

ICS 71.100.99
G 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 24772—2009

工业用四氢呋喃

Tetrahydrofuran for industrial use

2009-12-15 发布

2010-07-01 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

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:山西三维集团股份有限公司。

本标准参加起草单位:东营胜利中亚化工有限公司。

本标准主要起草人:张建平、孙自瑾、马秀东、梁小元、杨玉梅、贾亚丽、陈荣欣、许红萍。

工业用四氢呋喃

1 范围

本标准规定了工业用四氢呋喃的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。
本标准适用于工业用四氢呋喃的生产、检验和销售。

化学式： C_4H_8O

结构式：



相对分子质量：72.13(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 325.1 包装容器 钢桶 第 1 部分：通用技术要求

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(ISO 760:1978, NEQ)

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 工业用四氢呋喃应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
四氢呋喃, w/%	≥ 99.95	≥ 99.80
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 5	≤ 10
水, w/%	≤ 0.02	≤ 0.05

4 试验方法

4.1 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。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.3 外观

取适量实验室样品于比色管中,在自然光或荧光灯光照下,目视观察。

4.4 四氢呋喃含量的测定

4.4.1 方法提要

在选定的色谱工作条件下,样品经汽化通过色谱柱,使其中的各组分分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,校正面积归一化法定量。产品中加入的稳定剂 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)不参与计算。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气:体积分数大于 99.999%。

4.4.2.2 氢气:体积分数大于 99.999%。

4.4.2.3 空气:经活性炭、蓝色硅胶和(5A)分子筛净化、干燥。

4.4.2.4 四氢呋喃:质量分数不小于 99.95%。

4.4.2.5 γ -丁内酯:色谱纯。

4.4.2.6 甲醇:色谱纯。

4.4.2.7 2-甲基四氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.8 3-甲基四氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.9 2,3-二氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.10 2,5-二氢呋喃:色谱纯。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中有关规定。

4.4.3.2 数据处理系统:色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.3.3 进样器:10 μ L 微量注射器或自动进样器。

4.4.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m,(柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度)
固定相	14%腈丙基苯基,86%二甲基聚硅氧烷
柱温	初始 60 $^{\circ}$ C,保持 5 min;升温速度 8.0 $^{\circ}$ C/min,升温至 250 $^{\circ}$ C,保持 10 min
气化室温度/ $^{\circ}$ C	250
检测器温度/ $^{\circ}$ C	250
载气(N ₂)流量/(mL/min)	1.8
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
尾吹气(N ₂)流量/(mL/min)	28
进样量/ μ L	0.2
分流比	60:1

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 校正因子的测定

4.4.5.1.1 标准溶液的配制

用称量法配制四氢呋喃加欲测杂质的标准溶液,各组分的称量精确至 0.000 1 g,组分含量的质量分数计算精确至 0.001%。所配制的标准溶液中杂质含量应与待测试样相近。

4.4.5.1.2 相对校正因子的测定

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,将未加欲测杂质的四氢呋喃和配制的标准溶液依次注入气相色谱仪,各平行测定 3 次,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。依据所得的峰面积及杂质组分含量,计算各组分的相对校正因子 f_i 。

试样中未知组分或得不到标准物质的组分的相对校正因子,可使用保留时间最为接近的组分的相对校正因子进行计算。

4.4.5.1.3 校正因子的测定

各组分相对四氢呋喃的相对校正因子 f_i ,按式(1)计算:

$$f_i = \frac{A_T w_i}{(A'_i - A_i) w_T} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_T ——标准溶液中四氢呋喃的峰面积;

A_i ——四氢呋喃未加入欲测杂质时组分 i 的峰面积;

A'_i ——标准溶液中组分 i 的峰面积;

w_T ——标准溶液中四氢呋喃的质量分数的数值;

w_i ——标准溶液中组分 i 的质量分数的数值。

4.4.5.2 试样的测定

根据表 2 所示的仪器操作条件测定样品,采用校正面积归一化法定量。

4.4.5.3 结果计算

四氢呋喃的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = (100 - w_k) \times \frac{A_T}{\sum f_i A_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_k ——根据 4.5 测得四氢呋喃中水的质量分数的数值;

A_T ——四氢呋喃的色谱峰面积;

f_i ——组分 i 的定量校正因子;

A_i ——组分 i 的色谱峰面积。

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值不大于 0.01%。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 的规定进行测定。

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值不大于 0.002%。

4.6 色度的测定

4.6.1 目视比色法

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.6.2 色度计法(仲裁法)

