

CCEIA

中国纤维素行业团体标准标准

T/CCEIA XXXX-XXXX

纤维素醚副产工业用乙醚

By product industrial ethyl ether from cellulose ether

(征求意见稿)

20 — — 发布

20 — — 实施

中国纤维素行业协会 发布

目 次

前 言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语与定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 1

 5.1 总则 2

 5.2 外观 2

 5.3 乙醚含量的测定 2

 5.4 酸度的测定 3

 5.5 醛含量的测定（品红亚硫酸比色法） 4

 5.6 不挥发物含量的测定 5

 5.7 水分含量的测定 5

 5.8 乙醇含量的测定 5

 5.9 氯乙烷含量的测定 5

 5.10 过氧化物含量的测定 5

6 检验规则 6

 6.1 检验 6

 6.2 组批 6

 6.3 取样 6

 6.4 判定规则 7

 6.5 复验规则 7

7 标志、包装、运输、贮藏、保质期 7

 7.1 标志 7

 7.2 包装 7

 7.3 运输 7

 7.4 贮藏 7

 7.5 保质期 7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准由泸州北方纤维素有限公司提出。

本标准由中国纤维素行业协会标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

纤维素醚副产工业用乙醚

1 范围

本文件规定了纤维素醚副产工业用乙醚产品技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮藏及保质期。

本文件适用于纤维素醚生产中产生的乙醚。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 12591 化学试剂 乙醚

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义

4 技术要求

技术要求见表 1。

表 1 技术指标

项 目	级 别	
	一级	二级
外观	无色透明液体	
乙醚含量（m/m），%	≥96.5	≥95.0
酸度（以乙酸计），mg/100ml	≤0.1	≤0.3
醛含量（以乙醛计），mg/100ml	≤50	
不挥发物含量，mg/100ml	≤0.5	≤1
水分含量（m/m），%	≤3.0	
乙醇含量（m/m），%	≤2.0	
氯乙烷含量（m/m），%	≤0.7	≤1.0
过氧化物的质量分数（以 H ₂ O ₂ 计），%	≤0.0002（无色）	

5 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。

5.1 总则

除另有规定外，本标准所用试剂和水，均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的分析实验室用水规格。

5.2 外观

采用目测法观察，应为无色透明液体。

5.3 乙醚含量的测定

5.3.1 范围

本方法参照 GB/T 9722《化学试剂 气相色谱法通则》，本方法适用于含有可挥发成分的有机化学试剂的主要成分和杂质的测定。

5.3.2 方法概述

将试样溶液注射入气相色谱仪内，色谱柱分离各组分，检测器测定各组分的响应值，面积归一化法计算出各组分含量。

5.3.3 仪器和设备

试验仪器要求如下：

- a) 气相色谱仪：带热导检测器和数据处理机；
- b) 色谱柱：GDX-PK3、内径 3mm、长度 2000mm 不锈钢管；
- c) 注射器：10 μL 。

5.3.4 仪器的调整

按仪器使用说明书启动仪器，并满足表 2 中的色谱条件。向数据处理机输入计算程序。

在实际工作中可根据所使用的仪器和色谱柱性能、组分等情况将色谱条件适当调整，但要确保各组分良好分离和快速测定。

表 2 复合溶剂组分分析色谱条件

项目	条件
不锈钢色谱柱，mm	内径 3 长度 2000
色谱柱型号	GDX-PK 3
柱箱温度， $^{\circ}\text{C}$	120~140
汽化室温度， $^{\circ}\text{C}$	180~200
检测室温度， $^{\circ}\text{C}$	180~200
检测器	TCD
载气流量，ml/min H_2	50~100
进样量， μL	1
定量方法	面积归一化法

5.3.5 试验程序

仪器稳定后，用微量注射器吸取 1 μL 试样溶液（吸取试验溶液之前至少洗针 5 次），注入色谱仪内进行测定，测量溶液在色谱图上各峰的面积（如图 1 所示），待数据采集完成后记录各组分原始数据，并保存数据。每个试样溶液各注射 1 次。

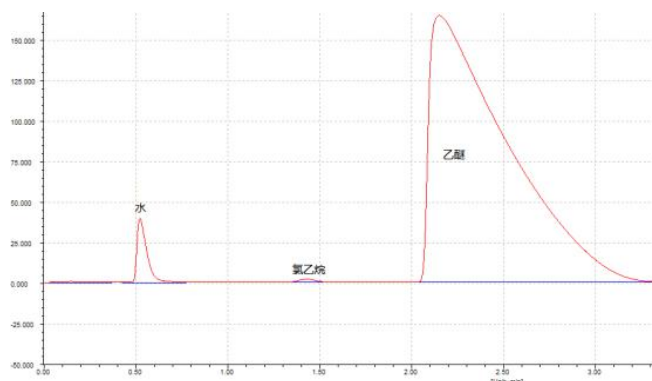


图1 乙醚溶剂组分测定试样中各组分典型色谱图

5.4 酸度的测定

5.4.1 试剂与材料

- 酚酞指示液：取酚酞 1 g，加乙醇 100 mL 使溶解，即得；
- 氢氧化钠滴定液：0.01 mol/L；
- 硫酸滴定液：0.01 mol/L；
- 无二氧化碳蒸馏水：将水注入平底烧瓶中，煮沸半小时，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，放置冷却。

5.4.2 仪器和设备

- 带塞锥形瓶：150 mL；
- 量筒：100 mL；
- 微量滴定管：2 mL 或 3 mL，分度为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.4.3 测定方法

取 100 mL 试样注入 150 mL 锥形瓶中，在不高于 45 °C 的水浴上蒸发至体积约 1 mL 时，加入 50 mL 无二氧化碳蒸馏水和 2 滴酚酞指示液，

若无色，则用 0.01 mol/L 的氢氧化钠滴定液滴定至粉红色，保持 15 s 不消失，以测定其酸度，在同样条件下，做空白试验；

若是红色，则用 0.01 mol/L 的硫酸滴定液滴定至无色，以测定其碱度，在同样条件下，做空白试验，用 0.01 mol/L 的氢氧化钠滴定液滴至粉红色。

5.4.4 结果计算

乙醚中的酸度 (X_1)，以乙酸计 (mg/100mL) 按下式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V) \times m_1 \times 0.06 \times 1000}{100} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——试样消耗的氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V ——空白消耗的氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m_1 ——氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

0.06——每毫克当量乙酸的克数。

乙醚中碱度 (X_2) 以氢氧化钠计 (mg/100mL)，按下式(2)或(3)计算：

当酚酞指示液显无色，试样消耗的氢氧化钠标准溶液体积小于空白试验消耗的氢氧化钠标准溶液体积时，则：

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \times m_1 \times 0.04 \times 1000}{100} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

当酚酞指示液显红色，试样用硫酸标准溶液滴定时，则：

$$X_2 = \frac{(V_2 m_2 + V m_1) \times 0.04 \times 1000}{100} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：V——空白消耗的氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
 V_1 ——试样消耗的氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
 V_2 ——试样消耗硫酸标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
 m_1 ——氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 m_2 ——硫酸标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）； 0.04——每毫克当量氢氧化钠的克数。

两次平行测定误差不大于 0.05 mg/100mL，取其算术平均值，计算精确至 0.01 mg/100mL。

5.5 醛含量的测定（品红亚硫酸比色法）

5.5.1 试剂与材料

a) 无醛乙醇：94-96%、50%（体积浓度）；无醛乙醇的制备方法和检验方法按 GB/T 603《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》进行；

b) 品红亚硫酸试剂：按 GB/T 603《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》制备；

c) 乙醛：应为分析纯， ω 为 40%；

d) 亚硫酸氢钠：应为分析纯，含量 $\geq 58.0\%$ ；

e) 碘标准溶液：0.02mol/L；

f) 硫酸溶液：10%；

g) 乙醚：纯度 $\geq 95.0\%$ ；

h) 淀粉溶液：5g/L；

i) 含醛乙醚的配制：量取乙醛（ ω 为 40%）2 ml-4 ml，置于棕色细口瓶中，用乙醚稀释至 1L，摇匀，于冰箱中密闭冷藏存放，以备标定。

j) 醛试剂的配制：称取含有 1.26 g 亚硫酸氢钠的水溶液，注入 40 mL 10% 硫酸溶液和 50 mL 94-96% 的无醛乙醇中，然后用 50% 无醛乙醇稀释至 1 L。

k) 含醛乙醚标定：于 250 mL 磨口三角瓶中，顺次加入 40 mL 50% 的无醛乙醇，50 mL 醛试剂，10 mL 被测含醛乙醚，仔细混合，在 30 ± 2 °C 下保温 12-18 小时后，加入 3ml 淀粉溶液作为指示剂，用碘标准溶液滴定，同时做空白试验。

