

中国标准出版社

1992

有机化工产品试验方法标准汇编

有机化工产品试验方法标准汇编

1992

全国化学标准化技术委员会有机分会秘书处 编

中国标准出版社

(京)新登字 023 号

有机化工产品试验方法标准汇编
1992

全国化学标准化技术委员会有机分会秘书处 编
责任编辑 张巧华

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 49¼ 字数 1 522 000

1992 年 10 月第一版 1992 年 10 月第一次印刷

*

ISBN7-5066-0586-4/TB·244

印数 1—3 000 定价 33.40 元

*

标 目 197-05

前 言

近年来,化工标准化事业发展极为迅速。从 1987 年至今,仅有机化工产品一类新制修订国家标准 68 项,行(专)业标准 31 项。而 1988 年出版的《化学工业标准汇编 第 2 册 有机化工产品》一书,只收集了 1986 年底以前批准发布的国家标准、部标准共 72 项,其中多数国家标准已修订;部标准中有的上升为国家标准,有的过渡为行业标准。为适应化工企业、科研、设计等部门广大工程技术人员的需求,我们组织编集了《有机化工产品试验方法标准汇编》。

本书共汇集了清理整顿后的现行有机化工产品和试验方法国家标准 87 项,行(专)业标准 33 项。除全国化学标准化技术委员会有机分会制订的全部国家标准、行业标准外,还收集了石油化工分会制订的部分国家标准,以适应广大生产厂产品多样化的特点。同时还收集了化工行业常用的基础标准,供使用时参考。

本书在编排方式上采用《中国标准文献分类法》规定的专业分类编排。在汇编过程中,对个别原标准文本中技术内容上的错误(指有修改单的)已做了订正。主要编辑人员有贾文兰、徐金奎、楼霁、郭燕玲、唐跃兵。

愿本书对从事化工标准化工作的各级技术人员、化工产品质量管理人员、质检人员以及工厂化验员等有所帮助。

编者
1992 年 5 月

目 录

G15 有机化工原料综合

GB 6324.1—86	有机化工产品水溶性试验方法	(3)
GB 6324.2—86	挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法	(4)
GB 6324.3—86	有机化工产品高锰酸钾氧化时间试验方法 钴铈色标法	(6)
GB 6324.4—86	有机液体产品微量硫的测定 微库仑法	(8)
GB 6324.5—86	有机化工产品中羰基化合物含量的测定 容量法	(12)
GB 6324.6—86	有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定 光度法	(14)
GB 6325—86	有机化工产品分析术语	(17)
GB 7131—86	裂解气相色谱法鉴定聚合物	(28)
GB 7531—87	有机化工产品灰分的测定	(31)
GB 7532—87	有机化工产品中重金属含量测定的通用方法 目视限量法	(33)
GB 7533—87	有机化工产品结晶点的试验方法	(35)
GB 7534—87	工业用挥发性有机液体 沸程的测定	(41)
GB 11141—89	轻质烯烃中微量硫的测定 氧化微库仑法	(52)

G16 基本有机化工原料

GB 338—85	工业甲醇	(61)
GB 3676—92	工业顺丁烯二酸酐	(80)
GB 6026—89	工业丙酮	(84)
GB 6027—89	工业正丁醇	(93)
GB 6600—86	工业用裂解碳四的组成测定 气相色谱法	(97)
GB 6601—86	工业用裂解碳四 液态采样法	(106)
GB 6602—89	液化石油气蒸气压测定法(LPG法)	(110)
GB 6603—86	工业用裂解碳四密度或相对密度的测定 压力浮计法	(117)
GB 6604—86	工业用裂解碳四中微量硫的测定 氧化微库仑法	(121)
GB 6605—86	工业用裂解碳四中微量水的测定 卡尔·费休法	(126)
GB 6606—86	工业用裂解碳四中 α -炔烃含量的测定 硝酸银法	(137)
GB 6818—86	工业辛醇(2-乙基己醇)	(141)
GB 6819—86	溶解乙炔	(154)
GB 6820—92	工业合成乙醇	(158)
GB 7715—87	工业用乙烯	(167)
GB 7716—87	工业用丙烯	(178)
GB 10665—89	电石	(187)
ZB G16 007—89	工业六氯乙烷	(199)
ZB G16 008—89	工业四氯乙烯	(204)
ZB G16 009—89	三氯异氰尿酸	(212)
HG 2—453—66	氯乙醇	(215)

