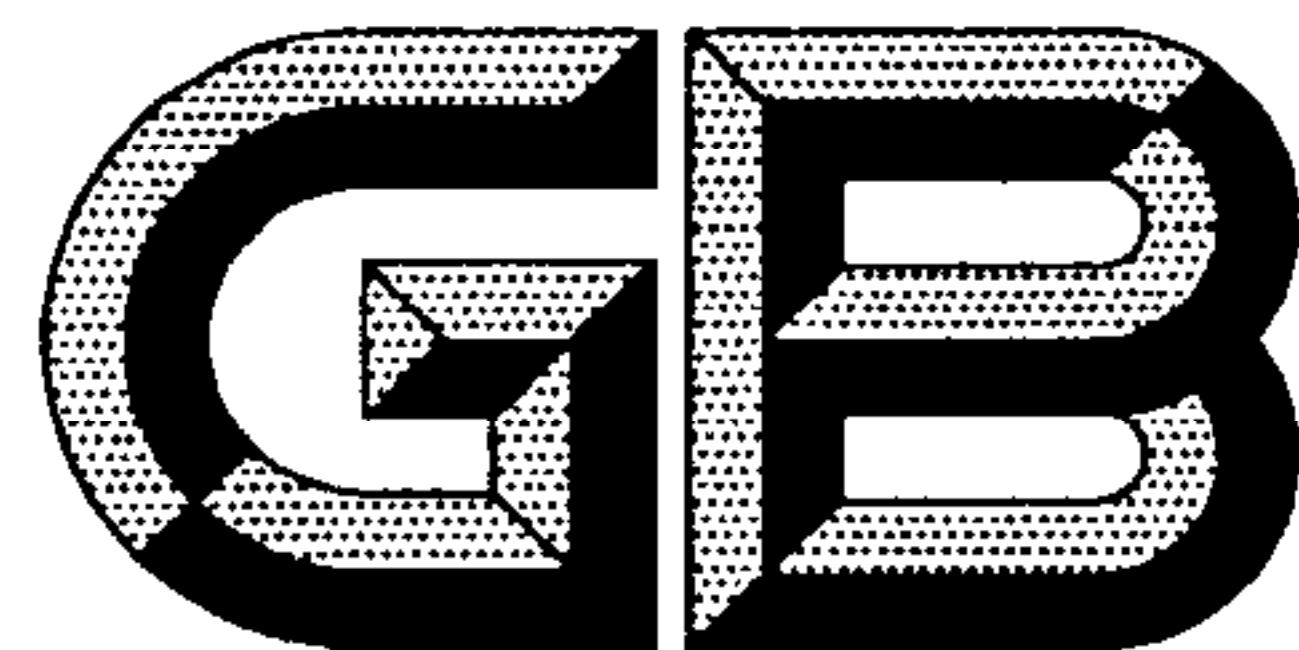




中华人民共和国国家标准

GB/T 7814—2008
代替 GB/T 7814—1987

工业用异丙醇

Isopropyl alcohol for industrial use

2008-06-04 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 770—2005《标准规格 异丙醇》(英文版)。

本标准根据美国试验与材料协会标准 ASTM D 770—2005《标准规格 异丙醇》重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ASTM D 770—2005 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ASTM D 770—2005 标准时,本标准做了一些修改。本标准与 ASTM D 770—2005 标准的主要差异如下:

- 增加了异丙醇含量、羰基含量、硫化物含量项目和试验方法,未设置沸程、气味项目(本标准的 3.2、4.4、4.11、4.12),这是为了符合我国国情;
- 指标与 ASTM D 770—2005 比较,比重指标 d_{20}^{20} 0.785~0.787 修改为密度指标 ρ_{20} 0.784~0.786(g/cm³),蒸发残渣指标由 ≤ 5 mg/100 mL 修改为 $\leq 0.002\%$ (本标准的 3.2);
- 密度试验方法增加密度计法,数字密度计法(U 型振动管法)为仲裁法(本标准的 4.6);
- 水分试验方法增加卡尔·费休法—库仑电量法,卡尔·费休法—容量法为仲裁法(本标准的 4.8)。

本标准代替 GB/T 7814—1987《异丙醇》。

本标准与 GB/T 7814—1987 相比主要变化如下:

