

危险化学品

标准汇编

有机化工卷

全国危险化学品管理标准化技术委员会
中国标准出版社第二编辑室

编

中国标准出版社



危险化学品标准汇编

有机化工卷

全国危险化学品管理标准化技术委员会
中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社

图书在版编目(CIP)数据

危险化学品标准汇编. 有机化工卷/全国危险化学品
管理标准化技术委员会, 中国标准出版社第二编辑室编.
北京: 中国标准出版社, 2004

ISBN 7-5066-3639-5

I. 危… II. ①全…②中… III. ①化工产品—危
险物品管理—标准—汇编—中国②有机化工—化工产品
—危险物品管理—标准—汇编—中国
IV. TQ086.5-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 115563 号

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.bzcs.com

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 44.75 字数 1 370 千字

2005 年 4 月第一版 2005 年 4 月第一次印刷

*

定价 130.00 元

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

出版说明

危险化学品具有易燃、易爆、有毒、腐蚀等危险特性,在其生产、贮存、经营、运输和使用过程中极易引起燃烧、爆炸、灼伤、中毒等事故,给人民生命财产造成严重损失。制定有关法律、法规和技术标准,依法加强管理是非常必要的。为此,2002年1月国务院颁布344号令,重新修订了《危险化学品安全管理条例》。它对我国近期危险化学品的管理具有十分重要的意义,它标志着我国危险化学品管理进入了法制化管理的新阶段。

《危险化学品标准汇编》是根据国务院344号令的有关规定将GB 12268《危险货物品名表》列出的4000多项危险货物除爆炸品、放射性物品、感染性物品和杂类外的危险货物中有国家标准和行业标准的危险化学品汇编而成,另有几十个化学品在GB 12268《危险货物品名表》中虽然没有列出,但该化学品在国家标准或行业标准中,其标志、标签上有特殊要求,故也收集到本汇编中。

本册汇编为《危险化学品标准汇编》中的有机化工卷,收集了截止2004年12月底批准发布的国家标准和行业标准94项,包括基本有机化工原料、一般有机化工原料、煤焦油加工产品及合成食品添加剂等,是危险化学品生产企业、研究机构和管理部門必备的基础性资料。

本汇编收集的标准属性已在本目录上标明(GB或GB/T),年代号用四位数字表示。鉴于部分标准在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本套汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本汇编目录中,凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原GB××××—××××)”的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。

由于版权问题,只将石油化工产品的行业标准目录进行了整理,作为本汇编的附录。

本汇编由全国危险化学品管理标准化技术委员会秘书长梅建主编,张君玺、王小兵等以及中国标准出版社第二编辑室联合编汇,由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(CSBTS/TC63/SC2)审阅。

中国标准出版社

2004年12月

目 录

一、基本有机化工原料

GB 338—2004	工业用甲醇	3
GB 3405—1989	石油苯	12
GB 3406—1990	石油甲苯	14
GB 3407—1990	石油混合二甲苯	16
GB 3915—1998	工业用苯乙烯	18
GB/T 6699—1998	焦化萘	22
GB 6819—2004	溶解乙炔	25
GB/T 6820—1992	工业合成乙醇	34
GB/T 7715—2003	工业用乙烯	43
GB/T 7716—2002	工业用丙烯	48
GB 10665—2004	碳化钙(电石)	53
GB 13291—1991	工业用丁二烯	65
HG/T 2542—1993	工业三氯乙烯	68
HG/T 2662—1995	工业 1,2-二氯乙烷	73
HG/T 3261—2002	工业用六氯乙烷	81
HG/T 3262—2002	工业用四氯乙烯	87
HG/T 3263—2001	三氯异氰尿酸	96