(1983 年确认)

HG 2—1437—81	工业乙醚	(218)
HG 2—1438—81	工业 1,2-二氯乙烷	(224)

G17 一般有机化工原料

GB 339—89	工业合成苯酚	(231)
GB 1626—88	工业草酸	(237)
GB 1628—89	工业冰乙酸	(242)
GB 2092—92	工业癸二酸	(250)
GB 2093—80	甲酸	(254)
GB 3728—91	工业乙酸乙酯	(262)
GB 3729—91	工业乙酸丁酯	(264)
GB 4117—92	工业二氯甲烷	(266)
GB 4118—92	工业三氯甲烷	(270)
GB/T 4120.3—92	工业液体氯代甲烷类产品中酸度的测定 滴定法	(277)
GB/T 4120.5—92	工业液体氯代甲烷类产品中微量水分的测定 浊点法	(279)
GB/T 4120.6—92	工业液体氯代甲烷类产品的包装、标志、贮存、运输和检验规则	(283)
GB 7371—87	工业用一氟三氯甲烷(F_{11})	(285)
GB 7372—87	工业用二氟二氯甲烷(F_{12})	(289)
GB 7373—87	工业用二氟一氯甲烷(F_{22})	(294)
GB 7374—87	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 重量法	(299)
GB 7375—87	工业用氟代甲烷类纯度的测定 气相色谱法	(303)
GB 7376—87	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 卡尔·费休法	(310)
GB 7717.1—87	丙烯腈的技术条件	(315)
GB 7717.2—87	丙烯腈的外观鉴定	(320)
GB 7717.3—87	丙烯腈的含量测定	(321)
GB 7717.4—87	丙烯腈的密度测定	(322)
GB 7717.5—87	丙烯腈(5%水溶液)的 pH 值测定	(323)
GB 7717.6—87	丙烯腈(5%水溶液)的滴定值测定	(324)
GB 7717.7—87	丙烯腈中水含量测定	(325)
GB 7717.8—87	丙烯腈中的总醛含量测定	(327)
GB 7717.9—87	丙烯腈中的总氰含量测定	(329)
GB 7717.10—87	丙烯腈中的过氧化物含量测定	(330)
GB 7717.11—87	丙烯腈中的铁含量测定	(332)
GB 7717.12—87	丙烯腈中乙腈、丙酮和丙烯醛含量测定	(334)
GB 7814—87	异丙醇	(336)
GB 7815—87	工业用季戊四醇	(343)
GB 9009—88	工业甲醛溶液	(349)
GB 9010—88	工业甲胺水溶液试验方法	(371)
GB 9011—88	工业一甲胺水溶液	(376)
GB 9012—88	工业二甲胺水溶液	(378)
GB 9013—88	工业三甲胺水溶液	(380)
GB 9014—88	工业用合成正丁醇	(382)
GB 9015—88	工业六次甲基四胺	(388)