- 技术要求中取消产品等级划分,只设一个等级(1987 年版的第 1 章,本版的 3.2);
- 取消了沸程项目(1987 年版的第 1 章,本版的 3.2);
- 指标与 GB/T 7814—1987 优级品比较,色度(铂-钴色号)由 ≤ 5 修改为 ≤ 10 ;水分由 $\leq 0.15\%$ 修改为 $\leq 0.20\%$;硫化物质量分数由 ≤ 1 mg/kg 修改为 ≤ 2 mg/kg(1987 年版的第 1 章,本版的 3.2);
- 密度试验方法增加数字密度计法(U 型振动管法),作为仲裁法(1987 年版的 2.2,本版的 4.6);
- 水分试验方法由气相色谱法改为卡尔·费休法—容量法(仲裁法)和卡尔·费休法—库仑电量法(1987 年版的 2.6,本版的 4.8);
- 异丙醇含量的试验方法由填充柱气相色谱法修改为毛细管柱气相色谱法(1987 年版的 2.4,本版的 4.4);
- 增加了检验分类,规定了出厂检验项目(见 5.1);
- 增加了资料性附录 A、附录 B(见附录 A、附录 B)。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司锦州石化分公司。

本标准参加起草单位:东营市海科新源化工有限责任公司。

本标准主要起草人:孔春华、蒋晨、方宝云、张丽霞、尹国彬、王保路、张云烽。

本标准于 1987 年 6 月首次发布。

工业用异丙醇

1 范围

本标准规定了工业用异丙醇的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于工业用异丙醇的生产、检验和销售。

分子式： $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$

相对分子质量：60.09(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 325 包装容器 钢桶

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(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 6324.1—2004 有机化工产品试验方法 第 1 部分：液体有机化工产品水混溶性试验(GB/T 6324.1—2004, mod ASTM D 1722—1998)

GB/T 6324.2—2004 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定(GB/T 6324.2—2004, mod ISO 759:1981)

GB/T 6324.4 有机化工产品试验方法 第 4 部分：有机液体产品微量硫的测定 微库仑法

GB/T 6324.5 有机化工产品试验方法 第 5 部分：有机化工产品中羰基化合物含量的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样通则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U 型振动管法)(SH/T 0604—2000, eqv ISO 12185:1996)

3 要求

3.1 外观：透明液体。

3.2 工业用异丙醇应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
异丙醇含量的质量分数/% ≥	99.7
色度/Hazen 单位(铂-钴色号) ≤	10
$\rho_{20}/(\text{g}/\text{cm}^3)$	0.784~0.786
水混溶性试验	通过试验
水的质量分数/% ≤	0.20
酸(以乙酸计)含量的质量分数/% ≤	0.002
蒸发残渣的质量分数/% ≤	0.002
羰基(以丙酮计)的质量分数/% ≤	0.02
硫化物(以 S 计)的质量分数/(mg/kg) ≤	2

4 试验方法

4.1 警示

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,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—1992 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—2002、GB/T 603—2002 之规定制备。

4.3 外观

将 50 mL 实验室样品加入比色管中,室温,在日光灯或日光下轴向目测。

4.4 异丙醇含量的测定

4.4.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法。在选定的工作条件下,样品经气化通过色谱柱,使其中的各组分分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,采用校正面积归一化法定量,得到异丙醇的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气:体积分数大于 99.99%;

4.4.2.2 氢气:体积分数大于 99.99%;

4.4.2.3 空气:经硅胶或 5A 分子筛干燥和净化。

4.4.3 仪器与设备

4.4.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中有关规定;

4.4.3.2 色谱数据处理机或积分仪;

4.4.3.3 微量注射器:1 μL , 10 μL 。

4.4.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值参见附录 B 图 B.1 和表 B.1。本方法适用于测定 C₆ 组分、异丙醚、丙酮、叔丁醇、仲丁醇、正丙醇等杂质浓度范围为 (0.01~0.30)% 的异丙醇。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。

应证实注入样品量是否会使 FID 信号产生饱和现象,调节进样量和分流比,用预测浓度范围内的标样作出异丙醇浓度-峰面积曲线,以确定线性进样量范围和其他色谱操作参数。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	30 m×250 μm×0.25 μm (柱长×柱内径×液膜厚度)
固定相	键合交联聚乙二醇-20M
柱温/℃	65
气化室温度/℃	150
检测器温度/℃	200
载气(N ₂)流量/(mL/min)	0.8~1.0
氢气流量/(mL/min)	30~50
空气流量/(mL/min)	350~400
辅助气(N ₂)流量/(mL/min)	30
进样量/μL	0.5~0.8
分流比	100 : 1