二、一般有机化工原料

GB/T 339—2001	工业用合成苯酚	103
GB/T 1628.1—2000	工业冰乙酸	107
GB/T 2093—1993	工业甲酸	112
GB 3676—1992	工业顺丁烯二酸酐	123
GB/T 3728—1991	工业乙酸乙酯	127
GB/T 3729—1991	工业乙酸丁酯	129
GB/T 4117—1992	工业二氯甲烷	131
GB/T 4118—1992	工业三氯甲烷	135
GB/T 4119—1993	工业四氯化碳	141
GB/T 6026—1998	工业丙酮	146
GB/T 6027—1998	工业正丁醇	154
GB/T 7371—1987	工业用一氟三氯甲烷(F ₁₁)	161
GB/T 7372—1987	工业用二氟二氯甲烷(F ₁₂)	165
GB/T 7373—1987	工业用二氟一氯甲烷(F ₂₂)	170
GB 7717.1—1994	工业用丙烯腈	175
GB/T 7814—1987	异丙醇	179

GB/T 9009—1998	工业甲醛溶液	186
GB/T 9015—1998	工业六次甲基四胺	198
GB/T 9016—1988	四氟乙烯用二氟一氯甲烷	204
GB/T 9017—1988	三氟一氯甲烷(F ₁₃)	212
GB/T 9567—1997	工业三聚氰胺	219
GB/T 10668—2000	工业乙酸酐	230
GB/T 10669—2001	工业用环己酮	240
GB/T 13097—1991	工业环氧氯丙烷	249
GB/T 13098—1991	工业环氧乙烷	257
GB/T 14491—2001	工业用环氧丙烷	264
GB/T 17529.1—1998	工业丙烯酸	271
GB/T 17529.2—1998	工业丙烯酸甲酯	274
GB/T 17529.3—1998	工业丙烯酸乙酯	277
GB/T 17529.4—1998	工业丙烯酸正丁酯	280
GB 17602—1998	工业己烷	283
GB/T 18825—2002	工业用环戊烷	291
GB/T 18826—2002	工业用 1,1,1,2-四氟乙烷(HFC-134a)	301
GB/T 18827—2002	工业用 1,1-二氯-1-氟乙烷(HCFC-141b)	312
GB 19104—2003	过氧乙酸溶液	319
GB/T 19465—2004	工业用异丁烷(HC-600a)	325
HG/T 2027—1991	工业氯化苄	342
HG/T 2028—1991	工业二甲基甲酰胺	348
HG/T 2031—1991	工业硝基甲烷	351
HG/T 2303—1992	工业乙酰苯胺	357
HG/T 2543—1993	工业氯甲基甲醚	363
HG/T 2544—1993	工业对氯苯酚	367
HG/T 2547—1993	工业氯乙醇溶液	372
HG/T 2560—1994	工业溴乙烷	376
HG/T 2561—1994	工业甲醇钠甲醇溶液	381
HG/T 2717—1995	工业过氧化苯甲酰	385
HG/T 2719—1995	一乙胺	389
HG/T 2720—1995	二乙胺	394
HG/T 2721—1995	三乙胺	399
HG/T 2722—1995	一异丙胺	404
HG/T 2816—1996	工业环己胺	409
HG/T 2817—1996	工业 1,4-氧氮杂环己烷(吗啉)	417
HG/T 2915—1997	工业用一乙醇胺	421
HG/T 2916—1997	工业用二乙醇胺	425
HG/T 2972—1999	工业 40%一甲胺水溶液	433
HG/T 2973—1999	工业 40%二甲胺水溶液	436
HG/T 2974—1999	工业 30%三甲胺水溶液	442
HG/T 3266—2002	工业用硫脲	445
HG/T 3269—2002	工业用硝酸胍	450

HG/T 3270—2002	工业用异丁醇	456
HG/T 3271—2000	工业氯乙酸	464
HG/T 3272—2002	工业用草酸二乙酯	471
HG/T 3674—2000	工业氯甲烷	477

三、煤焦油加工产品

GB/T 2279—1989	邻甲酚	491
GB/T 2280—1989	间对甲酚	493
GB/T 2283—1993	焦化苯	495
GB/T 2284—1993	焦化甲苯	498
GB/T 2285—1993	焦化二甲苯	500
GB/T 2290—1994	煤沥青	503
GB/T 2599—1997	工业甲酚	505
GB/T 2600—1997	工业二甲酚	508
GB/T 3709—1997	工业酚	511
GB/T 6705—1989	焦化苯酚	514

