

中华人民共和国国家标准

GB 4649—93

工业用乙二醇

代替 GB 4649—84

Ethylene glycol for industrial use —Specification

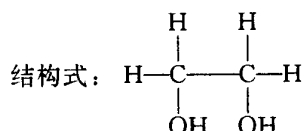
1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇的技术条件、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于乙烯直接氧化得到环氧乙烷再经水合制成的乙二醇。

本产品主要作为生产聚酯、醇酸树脂的单体及电解电容器的电解液。此外还可用作抗冻剂、增塑剂、溶剂等。

分子式: $C_2H_6O_2$



相对分子质量: 62.069(按 1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂—钴色号)
- GB/T 4472 化工产品密度、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 6680 液体化工产品采样通则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531 有机化工产品灰分的测定
- GB/T 7534 工业用挥发性有机液体沸程的测定
- GB 10479 铝制铁道罐车技术条件
- GB/T 14571.1—93 工业用乙二醇酸度的测定 滴定法
- GB/T 14571.2—93 工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量测定 气相色谱法
- GB/T 14571.3—93 工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法
- SH/T 1053 工业用二乙二醇沸程的测定

3 技术要求

工业用乙二醇应符合表 1 规定的物理、化学指标,并按本标准规定的试验方法检验。

表 1

指标名称	指 标		
	优级品	一级品	合格品
外 观	无色透明 无机械杂质	无色透明 无机械杂质	无色或微黄色 无机械杂质
色度(铂-钴) 加热前,号 ≤	5	15	40
加盐酸加热后,号 ≤	20	—	—
密度(20℃),g/cm ³	1.112 8~1.113 8	1.112 5~1.114 0	1.112 0~1.115 0
沸程(在 0℃,0.10133MPa)			
初馏点,℃ ≥	196	195	193
干 点,℃ ≤	199	200	204
水分,% ≤	0.1	0.2	—
酸度(以乙酸计),% ≤	0.002	0.005	0.01
铁含量(以 Fe 计),% ≤	0.000 01	0.000 5	—
灰分,% ≤	0.001	0.002	—
二乙二醇和三乙二醇,% ≤	0.1	1.0	—
醛含量(以甲醛计),% ≤	0.001	—	—
紫外透光率,%			
220 nm ≥	70	—	—
275 nm ≥	90	—	—
350 nm ≥	98	—	—

注：紫外透光率仅对供出口的优级品测定。

4 试验方法

4.1 外观测定

取 50~60 mL 乙二醇试样,置于清洁、干燥的 100 mL 比色管中,在日光或日光灯透射下,直接目测。

如有争议时,取 100 g 试样,用已恒重的 4 号玻璃滤坩抽滤,抽滤速度应控制在使滤液呈滴状,再用蒸馏水洗涤 4~5 次,每次用量约 20 mL。然后,移入烘箱中,在 105~110℃ 下烘至恒重。其增量不大于 1 mg 时,认为无机械杂质。

4.2 色度测定

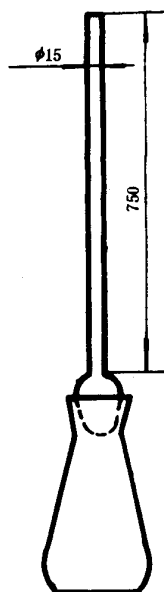
4.2.1 加热前色度测定

按 GB/T 3143 的规定进行,采用 100 mL 比色管。

4.2.2 加盐酸加热后色度测定

4.2.2.1 仪器、器皿与试剂

- a. 可调电炉。
- b. 移液管:1 mL。
- c. 标准磨口锥形瓶:250 mL。
- d. 玻璃毛细管:直径约 1 mm,长约 10 mm,用盐酸煮沸,然后用蒸馏水洗净,烘干。
- e. 标准磨口空气冷却管,见图。



标准磨口空气冷却管图

- f. 盐酸:优级纯。

4.2.2.2 测定步骤

取 100 mL 试样置于锥形瓶中,用移液管加入盐酸 1 mL,放入 2~3 根玻璃毛细管,将锥形瓶与空气冷却管连接。预热电炉 5 min,然后把带有空气冷却管的锥形瓶置于电炉上,调整电压使试液在 5 min 达到沸腾,煮沸 30s。取下锥形瓶(仍带空气冷却管),冷却 1h。