4.4.5 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。注入适量试样,以保证质量分数 0.01% 以上的组分能够得到准确定量,用校正面积归一化法定量。

相对校正因子的测定参见附录 B 的 B.3。

4.4.6 结果计算

异丙醇的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = (100 - w_{2w}) \times \frac{A_1}{\sum f_i A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_{2w} ——试样中水的质量分数的数值;
- A_1 ——异丙醇色谱峰的面积;
- A_i ——组分 i 色谱峰的面积;
- f_i ——组分 i 相对异丙醇的校正因子。

注:试样中未知组分的相对校正因子取值为 1。

4.4.7 允许差

- 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。
- 异丙醇含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。
- 杂质组分 i 含量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%。

4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.6 密度的测定

4.6.1 密度计法

按 GB/T 4472—1984 的规定进行。使用经检定合格的合适的密度计,在 20℃ 下测定密度。

4.6.2 U 型振动管法(仲裁法)

按 SH/T 0604 的规定进行。

4.7 水混溶性试验

按 GB/T 6324.1—2004 的规定进行。异丙醇与水的体积比为 1 : 9。

4.8 水分的测定

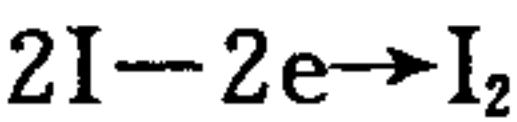
4.8.1 卡尔·费休法——容量法(仲裁法)

按 GB/T 6283—1986 的规定进行。

4.8.2 卡尔·费休法——库仑电量法

4.8.2.1 方法提要

试样中的水分与电解液中的碘进行定量反应,反应式为:



参加反应的碘的分子数等于水的分子数,而电解生成的碘与所消耗的电量成正比,依据法拉第定律,在仪器上直接读出被测试样中的水含量。

4.8.2.2 仪器

4.8.2.2.1 库仑电量水分测定仪:检测灵敏度 0.1 μg 水。或其他能满足分析要求的微量水分测定仪也可使用。

4.8.2.2.2 玻璃注射器:1 mL,以体积定量时应检定。

4.8.2.3 试剂

与库仑电量水分测定仪配套的电解液(市售试剂)。

4.8.2.4 分析步骤

4.8.2.4.1 仪器标定

应定期向电解池中注入一定量纯水对仪器进行标定,仪器显示数值与理论值的相对误差不应大于 5%。

4.8.2.4.2 样品测定

加入电解液,调节库仑电量水分测定仪,使电解池内达到无水状态。

用玻璃注射器进样,按实验室样品含水量的多少,调节进样量。进样结束后,进行电量滴定,在库仑电量水分测定仪显示屏上直接读取水的质量。

进样量以实验室样品的质量表示时,按公式(2)计算。

进样量以实验室样品的体积表示时,按公式(3)计算。

4.8.2.5 结果计算

试样中水的质量分数,数值以%表示,按公式(2)或公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m}{m_1 - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$w_2 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \cdot \rho_{20}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m ——从仪器读取的水质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——进样前注射器和试料质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——进样后注射器和试料质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——进样前注射器内试料体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——进样后注射器内试料体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ_{20} ——20℃下试料密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%。

4.9 酸含量的测定

4.9.1 方法提要

样品与等体积的水混合后,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,以酚酞指示剂指示终点,通过消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算出试样中酸的含量。

4.9.2 试剂

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

4.9.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

4.9.3 仪器

微量滴定管:2 mL 或 3 mL,分度值 0.01 mL。

4.9.4 分析步骤

用量筒取 50 mL 水于 250 mL 锥形瓶中,加入 0.5 mL 酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定到粉红色。用移液管吸取 50 mL 试样加入上述锥形瓶中,混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至同样的粉红色。记录滴定样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

4.9.5 结果计算

酸含量(以乙酸计)的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{50 \times \rho_{20}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.9.2.1)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);

50——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ_{20} ——20℃下试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M ——乙酸($C_2H_4O_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=60.05$]。

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%。

4.10 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2—2004 的规定进行。

4.11 羰基含量的测定

按 GB/T 6324.5 的规定进行。

4.12 硫化物含量的测定

按 GB/T 6324.4 的规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 型式检验

型式检验项目为外观和表 1 中规定的所有项目,正常情况三个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- 主要原料有变化;
- 工艺等有较大改变,可能影响产品性能时;
- 产品长期停产后,恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- 合同规定。

