

中华人民共和国国家标准

GB/T 14491—2015
代替 GB/T 14491—2001

工业用环氧丙烷

Propylene oxide for industrial use

2015-12-31 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 14491—2001《工业用环氧丙烷》，与 GB/T 14491—2001 相比，主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围(见第 1 章)；
- 增加了分子式结构图,并按 2011 年国际相对原子质量给出相对分子质量(见第 1 章)；
- 规范性引用文件采用现行国家标准,不再标注年代号(见第 2 章,2001 年版的第 2 章)；
- 删除了一等品等级指标(见 2001 年版的 3.2)；
- 增加了“环氧丙烷”项目和指标,取消了“环氧乙烷”项目和指标(见 3.2,2001 年版的 3.2)；
- 合格品指标:色度由“ ≤ 20 ”修改为“ ≤ 10 ”；酸度由“ $\leq 0.01\%$ ”修改为“ $\leq 0.006\%$ ”；水分由“ $\leq 0.10\%$ ”修改为“ $\leq 0.050\%$ ”(见 3.2,2001 年版的 3.2)；
- “醛质量分数(以丙醛计)”项目修改为“乙醛+丙醛”,优等品指标由“ $\leq 0.010\%$ ”修改为“ $\leq 0.005\%$ ”,合格品指标由“ $\leq 0.10\%$ ”修改为“ $\leq 0.020\%$ ”(见 3.2,2001 年版的 3.2)；
- 增加了警告和警示(见首页和第 4 章)；
- 删除了环氧乙烷的试验方法,增加了环氧丙烷和“乙醛+丙醛”的试验方法(见 4.2、4.6,2001 年版的 4.6)；
- 增加了色度的试验方法 GB/T 6324.6,并作为仲裁方法(见 4.3,2001 年版的 4.2)；
- 修改了酸度的试验方法(见 4.4 和附录 B,2001 年版的 4.3)；
- 修改了水分的试验方法(见 4.5,2001 年版的 4.4)；
- 修改了检验规则(见第 5 章,2001 年版的第 5 章)；
- 删除了产品包装标志中商标、净重和有毒品内容,增加了安全标签要求(见 6.1,2001 年版的 6.1)；
- 删除了环氧丙烷镀锌铁桶包装的内容(见 6.2,2001 年版的 6.2)；
- 修改了安全章节内容(见第 7 章,2001 年版的第 7 章)；
- 增加了附录 A 和附录 B。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:宁波镇海炼化利安德化学有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位:滨化集团股份有限公司、山东金岭化工股份有限公司、中海壳牌石油化工有限公司、中国石化集团资产管理有限公司上海高桥分公司、天津大沽化工股份有限公司。

本标准主要起草人:包森清、马典礼、朱长健、郭燕玲、刘秀丽、曹伟、徐清、杨志刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14491—1993、GB/T 14491—2001。

工业用环氧丙烷

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

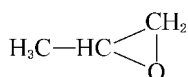
1 范围

本标准规定了工业用环氧丙烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全等。

本标准适用于氧化法和氯醇法生产的工业用环氧丙烷。

分子式： C_3H_6O

结构式：



相对分子质量：58.08(按 2011 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 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 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位—铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 6324.6 有机化工产品试验方法 第 6 部分：液体色度的测定 三刺激值比色法

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 15258 化学品安全标签编写规定

3 要求

3.1 外观

透明液体，无可见机械杂质。

3.2 工业用环氧丙烷的质量应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目		指标	
		优等品	合格品
环氧丙烷, $w/\%$	$\geq$	99.95	99.80
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	$\leq$	5	10
酸度(以乙酸计), $w/\%$	$\leq$	0.003	0.006
水分, $w/\%$	$\leq$	0.020	0.050
乙醛+丙醛, $w/\%$	$\leq$	0.005	0.020

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的安全和防护措施。

4.1 外观

将试样注入清洁、干燥的 100 mL 具塞比色管中,液层高度为 50 mm~60 mm,在日光或日光灯的透射下直接目测。

4.2 环氧丙烷的测定

按附录 A 规定的方法进行测定。

4.3 色度的测定

按 GB/T 6324.6 规定的方法进行测定,也可按 GB/T 3143 进行测定。以 GB/T 6324.6 为仲裁方法。

4.4 酸度的测定

按附录 B 规定的方法进行测定。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的方法进行测定。
以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 15%。

4.6 乙醛+丙醛的测定

按附录 A 规定的方法进行测定。

5 检验规则

- 5.1 第 3 章要求中的外观和表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。
- 5.2 以同等质量、均匀的产品为一批,也可按产品贮罐组批。
- 5.3 采样按 GB/T 6680 规定执行,采样安全应遵守 GB/T 3723 的规定。采样总体积不少于 500 mL,分别装入两个清洁、干燥的玻璃瓶中,贴上标签,一瓶供检验用,另一瓶留样备查。需留样或长距离运输

的样品瓶应保持密封,室温或冷藏贮存。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果如有一项不符合本标准相应等级要求时,应重新加倍取样、复检。重新检验的结果即使只有一项不符合本标准相应等级要求,则整批产品判为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 环氧丙烷的包装容器上应有牢固清晰的符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志,同时,应在包装容器的明显位置粘贴、拴挂或喷印符合 GB 15258 规定的标签。

6.1.2 每批产品都附有一定格式的质量证明书。内容包括:

- a) 生产厂名、厂址;
- b) 产品名称;
- c) 批号或生产日期;
- d) 产品检验结果和检验结论;
- e) 本标准编号等。

6.2 包装

环氧丙烷应采用清洁、干燥且罐体材料为碳钢或不锈钢的槽罐车包装。

6.3 运输

环氧丙烷采用专用槽车(船)运输,或采用管道运输,均应符合有关的安全规定。

6.4 贮存

环氧丙烷应储存于阴凉、通风良好的专用库房或储罐内,远离火种、热源。储存温度不宜超过 25℃,保持容器密封。

7 安全

7.1 危险警告:环氧丙烷是无色透明易挥发的液体,有类似乙醚的气味。溶于水(溶解度为 39.5%),易溶于醇、醚等有机溶剂。沸点 34.2℃,闪点(开口)−37℃,爆炸极限 2.3%~36.0%(体积比)。易燃液体,为可疑人类致癌物。接触高浓度蒸气,会出现眼和呼吸道刺激症状,中枢神经系统抑制症状。重者可见有烦躁不安、多语、谵妄,甚至昏迷。少数出现中毒性肠麻痹、消化道出血以及心、肝、肾损害。眼和皮肤接触可致灼伤。

7.2 安全措施:所有接触环氧丙烷的人员应穿戴规定的防护用品,工作场所应有符合国家规定的安全和防护措施。发生泄漏,应及时疏散人员,切断火源,少量泄漏用砂土或其他不燃材料吸收,大量泄漏时应构筑围堤或挖坑收容,用防爆泵转移至槽车或专用收集器内。发生火灾,应使用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉或砂土扑救,用水灭火无效。

附 录 A
(规范性附录)
环氧丙烷及其杂质的测定(气相色谱法)

A.1 方法提要

在本方法规定的条件下,将适量试样注入气相色谱仪。环氧丙烷和杂质在毛细管色谱柱上有效分离,使用氢火焰离子化检测器(FID)测量各个组分的峰面积。采用峰面积校正归一化法计算每个组分的浓度,扣除水分后计算得到环氧丙烷和杂质的含量。

本方法适用于纯度(质量分数)不低于 95%、杂质浓度(质量分数)范围为(0.001~0.5)%的环氧丙烷的测定。

A.2 试剂

- A.2.1 氢气:纯度(体积分数)大于 99.995%。
- A.2.2 氮气:纯度(体积分数)大于 99.995%。
- A.2.3 空气:无油,经硅胶、分子筛充分干燥和净化。

A.3 仪器

- A.3.1 气相色谱仪:配置氢火焰离子化检测器(FID)和进样分流装置,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。仪器的线性范围应满足定量分析要求。
- A.3.2 积分仪或色谱工作站。
- A.3.3 微量注射器。
- A.3.4 推荐的色谱柱和典型操作条件见表 A.1。其他能达到同等分离效果的色谱柱和操作条件也可使用。

表 A.1 推荐的色谱柱和典型操作条件

项 目	参 数
固定相	二乙烯基苯-乙二醇-二甲基丙烯酸
色谱柱长×柱内径×液膜厚度	25 m×0.32 mm×7 μm
柱温	80 ℃,保持 0 min;5 ℃/min 到 200 ℃
进样口温度/℃	170
检测器温度/℃	270
载气(氢气)流量(恒流)/(mL/min)	2.2
分流比	100 : 1
进样量/μL	0.5

