



中华人民共和国国家标准

GB/T 34686—2017

工业用丁二酸

Succinic acid for industrial use

2017-11-01 发布

2018-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:山东飞扬化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:郑鹏、姜伟、黄煜、郑伟、安秀、韦兴鹏、杜学梅。

工业用丁二酸

1 范围

本标准规定了工业用丁二酸的要求、试验方法、检验规则及标识、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以顺丁烯二酸酐为原料经电解法制得的工业用丁二酸。

分子式: $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$

结构式: $\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{COOH} \\ | \\ \text{CH}_2-\text{COOH} \end{array}$

相对分子质量: 118.09 (按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/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 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- 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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固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 7532 有机化工产品中重金属的测定 目视比色法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法

3 要求

3.1 外观:常温下白色结晶体或粉末状,无可见杂质。

3.2 工业用丁二酸应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
1,4-丁二酸, $w/\%$	≥ 99.7	≥ 99.5	≥ 99.5
水分, $w/\%$	≤ 0.40	≤ 0.40	≤ 0.50
熔点范围/ $^{\circ}\text{C}$	185~188	185~188	184~188
铁, $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.001	≤ 0.002
氯化物(以 Cl^- 计), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005	≤ 0.005
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计), $w/\%$	≤ 0.01	≤ 0.03	≤ 0.05
易氧化物/(mL / g)	≤ 0.40	≤ 0.50	≤ 0.60
重金属(以 Pb 计), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.003	≤ 0.005
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.010	≤ 0.010	≤ 0.025

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些试验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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

取适量实验室样品于一张白纸上,在自然光下目视观察。

4.3 丁二酸含量的测定

4.3.1 方法提要

采用酸碱滴定法,以酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定丁二酸样品,通过消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算丁二酸含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 无二氧化碳的水。

4.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

称取试样 1.0 g,精确至 0.000 1 g,溶于 50 mL 无二氧化碳的水中,加酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2)滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s 不褪色即为终点,同时做空白试验。

4.3.4 结果计算

丁二酸的质量分数 w , 按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times M \times (V - V_0)}{2 \times 1\,000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2)的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——丁二酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4) = 118.09$];

V ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2)体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

2 ——换算系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 0.05%。

4.4 水分的测定

水分的测定采用卡尔·费休电量法,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报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 5%。

4.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617 的规定进行。

4.6 铁含量的测定

称 50.0 g 样品至 250 mL 烧杯中加热溶解,洗入 500 mL 容量瓶,用无二氧化碳的水定容,吸取 10 mL 移入 25 mL 比色管中作为样品溶液。其余按 GB/T 9739 的规定进行。

4.7 氯化物的测定

称 50.0 g 样品至 250 mL 烧杯中加热溶解,洗入 500 mL 容量瓶,用无二氧化碳的水定容,吸取 10 mL 移入 25 mL 比色管中作为样品溶液。其余按 GB/T 9729 的规定进行。

4.8 硫酸盐的测定

4.8.1 方法提要

在盐酸介质中,钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液浑浊,工业用丁二酸硫酸盐的测定采用目视比浊法。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 无二氧化碳的水。

4.8.2.2 95%乙醇。

4.8.2.3 盐酸溶液:20%。

4.8.2.4 氯化钡溶液:250 g/L。

4.8.2.5 硫酸盐标准溶液:0.1 mg/mL。

4.8.3 分析步骤

称 50.0 g 样品至 250 mL 烧杯中加热溶解,洗入 500 mL 容量瓶,用无二氧化碳的水定容,吸取

10 mL 移入 25 mL 比色管中,依次加入 5 mL 95%乙醇,1 mL 盐酸溶液,3 mL 氯化钡溶液,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min,溶液所呈浊度与标准比浊液比较。若浊度低于优等品标准比浊液,则判定结果为 ≤ 0.01 ,若浊度深于优等品标准比浊液低于一等品标准比浊液,则判定结果为 ≤ 0.03 ,若浊度深于一等品标准比浊液低于合格品标准比浊液,则判定结果为 ≤ 0.05 ,若浊度深于合格品标准比浊液,则判定结果为不合格品。

标准比浊液是按优等品、一等品、合格品用移液管分别移取 1 mL、3 mL、5 mL 硫酸盐标准溶液至 25 mL 比色管中,稀释至 10 mL,依次加入 5 mL 95%乙醇,1 mL 盐酸溶液,3 mL 氯化钡溶液,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min,作为标准比浊液。

4.9 易氧化物的测定

4.9.1 方法提要

采用氧化还原滴定法,在酸性条件下,以消耗高锰酸钾标准滴定溶液的量计算丁二酸的易氧化物。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 无二氧化碳的水。

4.9.2.2 硫酸溶液:20%。

4.9.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.9.3 分析步骤

称取试样 1.0 g,精确至 0.000 1 g,分别加入 30 mL 无二氧化碳的水、30 mL 硫酸溶液,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.9.2.3)滴定至溶液呈粉红色,并保持 3 min 不完全褪色即为终点。

4.9.4 结果计算

易氧化物 X,以每克样品消耗 0.1 mol/L 高锰酸钾的体积数表示,单位为毫升每克(mL/g),按式(2)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m \times c_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g);

c_0 ——0.1,高锰酸钾的理论浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 5%。

4.10 重金属(铅)的测定

称 50.0 g 样品至 250 mL 烧杯中加热溶解,洗入 500 mL 容量瓶,用无二氧化碳的水定容,吸取 10 mL 移入 50 mL 比色管中作为样品溶液。其余按 GB/T 7532 的规定进行。

4.11 灼烧残渣的测定

按 GB/T 9741 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 30%。

5 检验规则

5.1 第3章中的所有项目为型式检验项目,其中外观、1,4-丁二酸、熔点范围、水分、易氧化物、硫酸盐为出厂检验项目。在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产较长时间,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 国家质量技术监督部门提出要求时。

5.2 工业用丁二酸在原材料、工艺不变的情况下,以连续生产24 h的实际产量为一个组批或每批产品不超过15 t。

5.3 按GB/T 6678、GB/T 6679的规定确定采样单元数和采样方法。用采样探子取样,所采样品总量不应少于800 g。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的取样袋中,贴上标签并注明:产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一份供分析检验用,一份保存备查。

5.4 检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品作降等或不合格处理。

6 标识、包装、运输、贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用丁二酸产品包装袋上应有清晰、明显、牢固的标志,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 厂址;
- c) 产品名称;
- d) 生产日期或批号;
- e) 净含量;
- f) 质量等级;
- g) 本标准编号。

6.1.2 每批出厂的丁二酸都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号或生产日期;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用丁二酸应装于防水包装袋中或根据用户要求包装。包装袋应密闭、干燥、清洁、内无机械杂质。

6.3 运输

工业用丁二酸在运输过程中应保持包装袋密闭性完好,严防破损,放置干燥处,不应与碱类、腐蚀性物品混运,运输过程中防止日晒雨淋,远离火种、热源、高温区域。

6.4 贮存

工业用丁二酸产品贮存地点应阴凉、干燥、通风,不受日光直接照射,远离火源和热源,防止吸潮和雨淋,不应与碱类一起贮存。

7 安全

7.1 危险警告

丁二酸遇明火高热可燃,粉末与空气可形成爆炸混合物,当达到一定浓度时遇火星会发生爆炸,受高温分解,放出刺激性烟气。

7.2 安全措施

灭火方法:用雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土等灭火。

7.3 急救措施

皮肤接触脱去污染的衣物;进入眼睛后提起眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗;误吞后应进行催吐,就医。
