

中国石油和化学工业联合会标准

T/CPCIF XXXXX—XXXX

异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）

3-Methyl-3-buten-1-ol

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

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。

本标准由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本标准负责起草单位：中国化工信息中心有限公司。

本标准参加起草单位：

本标准主要起草人：

异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）

警告——本标准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

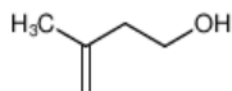
本标准规定了工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）的技术要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于以异丁烯和甲醛为原料制备的工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）。

分子式：C₅H₁₀O

CAS 号：763-32-6

结构式：



相对分子质量：86.13（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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 色度的测定
- 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 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实验方法
- 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 12268 危险货物品名表
- GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 19434 危险货物中型散装容器检验安全规范
- GB/T 32102-2015 有机过氧化物含量的测定 碘量法

3 要求

工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）应符合表 1 所示的指标要求。

表 1 技术要求

项目		指标	
		I型	II型
外观		无色或浅黄色透明液体，无可见机械杂质	
含量，w/%	≥	99.5	99.0
水分，mg/kg	≤	300	1000
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤	20	50
酸值（以氢氧化钾计），mgKOH/g	≤	3	6
过氧化值	（以活性氧含量计），%	0.05	0.05
	（以质量分数计）meq/kg	62.5	62.5

4 试验方法

警告——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，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验中所需标准溶液均指水溶液，试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 603之规定制备。检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。

4.2 外观的判定

取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法。在选定的工作条件下，使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，使用氢火焰离子化检测器（FID）监测，采用面积归一法定量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%的高纯气体，经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%的高纯气体，经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.3.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器设备

4.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）及分流装置，整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的有关规定。该气相色谱仪应具有足够的线性范围，能满足色谱分离要求。

4.3.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.3.3.3 自动进样器或微量注射器。

4.3.4 色谱柱及典型色谱工作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱工作条件见表2，典型色谱图见附录A图A.1，各组分的保留时间和相对校正因子见附录A中表A.1。其他能达到同等分离效果，即任意两相邻峰分离度均不小于1.5的色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

表2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱类型	色谱柱	聚乙二醇、DB-17 毛细管柱或其他等效色谱柱
	柱长, m	60
	柱内径, mm	0.32
	膜厚, μm	0.5
气体流量	载气流量, mL/min	8.5036 (恒流)
	分流比	20:1
	氮气, mL/min	3
	空气, mL/min	350
	氢气, mL/min	30
温度	汽化室, $^{\circ}\text{C}$	220
	检测器, $^{\circ}\text{C}$	230
程序升温过程	程序升温起点, $^{\circ}\text{C}$	80
	保持时间, min	6
	升温速率, $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	15
	终点温度, $^{\circ}\text{C}$	180
	保温时间, min	20

注：仲裁使用聚乙二醇毛细色谱柱。

4.3.5 试验步骤

启动气相色谱仪，按表2所列色谱操作条件或其他合适的色谱操作条件调试仪器。待仪器基线平稳后，吸取 $2\mu\text{L}$ 试样迅速注入色谱汽化器中，待各组分出峰完毕，记录峰面积，用色谱工作站记录各组分的峰面积计算结果。

4.3.6 结果计算

工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）的含量 X_1 按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i —— 与样品中单个组分相对应的峰面积；

$\sum A_i$ —— 各组分的峰面积之和。

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不得大于0.05%。

4.4 水分的测定

按GB/T 6283规定进行测定。

4.5 色度的测定

按GB/T 3143规定进行测定。

4.6 酸值的测定

4.6.1 方法提要

采用中和滴定法。按 GB/T 601 规定的方法进行测定，并有以下规定：以乙醇作介质，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定，根据消耗氢氧化钠标准溶液的体积计算试样中酸的质量分数，以甲酸或氢氧化钾计值。