A.4 分析步骤

A.4.1 各组分的相对校正因子,根据各组分的有效碳原子数(ECN),以正庚烷为参比,按照式(A.1)计算得到,各组分的相对校正因子参考值见表 A.2。正庚烷的相对校正因子设为 1.00。

$$f_i = \frac{M_i \times ECN_{C7}}{M_{C7} \times ECN_i} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

M_i ——组分 i 的摩尔质量,单位为克(g);

ECN_i ——组分 i 的有效碳原子数;

M_{C7} ——正庚烷的摩尔质量,单位为克(g), $M_{C7} = 100.20$;

ECN_{C7} ——正庚烷的有效碳原子数,为 7.00。

表 A.2 相对校正因子参考值

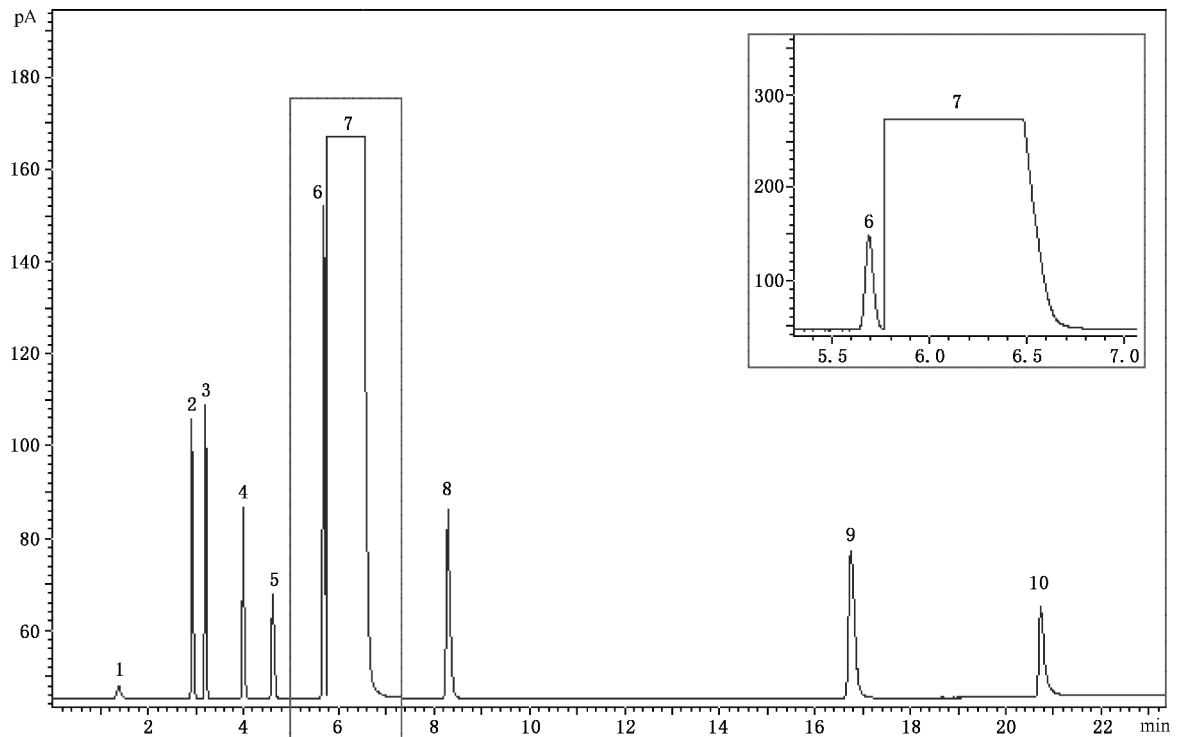
序号	组分	有效碳原子数 ECN	相对校正因子 f
1	丙烯	2.90	1.01
2	乙醛	1.00	3.08
3	甲醇	0.74	3.02
4	环氧乙烷	1.20	2.56
5	甲酸甲酯	1.00	4.20
6	丙醛	2.00	2.03
7	环氧丙烷	2.20	1.84
8	呋喃	3.00	1.59
9	1,2-二氯丙烷	2.76	2.86
10	1,2-丙二醇	1.75	2.66