四、合成食品添加剂

HG 2926—1989(1997)	食品添加剂 正丁醇(原 GB 10618—1989)	519
--------------------	----------------------------------	-----

五、包装按 GB 190 所规定标注的标准

GB/T 17529.5—1998	工业丙烯酸 2-乙基己酯	525
HG/T 2305—1992	工业甲基丙烯酸甲酯	528
HG/T 3265—2002	二苯醚	536

六、附 录

附录 1	危险化学品安全管理条例	547
附录 2	GB 6944—1986 危险货物分类和品名编号	557
附录 3	GB 12268—1990 危险货物品名表	561
附录 4	按《GB 12268—1990 危险货物品名表》分类顺序索引	700
附录 5	本卷标准号顺序索引	704
附录 6	相关石化行业标准目录	708

一、基本有机化工原料



中华人民共和国国家标准

GB 338—2004
代替 GB 338—1992

工业用甲醇

Methanol for industrial use

2004-11-29 发布

2005-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第 6.1 条为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 1152:1997《甲醇》(英文版)。

本标准根据 ASTM D 1152:1997 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ASTM D 1152:1997 章条编号的对照一览表。

本标准与 ASTM D 1152:1997 的主要差异如下:

- 指标分为优等品、一等品和合格品(本标准的 3.2)。这是依据我国有关工业产品的分等导则确定的;
- 增设了乙醇含量项目(本标准的 3.2)。这是为了严格对产品质量的控制;
- 优等品色度、沸程、酸度或碱度等指标优于 ASTM D 1152:1997(本标准的 3.2);
- 除硫酸洗涤试验方法采用 ASTM D 1152:1997 所规定的方法外,其他各项试验方法均采用方法原理及基本操作与 ASTM D 1152:1997 规定的方法相同的我国产品试验方法国家标准(本标准的第 4 章);
- 将一些表述改为适用于我国标准的表述。

本标准代替 GB 338—1992《工业甲醇》。

本标准与 GB 338—1992 相比主要变化如下:

- 增设了硫酸洗涤试验和乙醇含量项目及试验方法(见 3.2、4.10 和 4.11);
- 高锰酸钾试验、羰基化合物含量的试验方法均引用产品试验方法国家标准(1992 版的 4.4、4.8,本版的 4.4、4.8);
- 修改了检验规则、标志、包装、运输和贮存的内容(1992 年版的第 5 章、第 6 章,本版的第 5 章、第 6 章);

本标准的附录 A 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(CSBTS/TC63/SC2)归口。

本标准由中国石化集团四川维尼纶厂负责起草;上海焦化有限公司、四川江油川西北气矿甲醇厂、大庆油田甲醇厂等参加起草。

本标准主要起草人:郭鑫铭、周兵、王文君、曾燕、蒲利均。

本标准于 1964 年首次发布,1979 年第一次修订,1985 年 12 月第二次修订,1992 年 9 月第三次修订。

工业用甲醇

1 范围

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

本标准适用于以煤、焦油、天然气、轻油、重油为原料合成的工业用甲醇。该产品主要用于化学工业、医药工业、农药行业,也可作为燃料使用。

分子式:CH₃OH

相对分子质量:32.042(按 2001 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 危险货物包装标志
- 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 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位—铂-钴色号)
- GB/T 4472—1984 化工产品中密度、相对密度测定通则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)[GB/T 6283—1986, eqv ISO 760:1978]
- GB/T 6324.1 有机化工产品试验方法 第1部分:有机化工产品水混溶性试验
- GB/T 6324.2 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测定 [GB/T 6324.2—2004, ISO 759:1981, Volatile organic liquids for industrial use—Determination of dry residue after evaporation on a water bath—General method, MOD]
- GB/T 6324.3—1993 有机化工产品还原高锰酸钾物质的测定方法
- GB/T 6324.6 有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定光度法[GB/T 6324.6—1986, idt ISO 1388-3:1981]
- 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 6682—1992, neq ISO 3696:1987]
- GB/T 7534 工业用挥发性有机液体 沸程的测定[GB/T 7534—2004, ISO 4626:1980, Volatile organic liquids—Determination of boiling range of organic solvents used as raw materials, MOD]
- GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 工业用甲醇为无异臭味、无色透明液体,无可见杂质。