GB 9016—88	四氟乙烯用二氟一氯甲烷	(394)
GB 9017—88	三氟一氯甲烷(F ₁₃)	(402)
GB 9567—88	工业三聚氰胺	(409)
GB 10668—89	工业乙酸酐	(414)
GB 10669—89	工业环己酮	(421)
GB 10670—89	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 电解法	(427)
GB/T 12717—91	工业乙酸酯类试验方法	(430)
GB 13097—91	工业环氧氯丙烷	(438)
GB 13098—91	工业环氧乙烷	(446)
GB 13254—91	工业己内酰胺	(453)
GB/T 13255.1—91	工业己内酰胺 50%水溶液色度的测定 分光光度法	(456)
GB/T 13255.2—91	工业己内酰胺 结晶点的测定	(458)
GB/T 13255.3—91	工业己内酰胺 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法	(461)
GB/T 13255.4—91	工业己内酰胺 挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法	(463)
GB/T 13255.5—91	工业己内酰胺 290 nm 波长处吸光度的测定	(466)
GB/T 13255.6—91	工业己内酰胺 酸度或碱度的测定	(468)
GB/T 13255.7—91	工业己内酰胺 铁含量的测定	(470)
GB/T 13255.8—91	工业己内酰胺 环己酮肟含量的测定	(472)
ZB G17 004—86	双氰胺	(474)
ZB G17 005—87	二苯醚	(480)
ZB G17 006—87	丙烯酸及丙烯酸酯类单体中 4-甲氧基酚的测定	(484)
ZB G17 007—87	丙烯酸酯类酸度的测定 容量法	(487)
ZB G17 008—87	工业丙烯酸乙酯	(489)
ZB G17 009—87	工业丙烯酸 2-乙基己酯	(498)
ZB G17 010—87	工业丙烯酸(聚合级)	(507)
ZB G17 011—87	工业丙烯酸正丁酯	(516)
ZB G17 012—87	工业丙烯酸甲酯	(525)
ZB G17 013—88	工业硫脲	(535)
ZB G17 018—89	工业磺胺	(539)
ZB G17 019—89	工业用一乙醇胺	(543)
ZB G17 020—89	工业用二乙醇胺	(546)
ZB G17 021—89	工业用三乙醇胺	(553)
ZB G17 022—89	硝酸胍	(556)
ZB G17 023—90	工业异丁醇	(560)
ZB G17 024—90	工业氯乙酸	(565)
ZB G17 025—90	工业草酸二乙酯	(570)
ZB G17 026—90	工业丙二酸二甲酯	(574)
HG 2027—91	工业氯化苳	(577)
HG 2028—91	工业二甲基甲酰胺	(583)
HG 2029—91	工业氨基乙酸	(586)
HG 2030—91	工业 L-胱氨酸	(590)
HG 2031—91	工业硝基甲烷	(595)
HG/T 2032—91	工业乙酸钴	(602)

HG/T 2033—91	工业乙酸锑	(608)
HG/T 2034—91	工业乙酸锰	(614)

附录 常用的基础标准

GB 601—88	化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备	(621)
GB 602—88	化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备	(642)
GB 603—88	化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备	(654)
GB 4472—84	化工产品 密度、相对密度测定通则	(668)
GB 2366—86	化工产品中水分含量的测定 气相色谱法	(701)
GB 6283—86	化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)	(705)
GB 6284—86	化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法	(719)
GB 4471—84	化工产品试验方法精密度 室间试验重复性和再现性的确定	(723)
GB 1250—89	极限数值的表示方法和判定方法	(773)
GB 8170—87	数值修约规则	(777)

G15 有机化工原料综合

有机化工产品水溶性试验方法

Organic chemical products
for industrial use — Standard test method
for water miscibility

UDC 661.7 :543
.061

GB 6324.1—86

1 适用范围

本标准适用于以任何比例都能与水完全混溶并保持化学稳定性的有机化工产品。
本方法是定性检测有机化工产品中所含不溶于水杂质的试验方法。

2 原理

有机化工产品中常含有烷烃、烯烃、高级醇、石蜡、芳烃等难溶于水的杂质，而这些有机化工产品本身具有良好的水溶性，利用这种水溶性差异，在规定条件下，相对测定有机化工产品中不溶于水的杂质。

3 仪器和试剂

- 3.1 比色管：容量100 ml，无色透明玻璃材质，管壁均匀，并带玻璃磨口塞。
- 3.2 恒温装置：温度控制在 20 ± 1 °C的恒温水浴、空气浴或恒温室。
- 3.3 蒸馏水。

4 试验步骤

根据所测试样中所含的水不溶物杂质及产品规格的要求，选择试样与水混溶的比例在1:2、1:3或1:4，或者其他规定的比例。

量取一定体积的试样（按确定的比例，使试样与水混溶后的总体积为100 ml），倾注入洁净、干燥的比色管（3.1）中，量取水（3.3）（按确定的比例，并使试样与水混溶后总体积为100 ml来取水的量），缓缓地（注）倾入盛有试样的比色管中，盖紧塞子，摇匀。置于 20 ± 1 °C恒温装置（3.2）里（当用恒温水浴时，应使水面高于比色管中试验溶液面）。同时记录时间。经30 min后取出比色管与另一支已注入100 ml水（3.3）的比色管一起放在黑色背景上，同时配有侧光光线，轴向观察即为试样测定结果。