4.6.2 仪器设备

4.6.2.1 一般实验室仪器。

4.6.2.2 分析天平：感量0.1mg。

4.6.2.3 量筒：100mL。

4.6.2.4 微量滴定管：5mL（分度值 0.02mL）；

4.6.2.5 分液漏斗：250mL；

4.6.2.6 具塞锥形瓶：100mL。

4.6.3 试剂和材料

4.6.3.1 95%乙醇。

4.6.3.2 10g/L酚酞指示剂。

4.6.3.3 1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液。

4.6.4 试验步骤

量取 20mL 乙醇注入 100mL 锥形瓶中，加酚酞指示剂 2 滴，用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色为终点，记录消耗的氢氧化钠标准溶液体积 V_0 。称取 50 g（精确到 0.01g），待测试样于此锥形瓶中，混合均匀，用 1mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色，并保持 30s 不褪色为终点，记录消耗的氢氧化钠标准溶液体积 V 。

4.6.5 结果计算

以质量百分数表示的酸度 X_2 (以氢氧化钾计)，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{cV_1 \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 —— 试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

56.11 —— 氢氧化钾的摩尔质量数值，单位为克每摩尔 (g/mol)；

m —— 试样质量，单位为克（g）。

4.6.6 允许差

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不得大于 0.001%。

4.7 过氧化值的测定

4.7.1 方法提要

按照 GB/T 32102-2015 中 6 规定的方法进行测定，并有如下操作。

试样溶于冰乙酸中，向其中加入饱和碘化钾溶液。在 60℃ 条件下有机过氧化物与碘化钾溶液作用，生成碘，碘与定量的硫代硫酸钠标准溶液作用，重新被还原，根据消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，计算得到有机过氧化物的含量。

4.7.2 试剂与溶液

4.7.2.1 冰乙酸。

4.7.2.2 氮气，纯度不低于 99.99%。

4.7.2.3 饱和碘化钾溶液：将 14 g 碘化钾加入 10 mL 水，保证有不溶性结晶存在，密封避光保存。

4.7.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ 。

4.7.2.5 淀粉指示液：50g/L。

4.7.2.6 脱氧水：在使用前，用氮气通入水中鼓泡 5min。

4.7.3 仪器设备

4.7.3.1 碘量瓶：250 mL。

4.7.3.2 滴定管：50mL，最小刻度 0.1mL。

4.7.3.3 分析天平：感量 0.1 mg。

4.7.3.4 恒温水浴槽：精度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

4.7.4 试验步骤：

4.7.4.1 量取 20mL 冰乙酸注入 250mL 碘量瓶中，快速通入氮气置换 2min 塞紧瓶塞。

4.7.4.2 称量含有 20mg~30mg 的活性氧的试样（3-甲基-3-丁烯-1-醇）约 20g~50g，精确至 0.0001g，加入上述碘量瓶中。

4.7.4.3 加入新鲜配置的饱和碘化钾溶液 5mL，再塞好瓶塞，摇匀后将碘量瓶置于温度保持在 60℃ 水浴中 1h（保持水面高于瓶内液面）。

4.7.4.4 从水浴中取出碘量瓶后冷却至室温。

4.7.4.5 加入 60mL 脱氧水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定到溶液变成浅黄色，然后加入 1mL~2mL 淀粉指示液，继续滴定到无色为终点，记录滴定所消耗体积。

4.7.4.5 同时做空白试验。正常情况下，空白滴定消耗在 0.1mL 以下，当空白值过高时，应重新配置饱和碘化钾溶液，并重新分析。

4.7.5 结果计算

以活性氧含量质量百分数 X_3 表示的过氧化值，按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.008}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

有机过氧化物的质量分数 X_4 ，按式（4）计算：

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 1000}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V_1 —— 试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m —— 试样质量的数值，单位为克（g）。

4.7.6 允许差

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不得大 0.001%。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中规定的外观、含量、水分、色度、酸值为出厂检验项目。

5.2 工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）在原材料、生产工艺不变的条件下，同等质量的、均匀的产品为一批，可按生产周期、生产班次或产品储罐进行组批。

5.3 按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。采样总量不得少于 300mL。将样品混合均匀后，分别装于两个清洁、干燥的试剂瓶中，贴上标签，注明：产品名称、等级、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶作质量检验用，另一瓶密封保存留样备查。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中加倍采样进行复验，复检结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品应做降等或不合格处理。

6 标志和标签

6.1 工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）包装容器上应有牢固、清晰的标志，其内容包括：