3.2 工业用甲醇应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度/Hazen 单位(铂-钴色号) $\leq$	5		10
密度(ρ_{20})/(g/cm ³)	0.791~0.792	0.791~0.793	
沸程(0℃,101.3 kPa,在 64.0℃~65.5℃ 范围内,包括 64.6℃ $\pm$ 0.1℃)/℃ $\leq$	0.8	1.0	1.5
高锰酸钾试验/min $\geq$	50	30	20
水混溶性试验	通过试验(1+3)	通过试验(1+9)	—
水的质量分数/% $\leq$	0.10	0.15	—
酸的质量分数(以 HCOOH 计)/% $\leq$	0.0015	0.0030	0.0050
或碱的质量分数(以 NH ₃ 计)/% $\leq$	0.0002	0.0008	0.0015
羰基化合物的质量分数(以 HCHO 计)/% $\leq$	0.002	0.005	0.010
蒸发残渣的质量分数/% $\leq$	0.001	0.003	0.005
硫酸洗涤试验/Hazen 单位(铂-钴色号) $\leq$	50		—
乙醇的质量分数/% $\leq$	供需双方协商		—

4 试验方法

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 的三级水。

分析中所用标准溶液、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 的规定进行。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.1 比重瓶法的规定进行。也可采用其他能满足分析要求的试验方法。在 15℃~35℃ 的范围内,试样密度的温度校正系数为 0.000 93 g/(cm³·℃)。比重瓶法为仲裁法。

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大于 0.000 5 g/cm³。

4.3 沸程的测定

按 GB/T 7534 的规定进行。蒸馏烧瓶:100 mL;温度计的示值范围为 50℃~70℃,分度值为 0.1℃。

4.4 高锰酸钾试验

按 GB/T 6324.3—1993 中 3.1 目视比色法的规定进行。其中试样量为 50 mL,温度控制在 15℃ $\pm$ 0.5℃。标准比色液有效期限为 3 个月。

4.5 水混溶性试验

按 GB/T 6324.1 的规定进行。选择试样与水混溶的比例分别为:1+3(优等品),1+9(一等品)。

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值不大于 0.01%。

4.7 酸度或碱度的测定

4.7.1 方法提要

试样用不含二氧化碳的水稀释,以溴百里香酚蓝为指示剂,试样呈酸性则用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸,试样呈碱性则用硫酸标准滴定溶液滴定游离碱。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$;

4.7.2.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{ mol/L}$;

4.7.2.3 溴百里香酚蓝指示液: 1 g/L ;

4.7.2.4 不含二氧化碳水。

4.7.3 仪器

滴定管: 10 mL , 分刻度为 0.05 mL 。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试样用等体积的不含二氧化碳水稀释, 加 $4\sim 5$ 滴溴百里香酚蓝指示液鉴别, 呈黄色为酸性反应, 测定酸度, 呈蓝色则为碱性反应, 测定碱度。

4.7.4.2 取 50 mL 不含二氧化碳水, 注入 250 mL 三角瓶中, 加 $4\sim 5$ 滴溴百里香酚蓝指示液。测定游离酸时, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色, 加入 50 mL 试样, 再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为浅蓝色, 保持 30 s 不褪色即为终点。测定游离碱时, 用硫酸标准滴定溶液滴定, 溶液由蓝色变为黄色, 保持 30 s 不褪色即为终点。

4.7.5 结果计算

酸度以甲酸(HCOOH)的质量分数 w_1 计, 数值以%表示; 碱度以氨(NH_3)的质量分数 w_2 计, 数值以%表示; 分别按式(1)和式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1/1\,000) \cdot c_1 \cdot M_1}{V \cdot \rho_t} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$w_2 = \frac{(V_2/1\,000) \cdot c_2 \cdot M_2}{V \cdot \rho_t} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液(4.7.2.1)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c_1 ——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);

