

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

ICS 71.080.60

备案号:10966—2002

HG/T 3270—2002

前 言

本标准是等效采用美国材料与试验协会标准 ASTM D 1719—1995 《规格标准 异丁醇》对推荐性化工行业标准 HG/T 3270—1990 《工业异丁醇》修订而成。

本标准与 ASTM D 1719—1995 的主要技术差异:

——增加了异丁醇含量的测定项目及试验方法。

——未设馏程项目。

——本标准设立了两个等级,其中优等品水分、蒸发残渣指标略严于 ASTM D 1719—1995。

本标准与 HG/T 3270—1990 的主要差异是:

——增加了异丁醇含量和试验方法,取消了馏程和羰基化合物项目。

——水分优等品、一等品指标分别由小于等于 0.20%、小于等于 0.40% 修改为小于等于 0.15%、小于等于 0.30%。

——增加色度合格品指标。

——蒸发残渣合格品指标由小于等于 0.010% 修改为小于等于 0.008%。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3270—1990。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位:北京化工四厂。

本标准参加起草单位:齐鲁石油化工公司第二化肥厂、大庆石化分公司化工二厂。

本标准主要起草人:王淑敏、陈毅芳。

本标准于 1990 年 3 月首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

1 范围

本标准规定了工业用异丁醇的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全等。

本标准适用于羰基合成法生产的工业用异丁醇。该产品是有机合成原料,主要用于制造石油添加剂、抗氧化剂、增塑剂、乙酸酯等。

分子式: $C_4H_{10}O$

相对分子质量: 74.12(按 1999 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 4472—1984 化工产品 密度、相对密度测定通则

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760 : 1978)

GB/T 6324.2—1986 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法(eqv ISO 759 : 1981)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观:透明液体,无可见杂质。

3.2 工业用异丁醇应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		优等品	合格品
色度, Hazen 单位(铂-钴号)	≤	10	20
密度 ρ_{20} , g/cm ³		0.801~0.803	
异丁醇含量 ¹⁾ , %	≥	99.3	99.0
酸度(以乙酸计), %	≤	0.003	0.005
蒸发残渣, %	≤	0.004	0.008
水分, %	≤	0.15	0.30

4 试验方法

本标准中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准中所用标准溶液,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。

4.1 色度的测定

按 GB/T 3143 规定的方法进行。采用比色管容量为 100 mL。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 2 号。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 的规定进行。其中:在 15~35℃ 范围内异丁醇密度的温度校正系数为 0.000 763 g/(cm³·℃)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.000 5 g/cm³。

4.3 异丁醇含量的测定

4.3.1 方法提要

用毛细管柱或填充柱气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样中各组分得到分离,用火焰离子化检测器检测,用校正面积归一化法计算异丁醇的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 丙酮。

4.3.2.2 聚乙二醇 20 M。

4.3.2.3 101 白色担体;粒径 0.18~0.25 mm。

4.3.2.4 载气:氮气,纯度不低于 99.9%。

4.3.2.5 燃气:氢气,纯度不低于 99.9%。

4.3.2.6 辅助气:氮气,纯度不低于 99.9%。

4.3.2.7 助燃气:空气,经净化处理。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 气相色谱仪:能满足表 A1 所列毛细管柱或填充柱操作条件的气相色谱仪均可使用。

4.3.3.2 检测器:火焰离子化检测器。

4.3.3.3 色谱柱:

采用说明:

1) ASTM D 1719—1995 未设此项。

a) 本标准推荐的色谱柱、色谱操作条件、相对保留时间、相对校正因子及典型色谱图见附录 A(标准的附录)。其中,毛细管柱气相色谱法为仲裁法。能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

b) 填充柱的老化是将填充好的色谱柱装入色谱仪柱箱中,检查气密性后,自柱温 60℃ 开始,以 3℃/min 的速度升温,最终温度至 150℃,通氮气分段老化,在 150℃ 下老化 10 h 以上,直到基线稳定。

4.3.3.4 记录仪、积分仪或色谱数据处理机。

4.3.3.5 微量进样器:10 μL。

4.3.4 分析步骤

按照色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量进样器进样,量取各组分峰面积,用校正面积归一化法计算。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的异丁醇含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A f}{\sum(A_i f_i)} \times (100 - X_3) \dots \dots \dots (1)$$

式中: A——异丁醇的峰面积;

f——异丁醇的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

$\sum(A_i f_i)$ ——所有组分校正峰面积的总和;

X_3 ——由 4.6 测得的水分。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.1%。

4.4 酸度的测定

4.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液测定试样的酸度。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 乙醇:95%。

4.4.2.2 酚酞指示剂:10 g/L。

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

4.4.3 仪器、设备

微量滴定管:10 mL,分度值为 0.05 mL。

4.4.4 分析步骤

取 25 mL 乙醇于 250 mL 锥形瓶中,加入 8~10 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微粉红色。移取 50.0 mL 试样于上述锥形瓶中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微粉红色,保持 30 s 不褪色为终点。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸度(以乙酸计) X_2 按(2)式计算:

$$X_2 = \frac{V_1 c \times 0.06005}{V_2 \rho_1} \times 100 = \frac{V_1 c \times 6.005}{V_2 \rho_1} \dots \dots \dots (2)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——试样的体积, mL;

