

中国石油和化学工业联合会
全国化学标委会有机化工分会
全国化学标委会石油化学分会
中国质检出版社第二编辑室

编

化学工业 标准汇编

有机化工方法卷



中国质检出版社
中国标准出版社

化学工业标准汇编

有机化工方法卷

中国石油和化学工业联合会
全国化学标委会有机化工分会
全国化学标委会石油化学分会
中国质检出版社第二编辑室 编



中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

化学工业标准汇编. 有机化工方法卷/中国石油和
化学工业联合会等编. —北京: 中国标准出版社, 2011
ISBN 978-7-5066-6298-7

I. ①化… II. ①中… III. ①化学工业-标准-汇编
-中国②有机化工-标准-汇编-中国 IV. ①
TQ-65②TQ2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 189691 号

中国质检出版社
中国标准出版社 出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区复外三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
电话:(010)64275360 68523946
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 32.75 字数 962 千字
2011 年 10 月第一版 2011 年 10 月第一次印刷

*

定价 170.00 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)68510107

出版说明

本版《化学工业标准汇编 有机化工方法卷》包括通用方法和术语标准、产品方法标准。收录了截至 2011 年 8 月底发布的有机化工专业的国家标准 70 项和化工行业标准 2 项。

本汇编收集的标准的属性已在目录上标明,年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准或行业标准是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)。

本汇编目录中,标准号中括号内的年代号表示在该年度确认了该标准,但没有重新出版。

由于版权问题,与有机化工方法相关的石油化工的行业标准没有收录到本汇编中,仅在书后的附录中给出了相关的标准目录。

本汇编中的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位以及技术术语存在不尽相同的地方。在本次汇编时,没有对其作出修改,而只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处作了更正。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

编者

2011 年 9 月

目 录

一、通用方法和术语

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	3
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	9
GB/T 6324.3—2011	有机化工产品试验方法 第3部分:还原高锰酸钾物质的测定	15
GB/T 6324.4—2008	有机化工产品试验方法 第4部分:有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法	21
GB/T 6324.5—2008	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	27
GB/T 6325—1994(2004)	有机化工产品分析术语	34
GB/T 7531—2008	有机化工产品灼烧残渣的测定	45
GB/T 7532—2008	有机化工产品中重金属的测定 目视比色法	49
GB/T 7533—1993(2004)	有机化工产品结晶点的测定方法	53
GB/T 7534—2004	工业用挥发性有机液体 沸程的测定	59
GB/T 14827—1993(2004)	有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法	74

二、产品试验方法

GB/T 3391—2002	工业用乙烯中烃类杂质的测定 气相色谱法	81
GB/T 3392—2003	工业用丙烯中烃类杂质的测定 气相色谱法	89
GB/T 3393—2009	工业用乙烯、丙烯中微量氢的测定 气相色谱法	99
GB/T 3394—2009	工业用乙烯、丙烯中微量一氧化碳、二氧化碳和乙炔的测定 气相色谱法	107
GB/T 3396—2002	工业用乙烯、丙烯中微量氧的测定 电化学法	116
GB/T 3727—2003	工业用乙烯、丙烯中微量水的测定	123
GB/T 6014—1999	工业用丁二烯中不挥发残留物质的测定	130
GB/T 6015—1999	工业用丁二烯中微量二聚物的测定 气相色谱法	134
GB/T 6017—2008	工业用丁二烯纯度及烃类杂质的测定 气相色谱法	141
GB/T 6020—2008	工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定	151
GB/T 6022—2008	工业用丁二烯液上气相中氧的测定	161
GB/T 6023—2008	工业用丁二烯中微量水的测定 卡尔·费休库仑法	169
GB/T 6025—1999	工业用丁二烯中微量胺的测定	176
GB/T 7375—2006	工业用氟代甲烷类纯度的测定 气相色谱法	181
GB/T 7376—2008	工业用氟代烷烃中微量水分的测定	195
GB/T 7717.5—2008	工业用丙烯腈 第5部分:酸度、pH值和滴定值的测定	203
GB/T 7717.8—1994	工业用丙烯腈中总醛含量的测定 分光光度法	209
GB/T 7717.9—1994	工业用丙烯腈中总氰含量的测定 滴定法	212
GB/T 7717.10—2008	工业用丙烯腈 第10部分:过氧化物含量的测定 分光光度法	215
GB/T 7717.11—2008	工业用丙烯腈 第11部分:铁、铜含量的测定 分光光度法	225
GB/T 7717.12—2008	工业用丙烯腈 第12部分:纯度及杂质含量的测定 气相色谱法	233
GB/T 7717.15—1994	工业用丙烯腈中对羟基苯甲醚含量的测定 分光光度法	240