色度测定同 4.2.1。

4.2.3 重复性

本方法测定下限为 5 个色度号,重复测定结果的差值应不大于 2 个色度号。

4.3 密度测定

按 GB/T 4472 中 2.3.1 条规定进行,采用 50 cm³ 比重瓶。测定密度时可在室温 15℃ 至 40℃ 范围内进行,并按式(1)校正到 20℃ 时的试样密度 ρ_{20} (g/cm³)。

$$\rho_t = \frac{(m_2 - m_1) + A}{(m_3 - m_1) + A} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$A = 0.0012(m_3 - m_1) \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$\rho_{20} = \rho_t + 0.00070(t - 20) \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——比重瓶质量, g;
 m_2 ——比重瓶加试样质量, g;
 m_3 ——比重瓶加水的质量, g;

A ——浮力校正值；

0.001 2——20℃时空气密度, g/cm^3 ；

ρ_t ——室温为 t 时测定的试样密度值, g/cm^3 ；

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ ——温度 t 时水的密度(见表 2), g/cm^3 ；

t ——测定试样密度时的温度, $^{\circ}\text{C}$ ；

0.000 70——15℃至 40℃范围内每增减 1℃时乙二醇密度校正值。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为：两次重复测定结果的差值应不大于 0.000 2 g/cm^3 (95%置信水平)。

表 2 不同温度下水的密度值

温度, $^{\circ}\text{C}$	密度, g/cm^3	温度, $^{\circ}\text{C}$	密度, g/cm^3
15	0.999 1	28	0.996 3
16	0.999 0	29	0.996 0
17	0.998 8	30	0.995 7
18	0.998 6	31	0.995 4
19	0.998 4	32	0.995 1
20	0.998 2	33	0.994 7
21	0.998 0	34	0.994 4
22	0.997 8	35	0.994 1
23	0.997 6	36	0.993 7
24	0.997 3	37	0.993 4
25	0.997 1	38	0.993 0
26	0.996 8	39	0.992 6
27	0.996 5	40	0.992 2

4.4 沸程测定

按 GB/T 7534 的规定进行。热源采用 500W 电炉或煤气灯, 主温度计采用标有 150~220℃刻度值、分度值为 0.1℃的棒状玻璃温度计, 感温泡顶端距第一条刻度线的距离至少 100 mm。

重复性为：两次重复测定结果的差值, 初馏点应不大于 0.5℃, 干点应不大于 0.4℃ (95%置信水平)。

也允许采用 SH/T 1053 所规定的装置进行测定。

4.5 水分测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为：当水分在 0.02%~0.1%范围时, 两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 15%；当水分大于 0.1%时, 两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 10% (95%置信水平)。

4.6 酸度的测定

按 GB/T 14571.1 的规定进行测定。

4.7 铁含量的测定

按 GB/T 3049 的规定进行。但绘制标准曲线和样品测定时,均需采用 100 mL 容量瓶或 100 mL 比色管,并采用 3 cm(或 5 cm)比色皿。取样量为 80 g 左右。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为:当铁含量 $\leq 0.000\ 05\%$ 时,两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 15%;当铁含量 $> 0.000\ 05\%$ 时,两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 10%(95%置信水平)。

4.8 灰分的测定

按 GB/T 7531 的规定进行。采用 100 mL 瓷坩埚,取样量 80 g 左右,灼烧温度为 800℃。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为:两次重复测定结果的差值应不大于 0.000 5%(95%置信水平)。

4.9 二乙二醇和三乙二醇含量的测定

按 GB/T 14571.2 的规定进行测定。

4.10 醛含量的测定

按 GB/T 14571.3 的规定进行测定。

4.11 紫外透光率测定

4.11.1 仪器与试剂

4.11.1.1 紫外分光光度计:以氢灯或氘灯作光源,在 190~350 nm 波长范围内透光率测量误差应不超过 1%。

注:仪器波长和透光率的精确度是保证有效测量的关键,特别在 220 nm 处,因为此处的透光率曲线斜率较大。

4.11.1.2 石英比色皿:光径 1 cm。

4.11.1.3 蒸馏水:符合 GB 6682—86 规定的一级水要求。

4.11.2 测定步骤

4.11.2.1 仔细清洗所用的石英比色皿(不能使用丙酮),按照仪器规定操作步骤校验比色皿的同一性。

4.11.2.2 在参考池内注入蒸馏水,在试样池内注入待测的乙二醇试样。测量 220 nm、275 nm、350 nm 三个波长条件下的透光率。必要时,需对测得的透光率进行比色皿差异和仪器基线漂移的校正。

