

ICS 71.080.60

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用正丙醇

n-propanol for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：宁波巨化化工科技有限公司、南京荣欣化工有限公司、长连化工（盘锦）有限公司、鲁西化工集团、大连化工（江苏）有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心

本文件主要起草人：周强、江南、张铎耀、董宝田、夏林兵、刘万伟、张晶晶、毕静利、王志伟、冯庆霞、刘宇、张长安、姚建国

工业用正丙醇

警示——本文件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。

1 范围

本文件规定了工业用正丙醇的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于通过丙醛或烯丙醇加氢方法制得的工业用正丙醇，主要用作有机合成中间体、涂料、溶剂、杀菌剂等方面。

分子式： C_3H_8O

结构简式：



相对分子质量：60.10（按 2022 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）
- GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定
- 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 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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB 13690 化学品分类和危险性公示 通则
- GB 15258 化学品安全标签编写规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用正丙醇的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 工业用正丙醇技术要求

| 项 目 | 指 标 | | |
|------------------|--------------|---------|---------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 外观 | 无色透明液体，无可见杂质 | | |
| 正丙醇含量，w/% | ≥ 99.8 | 99.5 | 99.0 |
| 色度(铂-钴色号)/号 | ≤ 10 | 10 | 15 |
| 密度(20℃)/(g/L) | 803~804 | 803~805 | 803~807 |
| 水分，w/% | ≤ 0.05 | 0.10 | 0.15 |
| 酸度(以乙酸计)，w/% | ≤ 0.003 | 0.005 | 0.010 |
| 羰基含量(以 CO 计)，w/% | ≤ 0.02 | 0.02 | 0.05 |

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

5.1 一般规定

除非另有规定，本文件所用试剂和水，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。本文件所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

5.2 外观的测定

取适量样品，置于具塞比色管中，在自然光或日光灯下目测观察。

5.3 正丙醇含量的测定

5.3.1 方法概述

采用气相色谱法，在选定的工作条件下，试样经汽化后，通过毛细管色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器(FID)检测，用校正面积归一化法定量。

5.3.2 试剂与材料

5.3.2.1 标准试剂：苯、丙酸正丙醇、2-甲基戊醇，用于配制标准溶液的杂质组分，各标准试剂的纯度(质量分数)不低于 99.0%，否则配制标液时按各试剂实际纯度计算。

5.3.2.2 正丙醇：用作测定校正因子的空白溶剂，纯度(质量分数)不低于 99.95%。

5.3.2.3 氮气：体积分数不低于 99.995%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.4 氢气：体积分数不低于 99.995%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.5 空气：无油，经硅胶与分子筛充分干燥、净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，灵敏度及稳定性应符合GB/T 9722的规定。

5.3.3.2 记录装置：积分仪或色谱工作站。

5.3.3.3 分析天平：感量0.0001 g。

5.3.3.4 容量瓶：100 mL。

5.3.3.5 微量注射器：1 μL、10 μL、200 μL。

5.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的分离柱和典型色谱操作条件见表2。典型色谱图和各组分保留时间参见附录A，其他能达到同等分离效果的色谱柱及操作条件均可使用。

表2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

| 项 目 | 参 数 |
|-----------------------------------|---|
| 色谱柱固定相 | 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷 |
| 柱长×柱内径×液膜厚度 | 60 m×0.32 mm×1.8 μm |
| 柱温程序 | 初温 40 °C，保持 10 min，以 5 °C/min 的升温速率升至 150 °C，再以 15 °C/min 的升温速率升至 220 °C，保持 8 min |
| 汽化室温度/°C | 250 |
| 检测器温度/°C | 300 |
| 载气 (N ₂) 流量/ (mL/min) | 4.91 |
| 分流比 | 50 : 1 |
| 进样量/μL | 0.4 |

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 相对质量校正因子的测定

5.3.5.1.1 校准溶液的配制

称取100 mL带隔垫的螺纹口瓶的质量，精确至0.01 g。打开瓶盖及隔垫，加入液体本底样品正丙醇，加入量约100 g，盖上隔垫及瓶盖，再次称量。两次称量之差即为加入的正丙醇的质量m。