GB/T 7717.16—2009	工业用丙烯腈 第16部分:铁含量的测定	石墨炉原子吸收法	243
GB/T 7717.17—2009	工业用丙烯腈 第17部分:铜含量的测定	石墨炉原子吸收法	249
GB/T 8661—2008	塑料 苯乙烯-丙烯腈共聚物残留丙烯腈单体含量的测定	气相色谱法	255
GB/T 11141—1989	轻质烯烃中微量硫的测定	氧化微库仑法	264
GB/T 12688.1—2011	工业用苯乙烯试验方法 第1部分:纯度和烃类杂志的测定	气相色谱法	271
GB/T 12688.3—2011	工业用苯乙烯试验方法 第3部分:聚合物含量的测定		281
GB/T 12688.4—2011	工业用苯乙烯试验方法 第4部分:过氧化物含量的测定	滴定法	287
GB/T 12688.5—2011	工业用苯乙烯试验方法 第5部分:总醛含量的测定	滴定法	293
GB/T 12688.6—1990	工业用苯乙烯中微量硫的测定	氧化微库仑法	299
GB/T 12688.8—2011	工业用苯乙烯试验方法 第8部分:阻聚剂(对-叔丁基邻苯二酚)含量的测定	分光光度法	305
GB/T 12688.9—2011	工业用苯乙烯试验方法 第9部分:微量苯的测定	气相色谱法	311
GB/T 12700—1990	石油产品和烃类化合物 硫含量的测定	Wickbold 燃烧法	320
GB/T 12701—1990	工业用乙烯、丙烯中微量甲醇的测定	气相色谱法	335
GB/T 12717—2007	工业用乙酸酯类试验方法		341
GB/T 13255.1—2009	工业用己内酰胺试验方法 第1部分:50%水溶液色度的测定	分光光度法	357
GB/T 13255.2—2009	工业用己内酰胺试验方法 第2部分:结晶点的测定		363
GB/T 13255.3—2009	工业用己内酰胺试验方法 第3部分:高锰酸钾吸收值的测定	分光光度法	369
GB/T 13255.4—2009	工业用己内酰胺试验方法 第4部分:挥发性碱含量的测定	蒸馏后滴定法	375
GB/T 13255.5—2009	工业用己内酰胺试验方法 第5部分:290 nm 波长处吸光度的测定		381
GB/T 13255.6—2009	工业用己内酰胺试验方法 第6部分:酸度或碱度的测定		387
GB/T 13255.7—2009	工业用己内酰胺试验方法 第7部分:铁含量的测定		391
GB/T 13255.8—2009	工业用己内酰胺试验方法 第8部分:环己酮肟含量的测定		397
GB/T 13289—1991	工业用乙烯液态和气态采样法		402
GB/T 13290—1991	工业用丙烯和丁二烯液态采样法		407
GB/T 14571.1—1993	工业用乙二醇酸度的测定	滴定法	412
GB/T 14571.2—1993	工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定	气相色谱法	414
GB/T 14571.3—2008	工业用乙二醇中醛含量的测定	分光光度法	421
GB/T 14571.4—2008	工业用乙二醇紫外透光率的测定	紫外分光光度法	427
GB/T 17530.2—1998	工业丙烯酸酯纯度的测定	气相色谱法	434
GB/T 17530.3—1998	工业丙烯酸及酯色度的测定		444
GB/T 17530.4—1998	工业丙烯酸酯酸度的测定		447
GB/T 17530.5—1998	工业丙烯酸及酯中阻聚剂的测定		450
GB/T 17828—1999	工业用丁二烯中过氧化物含量的测定	滴定法	453
GB/T 19186—2003	工业用丙烯中齐聚物含量的测定	气相色谱法	459
GB/T 21541—2008	工业用氯代甲烷类产品纯度的测定	气相色谱法	465
GB/T 23961—2009	低碳脂肪胺含量的测定	气相色谱法	475
GB/T 24773—2009	乌索酸纯度的测定	高效液相色谱法	489
HG/T 2971—1999(2009)	工业甲胺水溶液试验方法		494
HG/T 3881—2006	乙酸钴、乙酸锰、氢溴酸混合催化剂溶液试验方法		501
附录	与有机化工方法相关的石油化工业标准目录		515



一、通用方法和术语





中华人民共和国国家标准

GB/T 6324.1—2004
代替 GB/T 6324.1—1986

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

Test method of organic chemical products—Part 1: Water miscibility test of liquid
organic chemical products

2004-03-15 发布

2004-12-01 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

GB/T 6324《有机化工产品试验方法》分为六个部分：

- 第1部分：液体有机化工产品水混溶性试验
- 第2部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定
- 第3部分：有机化工产品还原高锰酸钾物质的测定方法
- 第4部分：有机液体产品微量硫的测定 微库仑法
- 第5部分：有机化工产品中羰基化合物含量的测定 容量法
- 第6部分：有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定 光度法