醛含量（b）（mg/100mL）按下式(4)计算：

$$b = \frac{(V_4 - V_3) \times m \times 0.022 \times 1000}{10} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： V_3 ——试样消耗碘标准溶液体积的数值，单位为毫升（ml）；

V_4 ——空白消耗碘标准溶液体积的数值，单位为毫升（ml）；

m——碘标准溶液摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.022——乙醛的毫克当量；

10——试样的体积，单位为毫升（ml）。

l) 醛标准溶液的配制：配制浓度为 a（mg/100mL）的醛标准溶液 V_5 毫升时所取醛含量为（b）的含醛乙醚体积 V_6 按下式(5)计算：

$$V_6 = \frac{a V_5}{b} \dots\dots\dots (5)$$

加入 94-96% 的无醛乙醇体积 V_7 按下式(6)计算：

$$V_7 = \frac{V_5}{2} - V_6 \dots\dots\dots (6)$$

加水的体积 V_8 按下式 (7) 计算:

$$V_8 = \frac{V_5}{2} \dots\dots\dots (7)$$

混合均匀后, 保存于冷暗处。

5.5.2 仪器和设备

- a) 具塞磨口三角瓶: 250 mL;
- b) 比色管 (具塞): 25 mL;
- c) 酸滴定管: 25 mL;
- d) 量筒: 5 mL、10 mL、100 mL。

5.5.3 测定方法

将 45 mL 94-96% 无醛乙醇注入 250 mL 具塞磨口三角瓶中, 加入 5 mL 样品, 再加 50 mL 蒸馏水, 混合均匀后, 冷却至室温, 取其 10 mL 加入比色管中, 并于另一比色管中注入同体积的醛标准溶液, 用滴定管往各比色管中分别加入 4 mL 品红亚硫酸试剂, 摇匀后在 15-25℃ 下静置 15 分钟后进行比色, 试样所呈现颜色不得深于标准。

两次平行测定误差不大于 5 mg/100mL, 取其算术平均值, 计算精确至 1 mg/100mL。

5.6 不挥发物含量的测定

5.6.1 仪器和设备

- a) 蒸发皿: 100 mL;
- b) 量筒: 100 mL。

5.6.2 测定方法

量取摇匀的试样 100 mL, 注入已恒重的 (恒量差为 0.0004 g) 蒸发皿中, 在水浴上蒸干 (水浴的温度应保持试样在蒸发过程中不沸腾为准) 后, 移入 100~105℃ 的烘箱中, 干燥至恒重 (测定结果不大于技术指标时可不恒重)。

5.6.3 结果计算

不挥发物 (X_3) (mg/100mL) 按下式 (8) 计算:

$$X_3 = \frac{G_2 - G_1}{V_9} \times 1000 \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中: G_2 ——蒸发皿及残渣共重的数值, 单位为克 (g);

G_1 ——蒸发皿重的数值, 单位为克 (g);

V_9 ——样品体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

两次平行测定试样结果的差值不得大于 0.5 mg/100mL, 取其算术平均值, 计算结果精确至 0.1 mg/100mL。

5.7 水分含量的测定

同 4.3 并参考 GB/T 12591 《化学试剂 乙醚》, 采用气相色谱法按照相应的步骤测定。

5.8 乙醇含量的测定

同 4.3 并参考 GB/T 12591 《化学试剂 乙醚》, 采用气相色谱法按照相应的步骤测定。

5.9 氯乙烷含量的测定

同 4.3 并参考 GB/T 12591 《化学试剂 乙醚》, 采用气相色谱法按照相应的步骤测定。

5.10 过氧化物含量的测定

5.10.1 试剂与材料

- a) 无水亚硫酸钠溶液：100 g/L；
- b) 碘化钾溶液：100 g/L；
- c) 过氧化氢标准溶液：10 mg/mL；
- d) 无水乙醇：分析纯；
- e) 冰乙酸：分析纯；
- f) 碘化钾-乙醇饱和溶液：称取 4 g 碘化钾于 100 mL 无水乙醇中，溶解、静置；
- g) 硫酸锰：分析纯。