5.1.2 出厂检验

出厂检验项目为外观及表 1 中的异丙醇含量、色度、密度、水混溶性试验、水分、酸含量和硫化物,应逐批进行检验。

5.2 组批

产品装在贮罐内,以每一贮罐为一批。桶装产品以一次包装量为一批。槽车装产品以每组槽车为一批。

5.3 采样

工业用异丙醇采样单元数按 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 的规定确定。采样方法按 GB/T 6680—

2003 的规定进行。采样量不少于 2 L,分装在一个清洁干燥的密封玻璃瓶中,贴上标签,注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶保存备查。

5.4 判定规则与复验

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

5.5 检验

工业用异丙醇应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期或者批号、产品等级和本标准编号等。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用异丙醇的包装容器上应有牢固的标志,其内容包括:产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、净含量、本标准编号及 GB 190—1990 中规定的“易燃液体”标志。

6.2 工业用异丙醇在采用符合 GB/T 325 要求的钢桶包装时,每桶净含量为 140 kg。或按照用户要求包装。

6.3 工业用异丙醇运输时应避免日晒及碰撞。灌装时应注意流速(不超过 3 m/s),且有接地装置。

6.4 工业用异丙醇应贮存于干燥、清洁、通风的仓库内,不得露天堆放和靠近火源、热源、氧化剂。

7 安全

7.1 工业用异丙醇为透明液体,有类似乙醇、丙酮的混合气味,闪点 12℃,自燃温度 399℃,爆炸极限为 2.0%~12.7%(体积分数)。能与氧化剂发生剧烈反应。其蒸气比空气重,能在较低处扩散到相当远的地方。若遇高热,容器内压增大,有开裂和爆炸的危险。

7.2 接触高浓度异丙醇蒸气可使人出现头痛、倦睡以及眼、鼻、喉刺激等症状。口服可致恶心、呕吐、腹痛、腹泻、倦睡、昏迷甚至死亡。长期皮肤接触可致皮肤干燥、皸裂。

7.3 皮肤接触异丙醇时,脱去污染的衣物,用肥皂水及清水彻底清洗;眼睛接触时立即翻开上下眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗 15 min,就医;吸入异丙醇应迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道通畅;呼吸困难时给输氧;呼吸停止时,立即进行人工呼吸,就医;误服异丙醇者应立即漱口,饮用足量温水,催吐,就医。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ASTM D 770—2005 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ASTM D 770—2005 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ASTM D 770—2005 章条编号对照

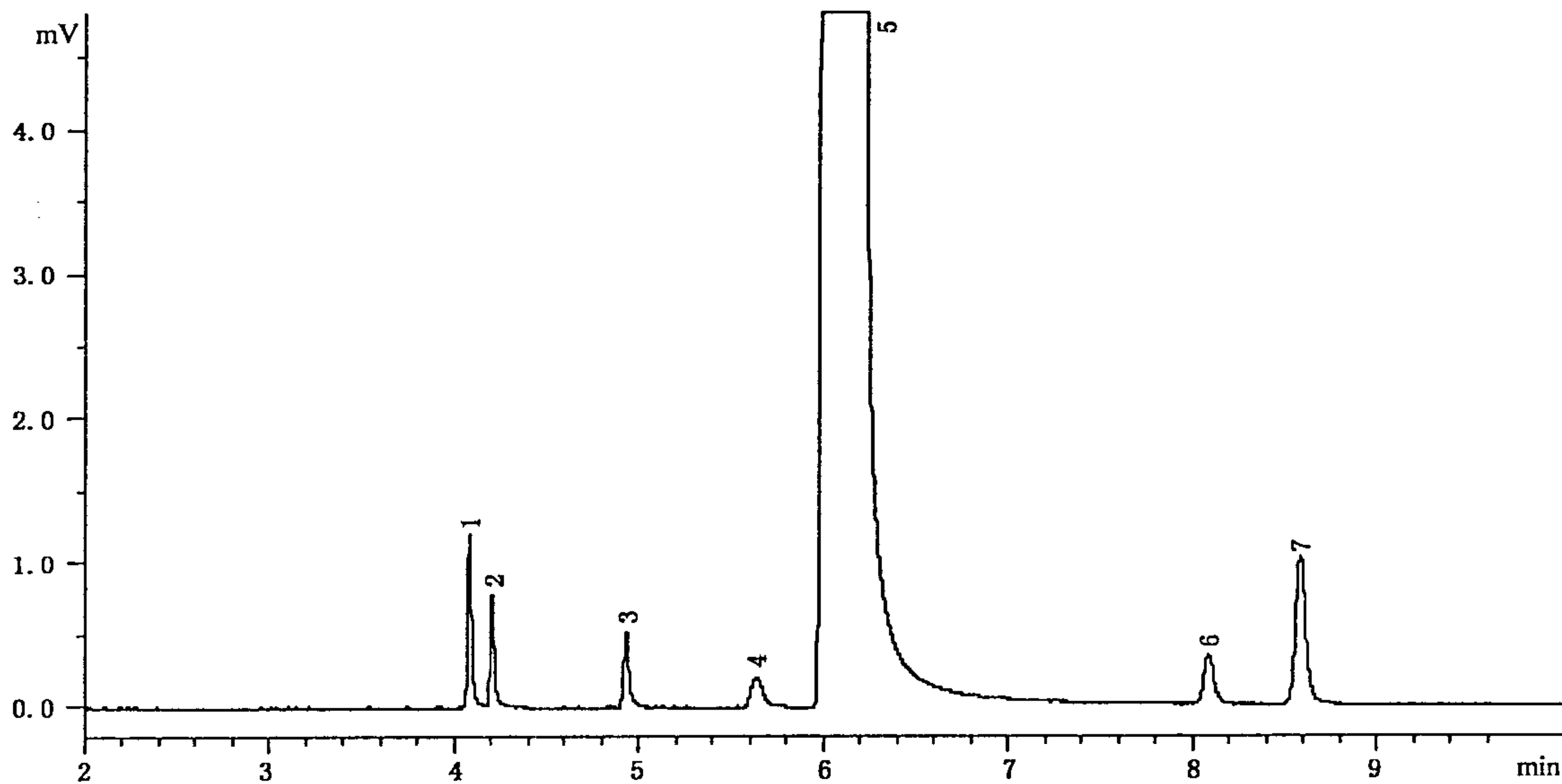
本标准章条编号	对应 ASTM D 770—2005 章条编号
1	1.1
2	2
3	3
4	5
5.3	4
6	6
7	—
—	7

附录 B
(资料性附录)

异丙醇含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值
和相对校正因子的测定方法

B.1 异丙醇含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 B.1。



- 1——C₆ 组分；
- 2——异丙醚；
- 3——丙酮；
- 4——叔丁醇；
- 5——异丙醇；
- 6——仲丁醇；
- 7——正丙醇。

图 B.1 异丙醇典型色谱图

B.2 各组分相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 B.1。

表 B.1 各组分相对保留值和相对校正因子

序号	组分名称	相对保留值	归一化法相对校正因子
1	C ₆ 组分	0.25	0.372
2	异丙醚	0.30	0.401
3	丙酮	0.56	0.645
4	叔丁醇	0.81	0.422
5	异丙醇	1	1
6	仲丁醇	1.70	0.492
7	正丙醇	1.89	0.536

B.3 相对校正因子的测定

B.3.1 试剂

B.3.1.1 异丙醇:质量分数大于 99.9%;

B.3.1.2 校准用标准物质:正己烷、异丙醚、丙酮、叔丁醇、异丙醇、仲丁醇、正丙醇等,色谱纯试剂。

B.3.2 分析步骤

用称量法配制异丙醇(B.3.1.1)加欲测杂质的校准混合物。各组分的称量精确至 0.000 1 g,各组分含量的质量分数计算精确至 0.001%。所配制的校准混合物杂质含量应与待测试样相近。

用于配制校准混合物的异丙醇(B.3.1.1)中被测杂质组分含量大于 0.001%时,校准混合物中的被测杂质组分含量应予以修正。

在与测定样品相同的色谱操作条件下,将配制的校准混合物注入色谱仪。平行测定 3 次,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。依据所得的峰面积及杂质组分含量,计算各组分的相对校正因子 f_i 。

B.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对异丙醇的校正因子 f_i 按公式(B.1)计算:

$$f_i = \frac{A_1 m_i}{A_i m_1} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

A_1 ——异丙醇的峰面积;

A_i ——组分 i 的峰面积;

m_1 ——校准混合物中异丙醇的质量分数,以百分数(%)表示;

m_i ——校准混合物中组分 i 的质量分数,以百分数(%)表示。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 异 丙 醇
GB/T 7814—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32967

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 7814-2008