M_1 ——甲酸的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1=46.02$);

ρ_t ——测定温度 t 时的甲醇试样的密度, 单位为克每立方厘米(g/cm^3);

V_2 ——硫酸标准滴定溶液(4.7.2.2)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c_2 ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M_2 ——氨的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_2=17.03$);

V ——试样的体积的数值, 单位为毫升(mL) ($V=50$)。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的相对偏差不大于 30% 。

4.8 羰基化合物含量的测定

按 GB/T 6324.6 的规定执行。其中用无羰基甲醇代替无羰基乙醇; 波长为 430 nm ; 羰基化合物标准溶液浓度为 $30\mu\text{g/mL}$ [以甲醛(HCHO)计]; 测定温度不得低于 8°C ; 测定结果以甲醛(HCHO)计。

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相对偏差不大于 20% 。

4.9 蒸发残渣含量的测定

按 GB/T 6324.2 规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0003% 。

4.10 硫酸洗涤试验

4.10.1 方法提要

在一定条件下, 试样与硫酸混合, 混合液与铂-钴标准比色溶液对比, 进行目视比色法测定。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 硫酸;

4.10.2.2 铂-钴标准比色溶液: 按 GB/T 3143 配制。

4.10.3 仪器

4.10.3.1 比色管: 50 mL ;

4.10.3.2 滴定管(带聚四氟乙烯旋塞):25 mL。

4.10.4 分析步骤

4.10.4.1 试验中所用的玻璃仪器不能含有与硫酸显色的物质。用重铬酸钾-硫酸洗液洗涤玻璃仪器,然后用水清洗,用清洁空气干燥或用与硫酸不显色的甲醇清洗。

4.10.4.2 取 30 mL 试样于 125 mL 三角瓶中,置于电磁搅拌器上,搅拌,匀速加入 25 mL 硫酸,硫酸加入时间为 $5\text{ min} \pm 0.5\text{ min}$,室温下放置 $15\text{ min} \pm 0.5\text{ min}$,移入比色管中。取另一支比色管,加入 50 mL 铂-钴标准比色溶液。在白色或镜面背景以上 50 mm~150 mm 轴向比色。

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 5 个铂-钴色号。

4.11 乙醇含量的测定

4.11.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使甲醇中的乙醇等杂质得到分离,用火焰离子化检测器检测。测定定量校正因子,根据内标法计算出乙醇的质量分数。

4.11.2 试剂和材料

4.11.2.1 无水乙醇;

4.11.2.2 异丙醇:色谱纯,内标物;

4.11.2.3 山梨醇:色谱固定液;

4.11.2.4 酸洗 6201 型担体:0.18 mm~0.25 mm;

4.11.2.5 甲醇:乙醇的质量分数不超过 0.001%,如果乙醇含量大于此量,应扣除本底;

4.11.2.6 氢气:体积分数不低于 99%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.11.2.7 氮气:体积分数不低于 99.95%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.11.2.8 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.11.3 仪器

4.11.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,灵敏度及稳定性符合 GB/T 9722—1988 中有关规定的任何型号的气相色谱仪。

4.11.3.2 色谱柱:固定相制备:称取 30 g 山梨醇,置于 600 mL 烧杯中,加入 300 mL 甲醇溶解。将烧杯放在水浴上微热,山梨醇溶解后,加入 70 g 酸洗 6201 型担体,轻微搅拌,待甲醇溶剂蒸发后,放入烘箱中干燥后筛分备用。色谱柱的装填和老化按 GB/T 9722—1988 中 7.1.3 和 7.1.4 的规定进行。

4.11.3.3 记录器:色谱数据处理机或记录仪;

4.11.3.4 微量注射器:10 μL 、100 μL 。

4.11.3.5 典型工作条件:本标准中推荐的色谱柱及典型工作条件见表 2,能达到同等分离程度的其他色谱柱及工作条件也可采用。典型色谱图见图 1 和典型保留时间见表 3。