A.4.2 开启色谱仪和积分仪或色谱工作站。

A.4.3 按操作条件设定仪器参数。

A.4.4 将一定体积的环氧丙烷样品注入进样口,待色谱峰出完后,处理色谱图得到分析结果。

A.4.5 典型色谱图见图 A.1。



- 说明：
- 1 —— 丙烯；
 - 2 —— 甲醇；
 - 3 —— 环氧乙烷；
 - 4 —— 乙醛；
 - 5 —— 甲酸甲酯；
 - 6 —— 呋喃；
 - 7 —— 环氧丙烷；
 - 8 —— 丙醛；
 - 9 —— 1,2-二氯丙烷；
 - 10 —— 1,2-丙二醇。

图 A.1 典型色谱图

A.5 结果计算

A.5.1 环氧丙烷和杂质

环氧丙烷和杂质的质量分数 w_i ，按式(A.2)计算：

$$w_i = \frac{A_i \times f_i}{\sum_{i=1}^n (A_i \times f_i)} \times (100\% - w_1) \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- A_i —— 试样中组分 i 的峰面积；
- f_i —— 试样中组分 i 的相对校正因子；
- w_1 —— 按 4.5 测得的水的质量分数。



对试样中不能得到相对校正因子的杂质组分,其校正因子设为 1.00。

A.5.2 乙醛 + 丙醛

乙醛 + 丙醛的质量分数 w_2 , 按式(A.3)计算:

$$w_2 = AA + PA \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

AA —— 乙醛含量(质量分数), 根据式(A.2)给出, %;

PA —— 丙醛含量(质量分数), 根据式(A.2)给出, %。

A.6 结果报告

以两次重复测定结果的算术平均值报告其测定结果。

环氧丙烷的纯度精确至 0.01%(质量分数), 杂质的含量精确至 0.001%(质量分数)。

A.7 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过表 A.3 的重复性限(r), 以超过重复性限(r)的情况不超过 5%为前提。

表 A.3 重复性限(r)

项目		重复性限(r)
杂质组分, $w/\%$	$0.001 \leq w_i \leq 0.010$	两次测定结果算术平均值的 15%
	$w_i > 0.010$	两次测定结果算术平均值的 10%
环氧丙烷含量, $w/\%$		0.04

附 录 B

(规范性附录)

酸度的测定

B.1 方法原理

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定,根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算试样中酸的含量,以乙酸计。

也可以使用电位滴定计,以电位变化确定滴定终点。

B.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。必要时,将水煮沸 10 min 以上,冷却后得到无二氧化碳的水。

分析中所用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

B.2.1 异丙醇。

B.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01\text{ mol/L}$ 。

B.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

B.3 仪器



B.3.1 滴定管:5 mL 微量滴定管,分度值 0.02 mL。

B.3.2 磁力搅拌器。

B.3.3 电位滴定计,配有相应的 pH 电极。

B.4 分析步骤

在 250 mL 锥形瓶中加入 50 mL 异丙醇和 2~3 滴酚酞指示液,将锥形瓶放在磁力搅拌器上,在低速搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,立即加入 25.0 mL 试样,继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,保持 15 s 不褪色为终点,记录滴定试样时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积。

使用电位滴定计进行测定时,直接使用去离子水做溶剂,并保持试样和去离子水的比例为 1:2。

注:当实验室环境中的 $\text{CO}_2 \geq 0.5\%$ (体积分数)时,应采用通氮气等保护措施以减少 CO_2 对测定结果的影响。

B.5 结果计算

酸度(以乙酸计)的质量分数 w ,按式(B.1)计算:

$$w = \frac{V_c M}{V_s \times 0.830 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

V ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,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)；

M ——乙酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M=60.05$ ；

V_s ——试样的体积,单位为毫升(mL)；

0.830 ——环氧丙烷在 20 ℃时的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

B.6 结果报告

以两次重复测定结果的算术平均值报告其测定结果。

酸度(以乙酸计)结果精确至 0.001%(质量分数)。结果小于 0.001%(质量分数)时,按<0.001%(质量分数)报告。

B.7 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过表 B.1 的重复性限(r),以超过重复性限(r)的情况不超过 5%为前提。

表 B.1 重复性限(r)

项目	重复性限(r)
酸度(以乙酸计), $w/\%$	两次测定结果算术平均值的 10%