4.6.2.1 方法提要

将样品置于预先校准好的色度计中,进行自动测定,从仪器上直接读出样品色号,以 Hazen 单位(铂-钴色号)表示。

4.6.2.2 仪器

4.6.2.2.1 色度计:满足 Lovibond 色标,可进行 Pt-Co 色系的测定;配有接近样品色度的一套标准比色片。

4.6.2.2.2 比色皿:5 cm。

4.6.2.3 分析步骤

按照仪器使用说明书用标准比色片校正仪器。

用实验室样品充分置换比色皿后,盛入适量实验室样品(液面低于比色皿上沿 3 mm),比色皿中不应有气泡。将比色皿置于色度计的比色架上测定,直接从仪器上读数,三次测定结果的算术平均值取整数为样品色号。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中外观和表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批进行。

5.2 工业用四氢呋喃以一贮槽或槽车的量为一批,或以同等质量的产品为一批。

5.3 工业用四氢呋喃的采样按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定进行。采取具有代表性的样品,采样量不少于 500 mL,分装在两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。贴上标签,注明产品名称、生产企业名称、批号或生产日期、取样日期、取样地点、取样人姓名等,一瓶供检验用,一瓶备查。

5.4 工业用四氢呋喃应由生产企业的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称和厂址、产品名称、产品等级、生产日期或批号、净含量和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品应作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用四氢呋喃的包装容器上应有明显牢固的标志,内容包括:产品名称、生产厂名称和地址、生产批号或日期、净含量、合格证明、产品标准号及 GB 190 规定的“易燃液体”标志等,并随运输工具携带安全技术说明书。

6.2 包装

工业用四氢呋喃应采用符合 GB/T 325.1 要求的钢桶或专用槽车包装。应充入干燥氮气密封,保持正压,避免泄漏。每桶净含量 170 kg,或在符合安全要求的条件下,根据用户要求包装。

6.3 运输

工业用四氢呋喃运输过程中应确保容器不泄露、不倒塌、不坠落、不损坏。运输过程中应防止日晒雨淋,远离火种、热源、高温区域。搬运时应轻装轻卸,防止包装容器损坏。为防止静电,运输容器应接地。

6.4 贮存

6.4.1 工业用四氢呋喃用钢桶包装时,应贮存在干燥、通风的环境中。

6.4.2 工业用四氢呋喃包装容器中应充入干燥氮气保持正压,防止太阳暴晒或高温烧烤。禁止与强氧化剂、有毒化学品一起贮存。

6.4.3 在贮存和运输过程中,可根据用户要求添加适量的稳定剂 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)。2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)的测定参见附录 B。

6.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自出厂之日起,工业用四氢呋喃保质期至少 6 个月。

7 安全

- 7.1 工业用四氢呋喃遇氧气易生成爆炸性过氧化物,禁止将产品暴露于空气中。
- 7.2 工业用四氢呋喃属易挥发、易燃液体,接触人员应配带防护眼镜、胶皮手套,穿着防静电服装等劳动保护用具。
- 7.3 为保证安全,返程槽车应氮封。



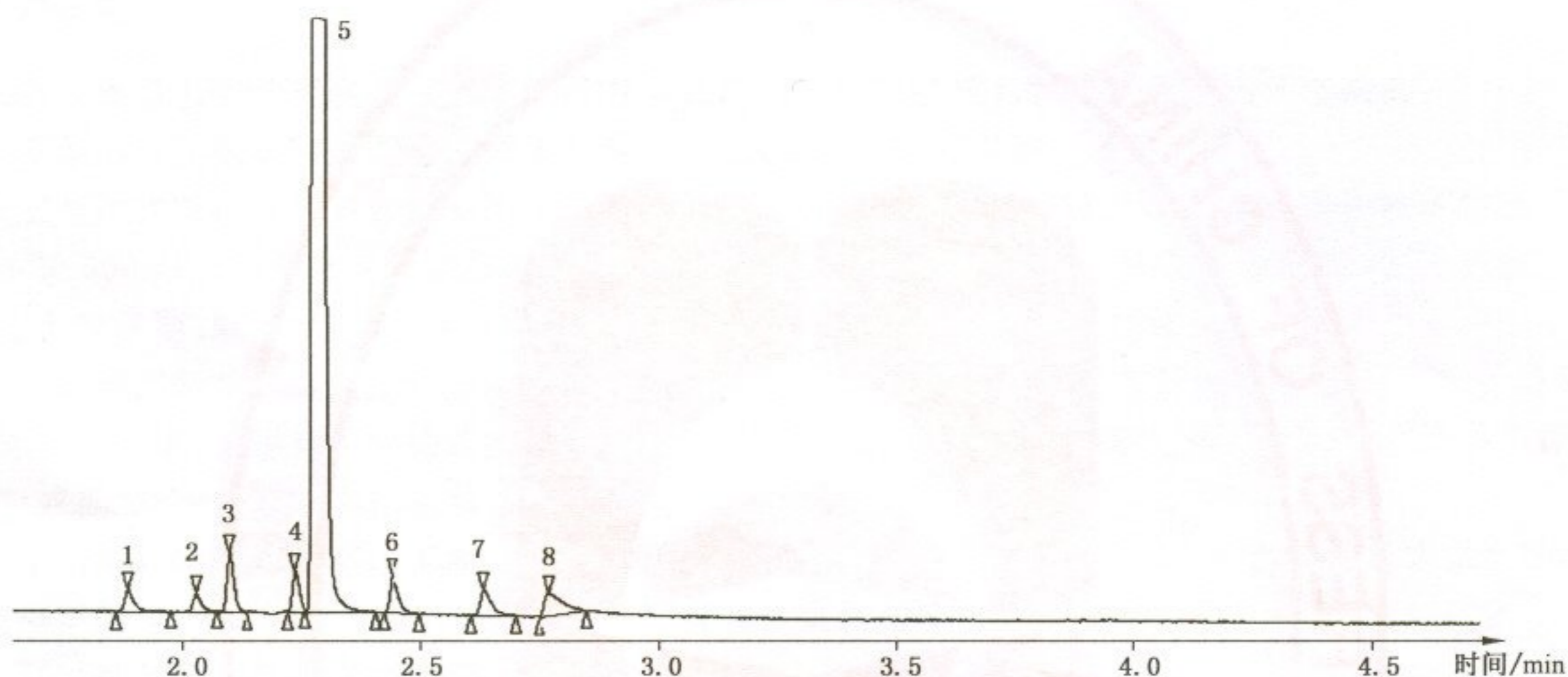
附录 A

(规范性附录)

四氢呋喃含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值、
相对校正因子

A.1 四氢呋喃含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——甲醇；
- 2——乙酸甲酯；
- 3——2,3-二氢呋喃；
- 4——2,5-二氢呋喃；
- 5——四氢呋喃；
- 6——2-甲基四氢呋喃；
- 7——3-甲基四氢呋喃；
- 8——未知。

图 A.1 四氢呋喃典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子

序号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	甲醇	1.00	0.547 0
2	乙酸甲酯	1.38	0.465 6
3	2,3-二氢呋喃	1.57	1.276 9
4	2,5-二氢呋喃	1.95	0.795 7
5	四氢呋喃	2.06	1.000 0

表 A.1 (续)

序 号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
6	2-甲基四氢呋喃	2.50	0.978 4
7	3-甲基四氢呋喃	3.02	0.702 8
8	未知	3.39	—



附录 B

(资料性附录)

2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)含量的测定

B.1 方法提要

在选定的色谱工作条件下,样品经汽化通过色谱柱,使其中的各组分与稳定剂 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,外标法定量。

B.2 试剂

- B.2.1 氮气:体积分数大于 99.99%;
- B.2.2 氢气:体积分数大于 99.99%;
- B.2.3 空气:经活性炭、蓝色硅胶和 5A 分子筛净化、干燥;
- B.2.4 四氢呋喃:质量分数不小于 99.95%;
- B.2.5 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT):质量分数不小于 99.9%。

B.3 仪器

- B.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中有关规定;
- B.3.2 数据处理系统:色谱数据处理机或色谱工作站;
- B.3.3 进样器:10 μ L 微量注射器或自动进样器。

B.4 色谱柱及典型操作条件

测定 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)的色谱柱和色谱操作条件见表 2。

B.5 分析步骤

B.5.1 校正因子的测定

B.5.1.1 标准溶液的配制

用称量法配制四氢呋喃加 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的标准溶液,校准混合物杂质含量应与待测试样相近。

B.5.1.2 校正因子的测定

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,将配制的标准溶液注入气相色谱仪,平行测定 3 次,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果,得到标准溶液中 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的峰面积。