用称量法配制正丙醇加待测杂质（5.3.2.1）的校准溶液，各组分的称量精确至0.0001g，各组分含量计算精确至0.0001%，所配制的各杂质含量与待测样品组成接近。

5.3.5.1.2 相对质量校正因子的测定

在选定的色谱条件下，对配制的校准溶液（5.3.5.1.1）和正丙醇空白溶液（5.3.2.2）进行测定，平行测定三次，且连续三次峰面积相对标准偏差不大于5%，并记录各色谱峰的峰面积。

5.3.5.1.3 相对质量校正因子的计算

各杂质的相对质量校正因子 f_i ，按公式（1）计算：

$$f_i = \frac{A \times m_i}{(A_i - A_{ib}) \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f_i ——各杂质的相对质量校正因子（正丙醇的质量校正因子为 1.000）;

A ——校准溶液中正丙醇的峰面积;

m_i ——校准溶液中各杂质的质量，单位为克（g）;

A_i ——校准溶液中各杂质的峰面积;

A_{ib} ——正丙醇空白溶液中各杂质三次测定峰面积的平均值;

m ——校准溶液中正丙醇的质量，单位为克（g）。

取三次平行测定结果的算术平均值为分析结果，三次平行测定结果的相对偏差不大于 5%。

注：若客户对苯没有要求，可以不加苯。

5.3.5.2 试样的测定

按照表 2 推荐的色谱操作条件，对正丙醇试样进行测定，记录所有杂质和正丙醇的峰面积。

5.3.6 结果计算

试样中正丙醇的含量 w_R ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_R = \frac{A_R f_R}{\sum A_i f_i} \times (100 - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_R ——正丙醇的峰面积;

f_R ——正丙醇的相对质量校正因子;

A_i ——各组分的峰面积;

f_i ——各组分的相对质量校正因子;

$w_{\text{水}}$ ——试样中水分含量（质量分数），%。

注：未知组分的相对质量校正因子可按已知最大值计算。

5.3.7 允许误差

在重复性条件下，取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.4 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

5.5 密度的测定

按GB/T 4472-2011中4.3.3密度计法进行测定。

5.6 水分的测定

按GB/T 6283中的直接电量滴定法的规定进行测定。进样量约为2 g。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5%。

5.7 酸度（以乙酸计）的测定

5.7.1 方法概述

样品与等体积的水混合后，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的酸，以酚酞指示剂变色指示滴定终点，根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算试样中的酸度。

5.7.2 试剂与材料

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

5.7.2.2 酚酞指示剂： 10 g/L 。

5.7.2.3 无二氧化碳的水。

5.7.3 仪器与设备

5.7.3.1 量筒： 50 mL 。

5.7.3.2 锥形瓶： 250 mL 。

5.7.3.3 微量滴定管： 2 mL ，分度值为 0.02 mL 。

5.7.4 分析步骤

用量筒取 50 mL 水(5.7.2.3)于锥形瓶(5.7.3.2)中，加入 0.5 mL 的酚酞指示剂(5.7.2.2)，用氢氧化钠标准滴定溶液(5.7.2.1)滴定至溶液呈粉红色为终点(不计体积)。用量筒取 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(5.7.2.1)滴定至终点。记录滴定样品所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积。

5.7.5 结果计算

酸度 w (以乙酸计)，用% (质量分数)表示，按式(3)计算：

$$w = \frac{(V/1000) \times c \times M}{50 \times (\rho/1000)} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——试样滴定所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

ρ ——在测定温度下试样的密度，单位为克每升(g/L)；

50 ——试样的体积，单位为毫升(mL)；

M ——乙酸的摩尔质量(60.05)，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.8 羧基含量(以CO计)的测定

按GB/T 6324.5规定的方法进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章的全部项目为型式检验项目，其中外观、正丙醇质量分数、色度、酸度、密度、水分作为出厂检验项目。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满半年时；
- d) 停产半年以上，恢复生产时；

e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

6.2 组批

产品以连续生产或同一班组生产的同等质量的产品为一批，也可以一贮槽或一反应釜为一批。

6.3 采样

产品采样按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。取样量不得少于1000 mL。将样品混合均匀后，分装于两个清洁干燥的磨口玻璃瓶中，盖好封严。瓶上粘贴标签，标签上注明：产品名称、批号、产品等级、取样日期、取样人。一瓶由质量检测部门检验，另一瓶留样备查。