注：操作时必须“缓缓地”加入水。

5 结果表示

以蒸馏水为标准，报告试样与蒸馏水混溶后澄清或微浑现象来表示试样测定结果。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部北京化工研究院归口。

本标准由北京化工研究院负责起草。

本标准主要起草人梁淑娴、胡延风。

挥发性有机液体 水浴上蒸发后干
残渣测定的通用方法

UDC 661.7:543
.062

GB 6324.2—86

Volatile organic liquids—Determination of
dry residue after evaporation on a water
bath—General method

本标准等同采用ISO 759—1981《工业挥发性有机液体——水浴上蒸发后干残渣测定——通用方法》。

1 适用范围

本标准规定了挥发性有机化工产品 and 有机化学试剂在水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法。

本标准适用于蒸发残渣量等于或大于5 mg/kg的挥发性有机液体。如果蒸发残渣量小于5 mg/kg可适当增加取样量。

2 原理

将试样在水浴上蒸发至干后，在 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

3 仪器

3.1 铂、石英或硅硼酸盐玻璃蒸发皿：容积150ml。

3.2 恒温水浴。

3.3 烘箱： $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4 试验步骤

将蒸发皿(3.1)放在烘箱(3.3)中，于 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 下加热1 h，取出，放入干燥器中冷却45 min后，称重(准至0.0001g)，重复上述操作至恒重，即相邻两次称重的差值不超过0.0002g。

移取 $100 \pm 0.1\text{ml}$ 试样于蒸发皿(3.1)中，放于水浴(3.2)上，维持适当温度，在通风橱中蒸发至干。将蒸发皿自水浴(3.2)上移开，皿外面用擦镜纸擦干净，再将其置于预先调节并恒温至 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱(3.3)中加热2 h，取出，放入干燥器内冷却45 min，称重(准至0.0001g)，再放入烘箱(3.3)中加热1 h，于干燥器中冷却45 min，称至恒重，即相邻两次称重的差值不超过0.0002g。

5 结果计算

蒸发残渣以质量百分数计，按下式计算：

$$\frac{m}{\rho \times V} \times 100$$

式中： m ——蒸发残渣量，g；

ρ ——试样在 20°C 时的密度，g/ml；

V ——试样体积，ml。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部北京化工研究院技术归口。

本标准由吉林化学工业公司电石厂负责起草。

本标准主要起草人李兰清、杨韧秋、翟淑琴。

中华人民共和国国家标准

有机化工产品高锰酸钾氧化时间
试验方法 钴铀色标法

UDC 661.7
:543.06

GB 6324.3—86

Organic chemical products for industrial use
—Standard test method for permanganate time
—Cobalt-uranium color standard method

本标准等效采用ISO 1387—1982《工业甲醇——试验方法》中高锰酸盐时间的测定。

1 适用范围

本标准适用于测定醇、酮等中性、微酸性或弱碱性有机化工产品的高锰酸钾氧化时间。

2 原理

在规定条件下，将高锰酸钾溶液加入被测试样中，当试验溶液颜色逐步变成与氯化钴和硝酸双氧铀色标溶液一致时所需要的时间。

3 试剂和溶液

使用的试剂和水，除注明外，均使用分析纯试剂和蒸馏水。

3.1 水的制备：取适量的水加入足够量的稀高锰酸钾溶液使呈稳定的淡粉红色，煮沸30 min。如淡粉红色消失，则补加高锰酸钾溶液再呈淡粉红色。冷却至室温，备用。

3.2 高锰酸钾，优级纯，0.2 g/L 溶液：准确称取0.200 g高锰酸钾，用新制备的水(3.1)溶解后置于1000 ml棕色容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液于使用前配制，注意避光。

3.3 氯化钴和硝酸双氧铀色标：

3.3.1 称取50 g氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，用少量水溶解后置于1000 ml容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

3.3.2 称取40 g硝酸双氧铀 $[\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，用少量水溶解后置于1000 ml容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

当溶液出现沉淀时，必须重新配制。

3.3.3 取氯化钴溶液(3.3.1) 5 ml，和硝酸双氧铀溶液(3.3.2) 7 ml，置于100 ml比色管(4.2)中，用水稀释至50 ml刻度，摇匀。此溶液于使用的当天配制。

4 仪器

4.1 水浴，温度可控制在 $15 \pm 0.2^\circ\text{C}$ (或 $25 \pm 0.2^\circ\text{C}$)。

4.2 比色管，容量100 ml，50 ml处有刻度线，无色透明玻璃制品，并配有磨口玻璃塞。

4.3 滴定管，容量10 ml，分刻度0.05 ml。

4.4 移液管，2 ml。

5 试验步骤

5.1 试样

收到试样后应尽快进行测试。

试样的贮存：将试样置于棕色、洁净、干燥的磨口塞玻璃瓶中。

洗净比色管：先用15~20ml盐酸溶液（1+1）洗涤比色管（4.2），然后用自来水及蒸馏水冲洗，最后用适量的试样冲洗。

5.1.1 液体试样

将温度大约15℃（或25℃）的试样注入比色管（4.2）中直至50ml刻度线。

5.1.2 易溶于水的固体试样¹⁾

称取一定量的试样，用水溶解后，置于比色管（4.2）中，在15℃（或25℃）下，用水稀释至50ml刻度线。

5.2 测定

将盛有试样（5.1.1或5.1.2）的比色管置于温度控制在 $15 \pm 0.2^\circ\text{C}$ （或 $25 \pm 0.2^\circ\text{C}$ ）的水浴（4.1）中。水浴中的水面低于比色管颈约25mm。15min后从水浴中取出比色管，用滴定管（4.3）或移液管（4.4）加入2.0ml高锰酸钾溶液（3.2）。从滴加第一滴起，记下时间，立即加塞，摇匀，并将其放回水浴中。

经常将比色管从水浴中取出，以白色背景衬底，垂直往下看，与色标（3.3.3）颜色进行比较。注意避免试验溶液暴露在强日光下。接近测定结果时，每分钟比较一次。

记下试液颜色与色标一致时的时间。

6 结果的表示

6.1 从试样中加入高锰酸钾溶液起，到试液颜色达到与色标一致时的时间，以分计。

6.2 精密度

6.2.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.2.2 平行测定结果的相对偏差不大于5%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部北京化工研究院技术归口。

本标准由上海吴泾化工厂负责起草。

本标准主要起草人梁淑娴、吴道鸿、陆鑫华。

采用说明：

1) 本标准增加了“5.1.2 易溶于水的固体试样”。

有机液体产品微量硫的测定 微库仑法

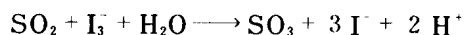
Determination of trace sulphur in products of
organic liquid — Micro-coulometry method

1 适用范围

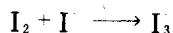
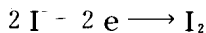
本标准适用于有机液体产品中微量硫的测定。测定范围：0.5~100 mg/kg。

2 方法原理

试样在燃烧管中预热区汽化后，由载气带入燃烧区与氧气混合并燃烧，其中的微量硫大部分氧化生成二氧化硫，小部分生成三氧化硫，碳氢化合物生成二氧化碳和水，随后燃烧产物进入滴定池，与池内电解液中碘三离子（ I_3^- ）发生如下反应：