本部分为 GB/T 6324 的第1部分。

本部分采用重新起草方法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 1722:1998《试验方法标准 水溶性溶剂的水混溶性》(英文版)。在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ASTM D 1722:1998 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ASTM D 1722:1998 时,本部分做了一些修改,技术性差异如下：

- 将 ASTM D 1722:1998 中 3.1 规定的试样与水混溶的比例 1:9 修改为对不同产品的样品选择合适的样品与水混溶的比例(本部分的第7章)。因为不同产品含有不同杂质,对样品与水混溶产生混浊程度的影响不同,不宜固定一个比例；
- 将 ASTM D 1722:1998 中 1.3 规定的试验温度为室温或供需双方专指的其他温度修改为试验温度为(20±1)℃(本部分的第7章)。因为温度对物质的溶解度有一定影响,为保证试验条件的一致性,本部分明确规定了试验温度。

本部分代替 GB/T 6324.1—1986《液体有机化工产品 水混溶性试验方法》。

本部分与 GB/T 6324.1—1986 相比主要变化如下：

- 增加了“术语和定义”及“方法的意义和应用”两章(见第3章和第5章)；
- 将本部分名称由“有机化工产品水溶性试验方法”修改为“有机化工产品试验方法 第1部分：液体有机化工产品 水混溶性试验方法”(见封面)；
- 将样品与水混溶的比例由“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”修改为“根据不同产品的样品所含的难溶于水的杂质及产品规格的要求,选择合适的样品与水混溶的比例。”(1986年版的第4章,本版的第7章)；
- 将结果的表述中“报告试样与蒸馏水混溶后澄清或微浑浊来表示试样测定结果”修改为“如果样品-水混合溶液如空白试液一样澄清或无混浊,报告样品为‘通过试验’。若检验是不澄明的或混浊的,报告‘试验不合格’”(1986年版的第5章,本版的第9章)；
- 规定了在产品标准使用本试验方法时,对“不澄明的或混浊的”定义可预先给出具体规定(见5.3)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

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

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本部分主要起草人：胡延风。

本部分于 1986 年 4 月首次发布。

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

1 范围

GB/T 6324 的本部分规定了定性检验液体有机化工产品中所含难溶于水的杂质的试验方法。
本部分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液体有机化工产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而构成本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6325—1994 有机化工产品分析术语

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)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于GB/T 6324 的本部分。

3.1

水混溶性试验 **water miscibility test**

在规定条件下，液体试样与水混合，观察浊度变化。

[GB/T 6325—1986, 定义 1.12]

3.2

澄明 **clear and bright**

本部分的“澄明”系指试验溶液的澄清度相同于作为空白试液的水。

4 方法提要

按确定比例量取一定体积的样品于比色管中，加水至 100 mL，检查混合溶液是否不澄明或混浊。

5 方法的意义和应用

5.1 能与水完全混溶的液体有机化工产品中常含有烷烃、烯烃、高级醇或酮、芳香烃等难溶于水的杂质，这些杂质可能影响液体有机化工产品多方面的用途，利用液体有机化工产品与这些杂质和水混溶性的差异，在规定条件下，定性检验其中是否含有难溶于水的杂质。

5.2 当产品标准使用本试验方法时，其结果可以作为产品标准的规格。

5.3 对于“不澄明的或混浊的”解释对不同的化工产品可在产品标准或供需合同中预先给出具体规定。

6 试剂

水，GB/T 6682，三级。

7 仪器

7.1 比色管：容量 100 mL，有刻度，无色透明玻璃材质，具玻璃磨口塞；

7.2 恒温装置:能使温度控制在 $(20\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴、恒温室等。

8 试验方法

根据不同产品的样品所含的难溶于水的杂质及产品规格的要求,选择合适的样品与水混溶的比例。

按确定的比例,量取一定体积的样品注入清洁、干燥的比色管中,缓缓加水至 100 mL 刻度,盖紧塞子,充分摇匀,静置至所有气泡消失。将比色管置于 $(20\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的恒温装置中(当使用恒温水浴时,应使水面高于比色管中试验溶液液面)30 min。

加 100 mL 水到另一支材质相同的 100 mL 比色管中作为空白试液。

30 min 后将比色管从恒温装置中取出,擦干比色管外壁,在黑色背景下轴向比较样品-水混合溶液与空白试液。如使用人工光源,应使光线横向通过比色管。

9 结果的表述

如果样品-水混合溶液如空白试液一样澄明或无混浊,报告样品为“通过试验”。若检验是不澄明的或混浊的,报告“试验不合格”。

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ASTM D 1722:1998 章条编号对照表

A.1 本标准章条编号与 ASTM D 1722:1998 章条编号对照表见表 A.1。

表 A.1

本部分章条编号	对应的 ASTM D 1722:1998 章条编号
1	1
2	2
3	—
4	3
5	4
6	6
7	5
8	7
9	8
—	9



中华人民共和国国家标准

GB/T 6324.2—2004
代替 GB/T 6324.2—1986

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

Test method of organic chemical products—Part 2:
Determination of dry residue after evaporation on a water bath
for volatile organic liquids