6.4 判定

检验结果的判定按GB/T 8170中规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果如有一项指标不符合本文件的要求，则应重新采两倍量的样品进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

根据GB 13690规定的分类原则，正丙醇属于易燃液体，其标签的编写应符合GB 15258的规定，其危险性标志¹⁾应符合GB 190的要求。

每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：产品名称、等级、生产厂名称、厂址、批号或生产日期、本文件编号等。

7.2 包装

工业用正丙醇应使用干燥、清洁的钢桶，如镀锌桶和烤漆桶，或槽罐密闭包装。在满足安全要求的情况下，也可按客户需要进行包装。

7.3 运输

运输应遵守危险化学品运输的相关规定，小心轻放，避免碰撞，避免日晒雨淋。

7.4 贮存

产品应贮存在清洁、干燥、通风的场所，避免日晒雨淋、远离火源、热源。

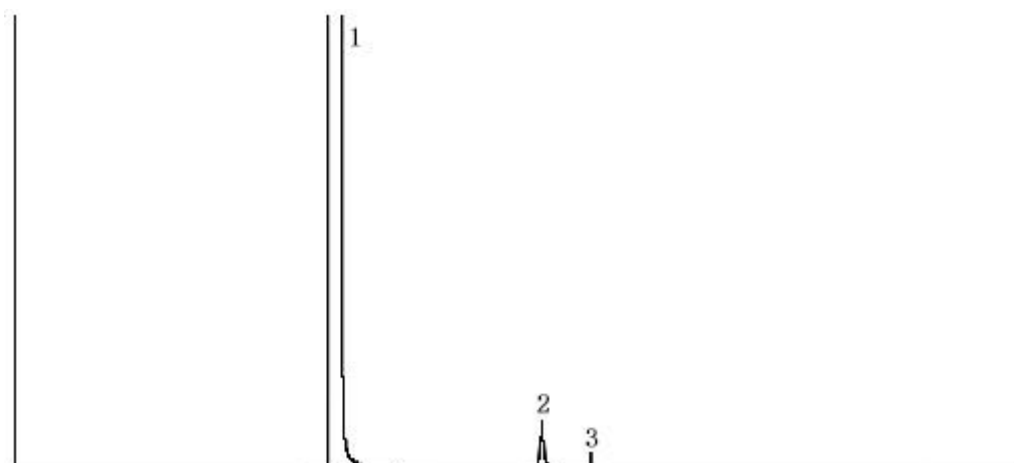
1) 工业用正丙醇安全信息的内容参见附录B。

附录 A
(资料性)

工业用正丙醇典型色谱图和各组分保留时间

A.1 工业用正丙醇典型色谱图

工业用正丙醇典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1——正丙醇；
2——丙酸正丙醇；
3——2-甲基戊醇。

图 A.1 工业用正丙醇典型色谱图

A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

| 序号 | 组分名称 | 保留时间/min |
|----|--------|----------|
| 1 | 正丙醇 | 3.207 |
| 2 | 丙酸正丙醇 | 5.232 |
| 3 | 2-甲基戊醇 | 5.707 |

附 录 B
(资料性)
安全信息

B.1 危险警告

工业用正丙醇为无色透明液体，溶于水、乙醇、乙醚，沸点：97 °C，闪点：15 °C。接触高浓度蒸气易出现头痛、倦睡、共济失调以及眼、鼻、喉刺激症状。误服可致恶心、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。

B.2 安全措施

接触本产品时，应该佩戴过滤式防毒面具（半面罩），戴安全防护眼镜，穿防静电工作服，戴乳胶手套。皮肤接触时，应立即脱去污染的衣服，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤；眼睛接触时，应提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗，并及时就医；吸入时，应迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅，如呼吸困难，给输氧，如呼吸停止，立即进行人工呼吸，并及时就医；误服应饮足量温水，催吐、洗胃、就医。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn