



中华人民共和国国家标准

GB 338—2011
GB 338—2004

GB 338—2011

GB 338—2011

式中:

A_i ——乙醇组分峰面积的数值;

m_s ——异丙醇质量的数值,单位为克(g);

A_s ——异丙醇峰面积的数值;

m_i ——乙醇质量的数值,单位为克(g)。

D.4.3 样品测定

D.4.3.1 在已知质量的50 mL容量瓶中加入适量试样。用注射器移取25 μ L内标物异丙醇并称量,将异丙醇加入容量瓶中。定容,混匀,称量。

D.4.3.2 仪器稳定后,用微量注射器取1 μ L样品(D.4.3.1),进样、分析。

D.5 结果计算

乙醇的质量分数 w ,数值以%表示,按式(D.2)计算:

$$w = f' \times \frac{A_i \times m_s}{A_s \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(D.2)$$

式中:

A_i ——乙醇的峰面积的数值;

f' ——乙醇的相对校正因子;

m_s ——异丙醇的质量的数值,单位为克(g);

A_s ——异丙醇的峰面积的数值;

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后第四位。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。当乙醇的质量分数小于0.01%时,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0005%;当乙醇的质量分数大于0.01%时,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

工业用甲醇

Methanol for industrial use



GB 338—2011

版权专有 侵权必究

*

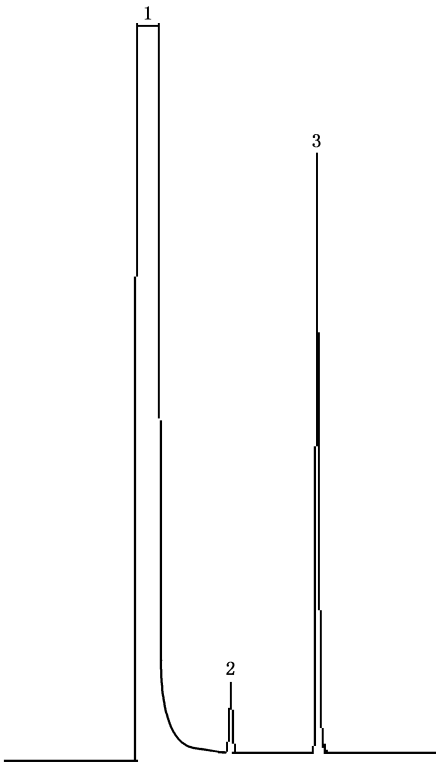
书号:155066·1-44189

定价: 18.00 元

2011-12-05 发布

2012-08-01 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



1—甲醇；
 2—乙醇；
 3—异丙醇。

图 D.1 工业用甲醇溶液样品典型色谱图

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 工 业 用 甲 醇
 GB 338—2011

*
 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)
 北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
 网址 www.spc.net.cn
 总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
 读者服务部:(010)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 1 字数 25 千字
 2012 年 3 月第一版 2012 年 3 月第一次印刷

*
 书号: 155066·1-44189 定价 18.00 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

D.4 分析步骤

D.4.1 标准溶液的配制

D.4.1.1 于已称重的清洁、干燥的 100 mL 容量瓶中,加入 0.50 mL 乙醇并称重,准至 0.000 1 g;用甲醇稀释至刻度并称重,混匀。
 D.4.1.2 于 5 个清洁、干燥的 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.60 mL 上述母液,再分别加入 25 μL 已知质量的异丙醇,用甲醇稀释至刻度,混匀。待仪器操作条件稳定后分别进标样分析。进样量 1 μL。

D.4.2 相对校正因子的测定

D.4.2.1 启动气相色谱仪,按表 D.1 所列色谱操作条件调试仪器。
 D.4.2.2 仪器稳定后,用微量注射器取 1 μL 标准溶液(D.4.1.2),进样、分析。
 D.4.2.3 相对校正因子 f' 的计算

乙醇的相对校正因子 f' 按式(D.1)进行计算:

$$f' = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s} \dots\dots\dots (D.1)$$

附录 D
(规范性附录)
工业用甲醇中乙醇含量测定 气相色谱法

D.1 方法提要

在选定的工作条件下,样品经汽化通过毛细管色谱柱,各组分得以分离,用氢火焰离子化检测器检测。用内标法定量,计算出乙醇的质量分数。

D.2 试剂

- D.2.1** 甲醇。
D.2.2 异丙醇:内标物;色谱纯。
D.2.3 氢气:体积分数不低于 99.9%,经硅胶与分子筛干燥、净化。
D.2.4 氮气:体积分数不低于 99.95%,经硅胶与分子筛干燥、净化。
D.2.5 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

D.3 仪器

- D.3.1** 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定;
D.3.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站;
D.3.3 进样器:微量注射器 1 μL 和 25 μL 。
D.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 D.1。典型的毛细管柱色谱图见图 D.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 D.1 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	极性多孔高聚物(聚苯乙烯-二乙烯基苯)键合毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	25 m \times 0.32 mm \times 7 μm
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	初温:110,升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终温:160
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	150
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
载气(N_2)柱流量/(mL/min)	1.0
分流比	25 : 1
进样量/ μL	1

前 言

本标准的 6.1 为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 338—2004《工业甲醇》,与 GB 338—2004 相比,主要技术变化如下:

- 修改了高锰酸钾时间试验所用的标准比色溶液的配制方法(见 4.7,2004 年版的 4.4);
- 增加了沸程测定方法中全浸式温度计读数和水银气压计读数的校正公式(见附录 C);
- 修改了乙醇含量测定试验方法(见 4.14、附录 D,2004 年版的 4.11);
- 修改了出厂检验项目(见 5.1,2004 年版的 5.1)。

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D1152:2006《甲醇》。本标准与 ASTM D1152:2006 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准章条编号与 ASTM D1152:2006 章条编号的对照一览表。本标准与 ASTM D1152:2006 的技术性差异及其原因如下:

- 指标分为优等品、一等品和合格品(见 3.2)。这是依据我国有关工业产品的分等导则确定的;
- 增加了水混溶性项目、乙醇含量项目(见 3.2)。这是为了严格对产品质量的控制;
- 优等品色度、沸程、酸或碱等指标优于 ASTM D1152:2006(见 3.2);
- 除硫酸洗涤试验方法采用 ASTM D1152:2006 所规定的方法外,其他各项试验方法均采用我国产品试验方法国家标准(见第 4 章)。

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:中国石化集团四川维尼纶厂。

本标准参加起草单位:上海焦化有限公司、陕西榆林天然气化工有限责任公司、江苏索普(集团)有限公司、大庆油田化工有限公司甲醇分公司、浙江晋巨化工有限公司和贵州宜化化工有限责任公司。

本标准主要起草人:严红、蒲利均、李彬、翟丽、周兵、卢家云、曾燕、翟晓霞、王淑梅、葛立新、张学勇、蓝远冬、杨红梅。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为:

- GB 338—1964,GB 338—1976,GB 338—1985,GB 338—1992,GB 338—2004。