(ISO 759:1981, Volatile organic liquids for industrial use—
Determination of dry residue after evaporation on a water bath—
General method, MOD)

2004-03-15 发布

2004-12-01 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

GB/T 6324《有机化工产品试验方法》分为如下几部分：

- 第 1 部分：液体有机化工产品水混溶性试验
- 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定
- 第 3 部分：有机化工产品还原高锰酸钾物质的测定方法
- 第 4 部分：有机液体产品微量硫的测定 微库仑法
- 第 5 部分：有机化工产品中羰基化合物含量的测定 容量法
- 第 6 部分：有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定 光度法

本部分为 GB/T 6324 的第 2 部分。

本部分采用重新起草方法修改采用国际标准 ISO 759:1981《工业用挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣的测定 通用方法》(英文版)。在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 759:1981 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 759:1981 时,本部分做了一些修改,主要差异为删除了 ISO 759:1981 的第 8 章试验报告。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 6324.2—1986 相比主要变化如下：

- 增加了“警告”的内容和采样一章(见本版的警告和第 5 章)；
- 将本部分适用于蒸发残渣量不小于 5 mg/kg 的挥发性有机液体修改为适用于蒸发残渣量不小于 10 mg/kg[0.001(mg/mL)]的挥发性有机液体(1986 年版的第 1 章,本版的第 1 章)；
- 将蒸发皿在烘箱中加热 1 h 取出,放入干燥器中冷却 45 min 后称量,重复上述操作至质量恒定修改为蒸发皿在烘箱中加热 2 h 取出,放入干燥器中冷却至周围环境温度后称量,(1986 年版的第 4 章,本版的第 6 章)；
- 将有残渣的蒸发皿在烘箱中加热 2 h 取出,放入干燥器中冷却 45 min 后称量,再放入烘箱中加热 1 h,放入干燥器中冷却 45 min,称量至质量恒定修改为将有残渣的蒸发皿在烘箱中加热 2 h 取出,放入干燥器中冷却至周围环境温度后称量,重复上述操作至质量恒定(1986 年版的第 4 章,本版的第 6 章)；
- 结果计算所用试样密度由 20℃下的修改为试验温度下的密度(1986 年版的第 5 章,本版的第 7 章)；
- 结果计算增加了毫克每升(mg/L)、毫克每公斤(mg/kg)、毫克每 100 毫升(mg/100 mL)的表示方法(见第 7 章)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会有机分会(CSBTS/TC 63/SC 2)归口。

本部分起草单位：中国石化股份有限公司北京化工研究院。

本部分主要起草人：胡延风。

本部分于 1986 年 4 月首次发布。

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

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

需要注意的是，许多产物有挥发、易燃、反应或毒害等潜在危险；有些溶剂和化学中间体如醚、不饱和物和物在贮放中可能会形成过氧化物，过氧化物的存在会引起强烈爆炸的危险。因此，在应用本试验方法时，要慎重地考虑到消除这些潜在危险的预防措施。

另外，所有操作应在具有充分通风的橱柜中进行。

1 范围

GB/T 6324 的本部分规定了挥发性有机化工液体产品在水浴上蒸发后干残渣测定的通用试验方法。

本部分适用于蒸发残渣量大于等于 10 mg/kg[质量分数为 0.001%]的挥发性有机液体。如果蒸发残渣量小于 10 mg/kg[质量分数为 0.001%]可适当增加取样量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而构成本标准的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

3 方法提要

将试样在水浴上蒸发至干后，于烘箱中 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒量。

4 仪器

- 4.1 铂、石英或硅硼酸盐玻璃蒸发皿，容积约 150 mL；
- 4.2 恒温水浴：能使温度控制在试验样品沸点的附近；
- 4.3 烘箱：可控温在 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$

5 采样

- 5.1 试样的采取和针对个别产品的制样，在相应产品标准中规定。
- 5.2 实验室样品应储存在清洁、干燥、有玻璃磨口塞的玻璃容器中，使样品充满。如有需要，应仔细密封容器，防止任何污染样品的危险。

6 试验方法

将蒸发皿放入烘箱中，于 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下加热 2 h，放入干燥器中冷却至周围环境温度，称量，精确至 0.1 mg。

移取 (100 ± 0.1) mL 试样于已恒量的蒸发皿中，放于水浴上，维持适当温度，在通风橱中蒸发至干。