ρ_1 ——试样的密度, g/cm³;

0.06005——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的乙酸的

质量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.000 5%。

4.5 蒸发残渣的测定

试样置于沸水浴上蒸发至干,其余按 GB/T 6324.2 的规定进行。

4.6 水分的测定

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。两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

5 检验规则

5.1 本标准所列项目均为型式检验项目,其中色度、密度、异丁醇含量、酸度和水分项目为出厂检验项目。在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。

5.2 工业用异丁醇应由生产厂的质量监督部门进行检验。生产厂应保证所有出厂产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括产品名称、生产厂名称、厂址、批号、等级、生产日期、净质量及本标准号等。

5.3 桶装产品以同一次灌装的产品为一批。槽车装产品以每槽车装产品为一批。

5.4 使用单位应按本标准的规定对所收到的工业用异丁醇进行验收,检验其是否符合本标准的规定。

5.5 采样按 GB/T 6678—1986 中 6.6.1 和 GB/T 6680 的规定执行。总采样量不得少于 2 L,分装于两个干燥清洁的带磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签,注明产品名称、生产厂名称、取样日期和取样者名称。一瓶做检验用,另一瓶密封保存一个月,以备查验。

5.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准的要求时,桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样复验,槽车包装产品应重新多点采样进行复验。重新检验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。

5.7 当供需双方对产品质量有异议时,由双方协商解决。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装容器应有牢固标志,其内容包括产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号、净含量、生产日期、本标准号及符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志和 GB 191 规定的“怕晒”标志。

6.2 工业异丁醇应用于干燥清洁的钢桶或槽车包装。桶装产品每桶净含量 150 kg。

6.3 工业异丁醇在装卸及运输过程中,应轻搬、轻放,避免碰撞,应防止高温曝晒。

6.4 工业异丁醇应贮存于干燥、通风、温度不超过 35℃ 的仓库内,附近不得有明火。

7 安全

工业异丁醇易燃,避免高温曝晒和与明火接触。

附录 A

(标准的附录)

异丁醇含量测定的色谱参数及典型色谱图

A1 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱和色谱操作条件见表 A1。

表 A1 色谱柱和色谱操作条件

色 谱 柱	毛细管柱	填充柱
柱材质	弹性石英毛细管	不锈钢管或玻璃管
柱长,m	50	2~3
柱内径,mm	0.32	3
液膜厚度, μm	0.50	
固定液	聚乙二醇 20M	聚乙二醇 20M
载体		101 白色担体,0.18~0.25 mm
液担比		聚乙二醇 20M : 101 白色担体 = 1 : 10
检测器	火焰离子化检测器	火焰离子化检测器
柱温, $^{\circ}\text{C}$		110
初始温度, $^{\circ}\text{C}$	50	
一阶速率, $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	3	
中间温度, $^{\circ}\text{C}$	140	
二阶速率, $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	10	
终止温度, $^{\circ}\text{C}$	220	
终温保持时间,min	4	
汽化室温度, $^{\circ}\text{C}$	230	180
检测室温度, $^{\circ}\text{C}$	230	180
氮气	压力:60 kPa	流量:40 mL/min
氢气	压力:60 kPa	流量:40 mL/min
空气	压力:80 kPa	流量:400 mL/min
辅助气	压力:40 kPa	
分流比	1 : 30	
进样量, μL	0.2	1

A2 相对保留时间

相对保留时间见表 A2。

表 A2 相对保留时间

组分名称	相对保留时间	
	毛细管柱	填充柱
异丁醛	5.56	4.12
二异丁醛	5.68	—
正丁醛	6.22	4.92
异丁醇	11.20	7.39
正丁醇	12.70	9.50

A3 相对校正因子

各组分的相对校正因子见表 A3。

表 A3 各组分的相对校正因子

组分名称	相对校正因子, f_i
异丁醛	1.11
二异丁醛	0.98
正丁醛	1.11
异丁醇	1.00
正丁醇	1.03

A4 典型气相色谱图

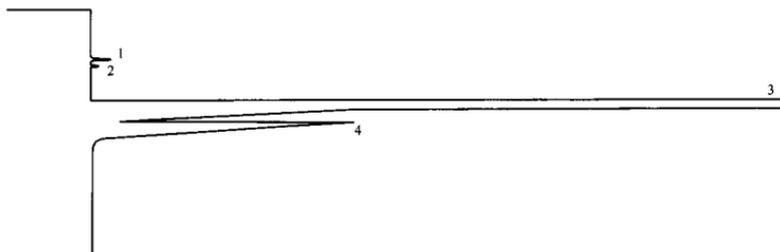
A4.1 毛细管柱气相色谱法典型色谱图见图 A1。



1—异丁醛；2—二异丁醛；3—正丁醛；4—异丁醇；5—正丁醇

图 A1 毛细管柱的典型色谱图

A4.2 填充柱气相色谱法典型色谱图见图 A2。



1—异丁醛；2—正丁醛；3—异丁醇；4—正丁醇

图 A2 填充柱典型色谱图