电解液中碘三离子被消耗，指示电极对间的电位差发生变化，随即电解电极对有相应的电流通过，在阳极表面发生如下反应：

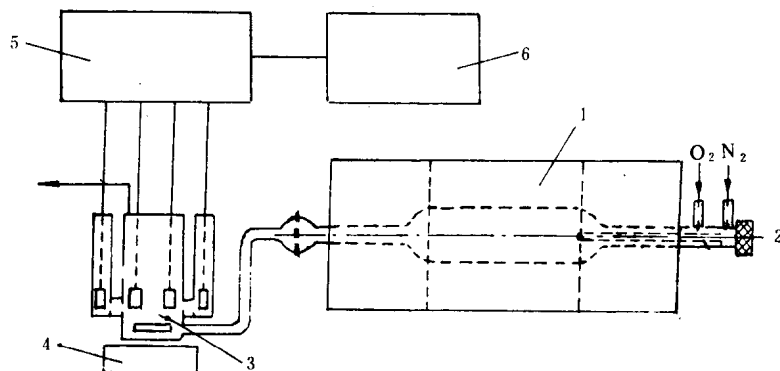


当电解产生的碘三离子（ I_3^- ）使电解液中碘三离子（ I_3^- ）恢复到滴定前的浓度时，电解电极停止工作。根据所消耗的总电量按法拉第电解定律计算出试样中硫含量。

3 仪器和设备

3.1 微库仑仪：能满足最小检测硫浓度 0.5mg/kg 的微库仑仪均可使用。

示意图见下图。



1—燃烧炉；2—进样口；3—电解池；4—电磁
搅拌；5—微库仑计；6—记录仪

3.1.1 燃烧炉

燃烧炉包括温度能调节控制的三个不同的电加热区：预热区温度要保证试样完全汽化，燃烧区温度要使用有机化合物燃烧完全。

3.1.2 石英燃烧管

燃烧管装在燃烧炉内，进样口用硅胶垫封闭，是样品注入处，出口与滴定池进气口相连接。

3.1.3 滴定池

由玻璃烧制而成，池中装有电解液，插入一对电解电极和一对指示电极。

3.1.4 微库仑计。

3.1.5 电磁搅拌器。

3.1.6 自动进样器。

3.1.7 记录仪。

3.2 注射器：10 μ l 微量注射器。

4 试剂与溶液

4.1 碘化钾（GB 1272—77）。

4.2 冰乙酸（GB 676—78）。

4.3 噻吩：纯度不低于98%，密度1.062 g/ml。

4.4 正庚烷：光谱纯，密度0.687 g/ml。

4.5 蒸馏水：临用前煮沸脱氧（或二次蒸馏水）。

4.6 载气：氮气，纯度在99.9%以上。

4.7 反应气：氧气，纯度在99.9%以上。

4.8 电解液

4.8.1 10%乙酸溶液：量取25ml冰乙酸〔4.2〕，稀释至250 ml。

4.8.2 称取0.5 g 碘化钾〔4.1〕，加入少许蒸馏水〔4.5〕溶解，加入4 ml 10%乙酸溶液〔4.8.1〕，用蒸馏水稀释至1000ml，摇匀。放在阴凉处（或冰箱中），使用期不得超过一个月。

4.9 有机硫标准溶液

4.9.1 有机硫标准溶液的配制：用小安瓿瓶称取数百毫克的噻吩〔4.3〕（准确至0.0001g），置于已知量的正庚烷〔4.4〕中，而后用玻璃棒粉碎小安瓿瓶，充分摇动混匀，备用。

4.9.2 标准溶液中硫含量按式（1）计算：

$$x = \frac{x_1}{A + B} \dots\dots\dots (1)$$

式中：x——有机硫标准溶液中硫含量，g/ml；

x_1 ——噻吩中硫量，g；

A——正庚烷，ml；

B——噻吩，ml。

4.9.3 有机硫标准溶液的稀释：将有机硫标准溶液〔4.9.1〕按所需标准溶液的浓度进行稀释。

5 试验步骤

5.1 仪器操作

5.1.1 将干净的燃烧管装在燃烧炉内，连接好载气和反应气。

5.1.2 将电解液加到滴定池（预先用电解液冲洗两次）中，液面高出电极约4 mm。滴定池装在电磁搅拌器上，池子进口与燃烧管的出口相连接。

5.1.3 将滴定池中指示电极对和电解电极对的引线分别接到库仑计的相应接线柱上。

5.1.4 接通气流和电源，将炉温和气流量调节到下表所示的最佳操作参数。