5 检验规则

5.1 乙二醇应由生产厂的技术检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求,并应附有一定格式的质量证明书。

5.2 乙二醇产品采样按 GB/T 6680 液体化工产品采样通则进行。槽车取样,整列槽车除在首车、尾车取样外,其余每 4 辆车中取一份样。如整列车在 7 辆以下,则取样数应不少于 3 辆。

5.3 密度、铁含量、灰分定期测定,每月不少于 1 次。

5.4 当用户要求测定氯化物含量时,测试方法见附录 A,氯化物含量(以 Cl 计)应不大于 0.5 ppm。

5.5 用户可按照本标准规定的检验规则和试验方法,在收到乙二醇 7 天之内检查质量是否符合本标准的要求。

5.6 如果检验结果不符合本标准要求,应加倍取样复查。复查结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则该批乙二醇不予验收。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 乙二醇应装入铝制或不锈钢容器的铁路槽车(符合 GB 10479 铝制铁道槽车技术条件)或船舱中,槽车或船舱应标明“乙二醇专用”。

6.2 在有残余液的铁路槽车或船舱中装入乙二醇之前,必须按本标准要求对残余液进行检验。若残余液符合本标准,可往槽车或船舱中装入乙二醇产品;若不符合本标准,则应将残余液排出,清洗槽车或船

舱,再用蒸汽处理,并使其干燥后方可装入乙二醇产品。

6.3 每批出厂产品应附有质量证明书,内容包括:产品名称、生产厂名、产品等级、批号、商标、检验日期、符合本标准要求的质量指标及本标准编号。

6.4 乙二醇为吸水性物质,在贮存、运输过程中应保持包装容器的密闭性。

7 安全要求

7.1 乙二醇具有一定毒性,在操作区域内,空气中最大允许浓度不超过 5 mg/m^3 。采样现场要求具有良好的通风条件,洒在地上或设备上的乙二醇应用大量水冲洗。

7.2 消防器具:生产装置应按有关规程配备各种灭火设备。灭火时应采用细雾化水、泡沫或惰性气体。

附录 A
氯化物含量的测定
(补充件)

A1 方法原理

试样中氯离子与硝酸银反应,生成白色氯化银沉淀,然后与标准溶液进行比浊。

A2 仪器与试剂

A2.1 恒温水浴。

A2.2 磨口比色管:25 mL。

A2.3 氯化钠:基准试剂。

A2.4 氨水。

A2.5 硝酸。

A2.6 硝酸银:5%(m/m)水溶液;按 GB 601—88 配制和贮存。

A2.7 氯标准溶液:

A2.7.1 氯标准溶液 A:称取在 500~600℃灼烧至恒重的氯化钠(A2.3)0.1649 g,溶于水中,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含氯 0.1 mg。

A2.7.2 氯标准溶液 B:用移液管吸取 5 mL 氯标准溶液 A 置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含氯 0.005 mg。

A3 测定步骤

A3.1 取 2 支磨口比色管(A2.2),其中一支加入 4.5 mL 乙二醇试样,另一支加入 0.5 mL 氯标准溶液 B。

A3.2 在上述比色管中分别加入氨水(A2.4)1.5 mL,摇匀,在 70~80℃恒温水浴中加热 15 min,冷却后加硝酸(A2.5)3 mL,硝酸银溶液(A2.6)1 mL,用水稀释至刻度,摇匀后静置 2 min,在黑色底板上观察,试样的混浊度应不大于含氯标准溶液的混浊度。

附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由全国石油化学标准化技术委员会归口。

本标准由北京燕山石油化工公司化工一厂负责起草。

本标准主要起草人李振杰、王年松、黄意渊、薛琳、吕兰景。

本标准参照采用原苏联国家标准 ГOCT 19710—83《乙二醇技术条件》。