- a) 生产企业名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号；
- f) 符合工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）的危险特性及 GB 190 规定的标志¹⁾。

6.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容包括：

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

- a) 生产企业名称;
- b) 产品名称;
- c) 产品批号或生产日期;
- d) 产品检验结果和检验结论;
- e) 本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 包装

工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）的标识应符合 GB 190、GB/T 191 的规定，用户对包装规格有特殊要求时，可供需协商。其包装类别应符合 GB 12268 的要求，包装件限制质量应符合 GB 12463 的要求。包装规格超过 400kg 的包装件，其包装类别应符合 GB 12268 的规定，包装容器类别、质量及容量应符合 GB 19434 规定。

7.2 运输

产品应遵守化学品运输的相关规定，运输过程中应轻搬、轻放，避免碰撞，防止雨水、日晒，防止包装污染和破损，应按标识要求操作。

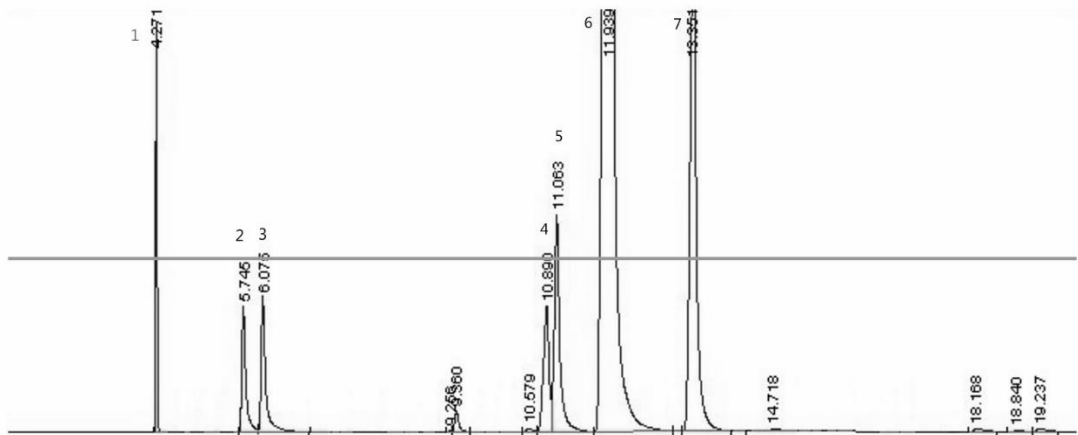
7.3 贮存

工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）产品按 GB 12268 的要求贮存。应防止曝晒，贮存在阴凉干燥避风、隔绝火源的场所，保持密封，禁止露天存放。

附录 A
(资料性附录)

工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）含量测定的典型色谱图

A.1 工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）含量测定的典型色谱图



说明：

- 1——异丁烯
- 2——甲醇
- 3——异戊醛（3-甲基-1-丁醛）
- 4——异戊醇（3-甲基-1-丁醇）
- 5——异戊烯醛（3-甲基-3-丁烯-1-醛）
- 6——3-甲基-3-丁烯-1-醇
- 7——3-甲基-2-丁烯-1-醇

图 A.1 工业用异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）含量测定的典型色谱图

各组分的保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分的保留时间

序号	组份名称	保留时间/min
1	异丁烯	4.271
2	甲醇	5.745
3	异戊醛（3-甲基-1-丁醛）	6.075
4	异戊醇（3-甲基-1-丁醇）	10.890
5	异戊烯醛（3-甲基-3-丁烯-1-醛）	11.063
6	3-甲基-3-丁烯-1-醇	11.939
7	3-甲基-2-丁烯-1-醇	13.351

附 录 B

(资料性附录)

安全

B.1 危害信息

异戊烯醇（3-甲基-3-丁烯-1-醇）属于 GB 6944-2012 规定的 5.1 类氧化性物质和第 8 类腐蚀性物质，对皮肤、呼吸道和眼睛有刺激性和腐蚀性。

B.2 安全措施

操作人员在进行作业时应戴橡胶耐酸碱手套和防护眼镜、口罩等防护用品，避免与皮肤直接接触。

参 考 文 献

- [1] GB 6944-2012 危险货物分类和品名编号
-