5.10.2 仪器和设备

- a) 比色管（具塞）：10 mL、100 mL；
- b) 量筒：50 mL、100 mL、200 mL；
- c) 容量瓶：1000 mL；
- d) 紫外-可见分光光度计。

5.10.3 不含过氧化物的乙醚的制备

量取 150 mL 乙醚，加入 5 mL 无水亚硫酸钠溶液（100 g/L），振荡 2 min，加 50 mL 水，再振荡，静置，取乙醚层备用。

5.10.4 比色测定方法

量取 56 mL（40 g）样品，注入 100 mL 比色管中，加 10 mL 碘化钾溶液（100 g/L），振荡，于暗处放置 30 min。沿比色管轴线方向观测，所呈黄色不得深于标准对比溶液。

标准对比溶液的制备是取含 0.040 mg 的过氧化氢标准溶液，加 56 mL 不含过氧化物的乙醚，与样品同时同样处理。

5.10.5 紫外-可见分光光度法测定方法

标准曲线绘制：过氧化氢标准溶液标定质量浓度为 10 mg/mL，用无水乙醇稀释 1000 倍体积，质量浓度为 10 μg/mL，分取 0.10、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 分别置于 6 只 10 mL 比色管中，加入乙醇至 1 mL，再加入 1 mL 冰乙酸和 0.02 mL 的硫酸锰溶液，用碘化钾-乙醇饱和溶液定容至刻度线，轻轻摇匀，配制成过氧化氢的质量浓度分别为 0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μg/mL 的系列标准工作溶液，避光放置 90 min，在 360 nm 处测定吸光度，以扣除空白值的吸光度为纵坐标，质量浓度为横坐标绘制标准曲线。

乙醚样品测定：取乙醚 2 mL 于 10 mL 比色管中，加入 1 mL 冰乙酸，并加入 0.02 mL 的硫酸锰溶液，用碘化钾-乙醇饱和溶液定容至刻度线，轻轻摇匀，避光放置 90 min，在 360 nm 处测定吸光度，将吸光度代入线性方程计算得到相应的过氧化物浓度（以过氧化氢计）。

两次平行测定试样结果的差值不得大于 1.4 μg/100mL，取其算术平均值，计算结果精确至 0.1 μg/100mL。

6 检验规则

6.1 检验

本产品检验为出厂检验，检验项目为表 1 所有项目。

6.2 组批

在原料及生产工艺不变的条件下，每生产一罐为一批。

6.3 取样

取样按照 GB/T6680 进行，取 2 L 作为检测使用。

6.4 判定规则

出厂检验结果全部符合表 1 规定时，即判定为合格。

6.5 复验规则

如果出厂检验结果中有任意一项不符合表 1 规定时，可在同批产品中重新抽取双倍量样品对不合格项目进行复检，复检结果仍不符合表 1 规定时，则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮藏、保质期

7.1 标志

产品包装上应有明显标志，包括以下内容（可按用户要求进行标志）：

a) 产品名称；

b) 公司名称、地址、商标、联系电话；

c) 产品包装桶注明“危险”、“怕雨”、“易燃液体”和“毒性物质”等图示标志；包装上注明产品的 UN 编号、危险货物编号、净含量、生产日期或批号和保质期（应符合 GB 190 和 GB/T 191 规定）。

7.2 包装

采用槽车或镀锌桶（200 L 小开口，净重 140 ± 0.2 kg）包装，可按用户要求进行包装（须符合安全包装规定）。

7.3 运输

运输时，运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。严禁与氧化剂、食用化学品、等混装混运。运输途中应防曝晒、雨淋，防高温。中途停留时应远离火种、热源、高温区。装运该物品的车辆排气管必须配备阻火装置，禁止使用易产生火花的机械设备和工具装卸。

7.4 贮藏

产品应存放在清洁、通风、干燥的库房内，防止日光直射，远离热源。

7.5 保质期

本产品自生产之日起，保质期为二年。包装拆封后，应密封保存并尽快使用。若已过保质期，须再次取样检验，检验结果全部符合表 1 规定时可继续使用。