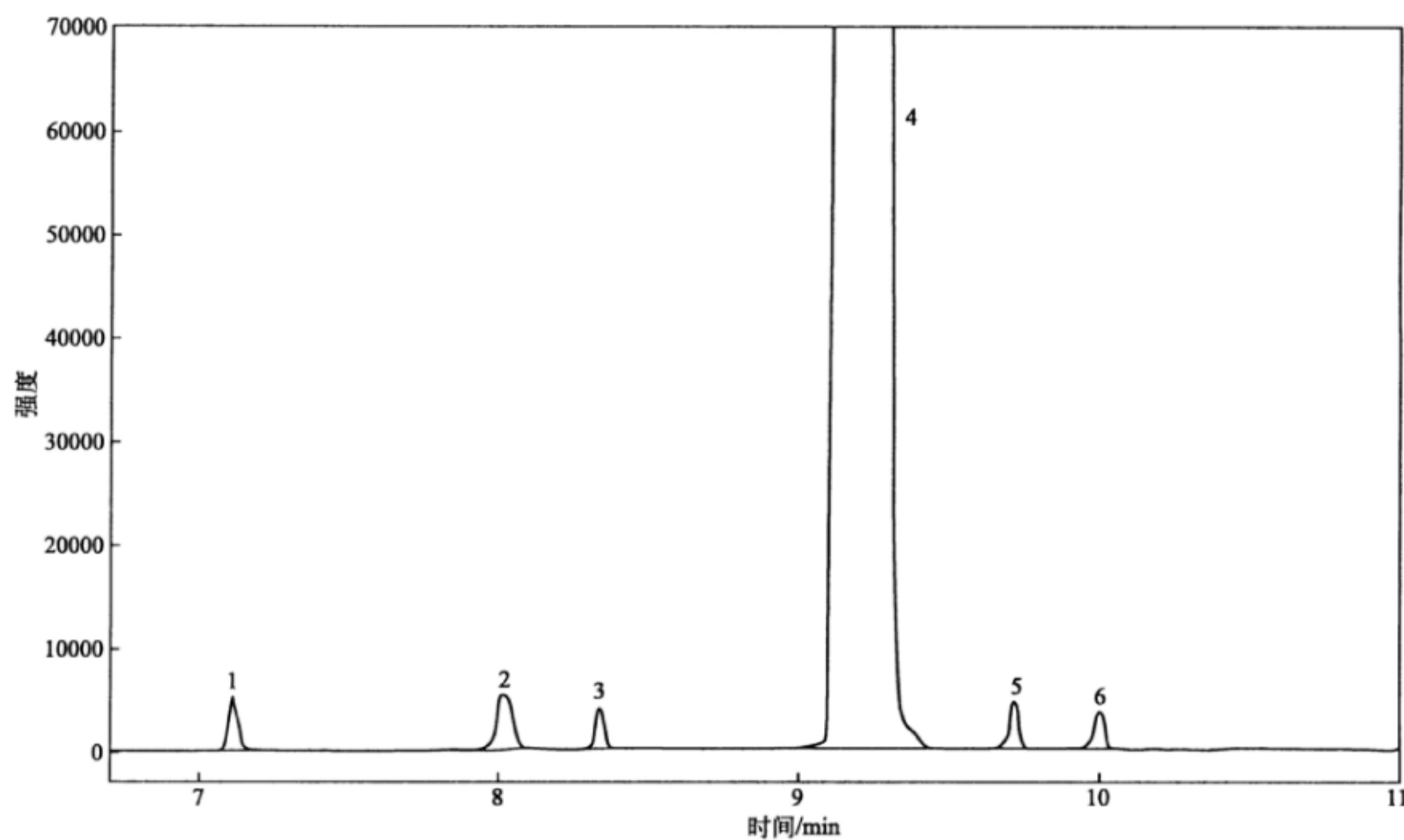
异佛尔酮泄漏时，应撤离危险区域，用水冲洗泄漏液，经稀释的洗水放入废水系统。也可以用砂土、干燥石灰或苏打灰混合，收集于一个密闭的容器中，运至废物处理场所。如大量泄漏，利用围堤收容，然后收集、转移、回收或无害处理后废弃。着火时，用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、石英砂灭火。如吸入，应迅速脱离现场至空气新鲜处，呼吸困难时给予输氧，呼吸停止时立即进行人工呼吸，就医。溅到皮肤上，用肥皂水及清水彻底冲洗，就医。发生误服后，饮适量温水，催吐，就医。

附录 A  
(规范性附录)

异佛尔酮(混合异构体)含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 异佛尔酮(混合异构体)含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图A.1。



说明：

1—— $\beta$ -异佛尔酮；

2——异木酮；

3——未知物1；

4—— $\alpha$ -异佛尔酮；

5——未知物2；

6——未知物3。

图A.1 异佛尔酮(混合异构体)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	$\beta$ -异佛尔酮	0.779
2	异木酮	0.871
3	未知物 1	0.894
4	$\alpha$ -异佛尔酮	1.000
5	未知物 2	1.055
6	未知物 3	1.086