表 2 色谱柱及典型工作条件

色谱柱长/柱内径	5 m~6 m/3 mm~4 mm
柱箱温度	100℃
汽化室温度	150℃
载气(氮气)流量	30 mL/min~40 mL/min
氢气流量	40 mL/min
空气流量	500 mL/min~600 mL/min
固定相	山梨醇:酸洗 6201=30:70
进样量	2 μL ~10 μL

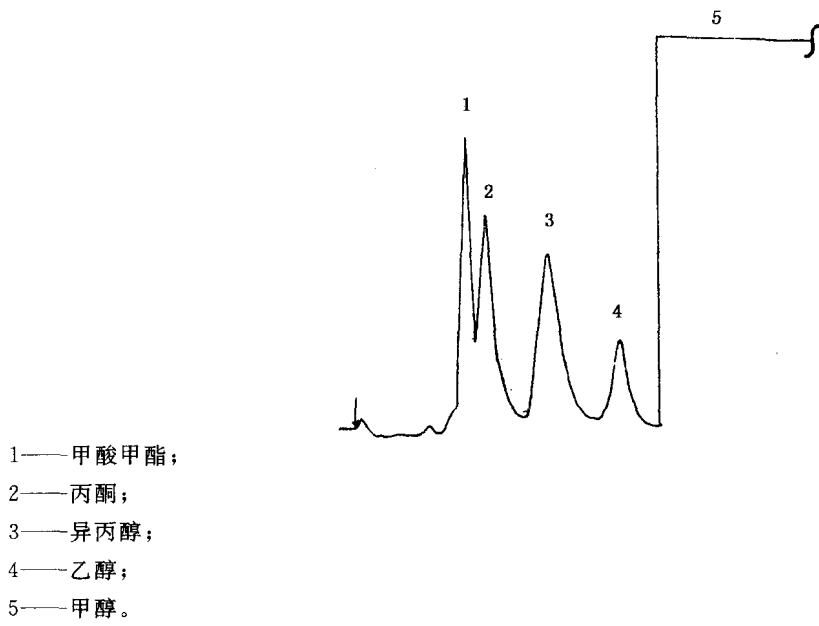


图 1 典型色谱图

表 3 典型保留时间

组分	二甲醚	甲酸甲酯	丙酮	异丙醇	乙醇
保留时间/min	2.3	3.0	3.5	4.9	6.8

4.11.4 分析步骤

4.11.4.1 异丙醇内标溶液制备:取 0.5 mL 异丙醇于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。

4.11.4.2 校正因子的测定:将 0.5 mL 乙醇注入干燥已知质量的 100 mL 容量瓶中,称量,乙醇质量为 m_1 ,用甲醇稀释至刻度后再称量,溶液质量为 m_2 ,此液为乙醇标准溶液。取 6 只干燥的 25 mL 容量瓶,各加入约 20 mL 甲醇,用微量注射器(或微量移液吸管)分别注入 100 μ L 异丙醇内标溶液和 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL 的乙醇标准溶液,用甲醇稀释至刻度、混匀,此溶液为校准用标准溶液(其中含有 0 mL 乙醇标准溶液的为空白溶液)。分别测定乙醇和异丙醇的色谱峰面积,再减去空白的乙醇峰面积,得到校正峰面积,然后,按式(3)计算定量校正因子(f'):

$$f' = \frac{m_1 V A_s \times 100}{m_2 A_i V_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——乙醇标准溶液中乙醇的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——乙醇标准溶液的质量的数值,单位为克(g);
- V ——乙醇标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- A_i ——乙醇的校正峰面积;
- A_s ——异丙醇峰面积;
- V_1 ——校准用标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=25$)。

由各定量校正因子求出平均定量校正因子($\bar{f}'$)。

4.11.4.3 试样的测定:取 1 只干燥的 25 mL 容量瓶,用微量注射器注入 100 μ L 异丙醇内标溶液,用试样稀释至刻度、摇匀。测定乙醇和异丙醇的峰面积。

4.11.5 结果计算

乙醇的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \bar{f}' \times A_i / A_s \dots\dots\dots (4)$$