B.5.2 试样的测定

根据表 2 所示的仪器操作条件测定样品,采用外标法定量。

B.5.3 结果计算

2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的质量分数 w ,数值以%表示,按式(B.1)计算:

$$w = \frac{w_B A_2}{A_1} \dots\dots\dots (B.1)$$

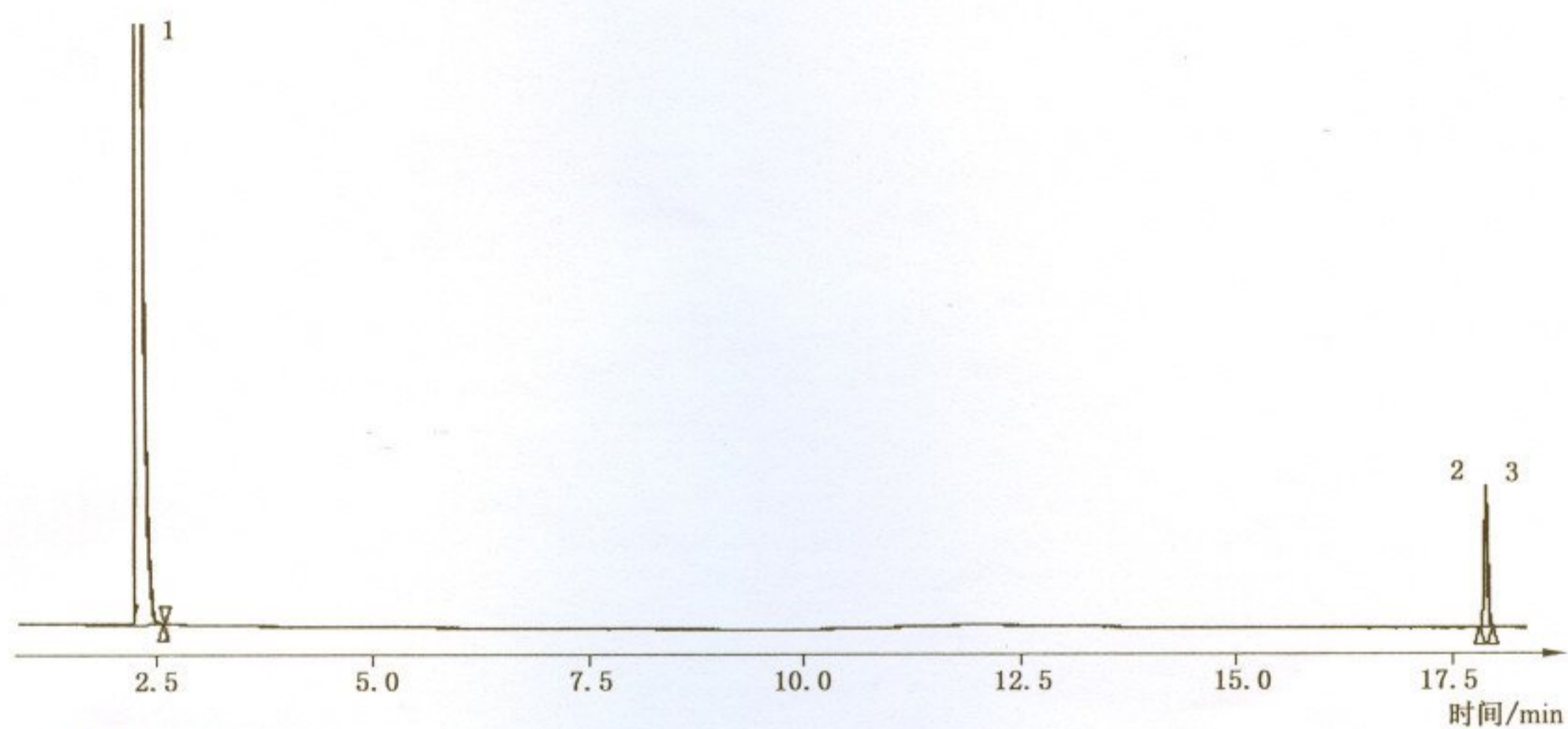
式中:

A_1 ——标准溶液中 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的峰面积平均值;

A_2 ——试样中 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的色谱峰面积；
 w_B ——标准溶液中 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚的质量分数的数值。

B.6 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)的典型色谱图

典型色谱图见图 B.1。



- 1——四氢呋喃；
2——未知；
3——2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)。

图 B.1 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)典型色谱图

中华人民共和国
国家标准
工业用四氢呋喃
GB/T 24772—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 17 千字
2010年2月第一版 2010年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-40034 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)68533533



GB/T 24772-2009