

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 71.080.70

备案号:10962—2002

HG/T 3273—2002

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3273—1990 《工业丙二酸二甲酯》修订而成。

本标准与 HG/T 3273—1990 的主要技术差异如下:

——项目设置进行了调整:取消了密度,增设了水分。

——技术指标做了修改:酯含量(以 $C_3H_4O_4$ 计)指标分别由一等品、合格品的大于等于 98.0%、大于等于 96.0%修改为大于等于 99.0%、大于等于 98.5%;酸含量(以 $C_3H_4O_4$ 计)指标分别由一等品、合格品的小于等于 0.30%、小于等于 0.50%修改为小于等于 0.10%、小于等于 0.30%。

——增设的水分一等品指标定为小于等于 0.10%、合格品不控制。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3273—1990。

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: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:胡延风。

本标准于 1990 年 3 月首次发布。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业用丙二酸二甲酯

Dimethyl malonate for industrial use

HG/T 3273—2002

代替 HG/T 3273—1990

1 范围

本标准规定了工业用丙二酸二甲酯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以氰乙酸法制得的丙二酸二甲酯。该产品主要用作医药中间体和香料。

分子式： $C_5H_8O_4$

相对分子质量：132.116(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构成为本标准的条文。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 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 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 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)

3 要求

3.1 外观:透明液体,无可见杂质。

3.2 工业用丙二酸二甲酯应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		一等品	合格品
色度, Hazen 单位(铂-钴色号)	≤	20	40
酯含量(以 $C_5H_8O_4$ 计), %	≥	99.0	98.5
酸含量(以 $C_5H_8O_4$ 计), %	≤	0.10	0.30
水分, %	≤	0.10	—

中华人民共和国国家经济贸易委员会 2002-09-28 批准

2003-06-01 实施

4 试验方法

试验方法中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法中所用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 色度的测定

按 GB/T 3143 规定进行。

4.2 酯含量的测定

4.2.1 方法提要

试样中的酯用过量的碱标准溶液皂化完全后,用盐酸标准滴定溶液滴定剩余的碱,计算酯的含量。试样中所含少量的游离酸同时消耗碱标准溶液,其含量在测定酸含量时测出,在计算酯含量中将酸含量折算后扣除。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 乙醇:95%。

4.2.2.2 无二氧化碳的水。

4.2.2.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.4 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 冷凝管:内管直径 12 mm,冷却水管直径 40 mm,冷却水管部分长 400 mm。

4.2.3.2 回流瓶:具标准磨口,250 mL。

4.2.4 分析步骤

用滴瓶称取试样约 1 g(精确至 0.000 2 g),置于盛有 50 mL 氢氧化钠标准溶液和 10 mL 乙醇的回流瓶中,装上冷凝管,在电炉上加热回流 0.5 h,用无二氧化碳水清洗冷凝管壁,冷却后加 2 滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至终点。

同时做空白试验。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的酯(以 $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_4$ 计)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1)c_1 \times 0.066\ 02 \times 100}{m_1} - 1.27 X_2 = \frac{(V_0 - V_1)c_1 \times 6.602}{m_1} - 1.27 X_2 \quad \dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——空白试验所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试样所消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m_1 ——试样的质量, g;

X_2 ——4.3 测得的酸含量, %;

1.27——将丙二酸折算为丙二酸二甲酯的系数;

0.066 02——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的丙二酸二甲酯的质量。

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不得大于 0.3%。

4.3 酸含量的测定

4.3.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的游离酸含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 中性乙醇:在无水乙醇中,加酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和至微红色。

4.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.3 酚酞指示液: 10 g/L 。

4.3.3 分析步骤

称取试样约 5 g (精确至 0.001 g),置于 100 mL 碘量瓶中,加入中性乙醇 20 mL ,酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液迅速滴定至微红色为终点。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸(以 $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_4$ 计)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_{c_2} \times 0.05203 \times 100}{m_2} = \frac{V_{c_2} \times 5.203}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL ;

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L ;

m_2 ——试样的质量, g ;

0.05203 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的丙二酸的质量。

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不得大于 0.01% 。

4.4 水分的测定

称取试样约 2 g (精确至 0.01 g),按 GB/T 6283—1986 中第 7 章“直接电量滴定法”进行测定。

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 0.01% 。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 工业用丙二酸二甲酯应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有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证明书,其内容包括产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.3 工业用丙二酸二甲酯以一个生产单元的一次罐装量为一批。

5.4 采样单元数按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定。采样技术应符合 GB/T 6680 的规定。采样时采样玻璃管插入深度不浅于桶的 $3/4$,保证所取的试样具有上、中、下三层的代表性。采样总体积不少于 0.5 L ,混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的 250 mL 带磨口的细口玻璃瓶中。贴上标签并注明产品名称、产品等级、批号、采样日期及采样人姓名。一瓶供检验用,另一瓶密封,保留两个月备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业用丙二酸二甲酯包装容器上应有牢固清晰的标志,其内容包括产品名称、商标、生产厂名、厂址、净含量、批号、本标准编号和 GB 191 中规定的“向上”标志。

6.2 工业用丙二酸二甲酯应装入清洁、干燥的有内盖的塑料桶或衬塑桶内。每桶净含量 200 kg 。或按供需双方合同要求包装。

6.3 工业用丙二酸二甲酯运输时应小心轻放,不得敲击,不得倒置。

6.4 工业用丙二酸二甲酯应贮存在阴凉、干燥、通风和防火的库房内。