

中华人民共和国国家标准

GB/T 34263—2017

工业用羟丙基甲基纤维素

Hydroxypropyl methyl cellulose for industrial use

2017-09-07 发布

2018-04-01 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

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。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：山东一滕新材料股份有限公司、山东省产品质量检验研究院、山东省化工研究院。

本标准主要起草人：滕鲲鹏、李镇峰、许士明、张娟、李林林、张双剑、李长胤、王平、凡俊琳、李盼盼、罗金环、姜萍、韩书霞。



工业用羟丙基甲基纤维素

1 范围

本标准规定了工业用羟丙基甲基纤维素型号、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、贮存和运输。
本标准适用于以精制棉或其他纤维素为原料，经碱化和醚化生产的工业用羟丙基甲基纤维素。

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/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其制品的制备
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6679 固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 8077—2012 混凝土外加剂匀质性试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

3 产品型号

工业用羟丙基甲基纤维素产品型号由凝胶温度表示，分别为 60、65、70、75。

4 要求

4 要求

4.1 外观

白色或浅黄色粉末。

4.2 技术要求

工业用羟丙基甲基纤维素的技术指标符合表 1 的要求。

表 1 技术要求

项目	指标			
	60	65	70	75
羟丙氧基含量/%	7.5~12.0	4.0~7.5	23.0~32.0	4.0~12.0
甲氧基含量/%	28.0~30.0	27.0~30.0	16.5~20.0	19.0~24.0
凝胶温度范围(0.2%水溶液)/℃	58~64	62~68	68~75	70~90

表 1（续）

项目	指标			
	60	65	70	75
灰分(以硫酸盐计)含量/%	≤5.0			
透光率(2%水溶液)/%	≥50			
水分含量/%	≤5.0			
筛余物(180 μm 标准筛)/%	≤5			
pH 值(25 ℃,1%水溶液)	5.0~8.5			
黏度(20 ℃)/(mPa·s)	合同约定(标示值的±20%)			

5 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有有毒有害性,操作者需小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。在通风橱中进行含有氢碘酸的操作步骤时,使用护目镜、耐酸手套和其他的安全设备。在处理热顶空瓶时,要小心,因为它们有压力。万一不慎接触氢碘酸,要用大量水冲洗,并立即寻求医疗帮助。

5.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯和 GB/T 6682 中规定的三级水。实验中所需标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观

在自然光条件下,目视观察。

5.3 甲氧基、羟丙氧基含量

5.3.1 方法提要

在己二酸催化作用下氢碘酸与羟丙基甲基纤维素反应,使甲氧基和羟丙氧基转化为碘甲烷和碘代异丙烷,以甲苯为内标物采用内标法测定碘甲烷和碘代异丙烷含量,从而计算出试样中待测甲氧基和羟丙氧基的含量。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试液制备

内标溶液：准确称取 2.5 g 甲苯(精确至 0.000 1 g)，加入到 100 mL 的容量瓶中，用邻二甲苯稀释至刻度，混匀。

标样溶液：向 10 mL 的顶空瓶中加入 60 mg~70 mg 己二酸，用移液管准确滴入 2.0 mL 内标溶液和 2.0 mL 氢碘酸于顶空瓶内，盖严后准确称量顶空瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入 45 μ L 碘甲烷，准确称量顶空瓶的质量。再用微量注射器向瓶中注入 15 μ L 的碘代异丙烷，准确称量顶空瓶的质量。摇混均匀，暗处放置 30 min~45 min 后备用。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

样品溶液：称取预先在 105 $^{\circ}$ C 下干燥 2 h 的样品 65 mg 于顶空瓶中，加入 60 mg~70 mg 己二酸，用移液管吸取 2.0 mL 内标液和 2.0 mL 氢碘酸，滴入到顶空瓶中，盖严后准确称重。上述物质的称量均应精确至 0.000 1 g。

振荡顶空瓶 30 s，将顶空瓶置于温度已调节为 150 $^{\circ}$ C 的干燥箱中反应 20 min，取出顶空瓶振荡 30 s，再放入干燥箱中继续反应 40 min。冷却至室温，称重，要求失重不大于 10 mg，否则需重新制备样品溶液。

5.3.4.2 操作方法

本标准推荐的色谱柱、操作条件及典型色谱图参见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

待仪器稳定后，取标准溶液的上层液体注入气相色谱仪中，并重复做 5 次，记录色谱图。碘甲烷、碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比的相对标准偏差(RSD)不得大于 5%。

取样品溶液的上层液体注入气相色谱仪中，重复做 2 次，记录色谱图，按内标法计算甲氧基、羟丙氧基的含量。

5.3.5 结果计算

甲氧基含量 w_1 ，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{31}{142} \times \frac{Q_1}{A_1} \times A_2 \times \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

31 —— 甲氧基摩尔质量；

142 —— 碘甲烷摩尔质量；

Q_1 —— 标准溶液中碘甲烷与甲苯的质量之比；

A_1 —— 标准溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比；

A_2 —— 样品溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比；

m_1 —— 内标液中甲苯的质量，单位为克(g)；

m_2 ——样品溶液中试样质量,单位为克(g)。

羟丙氧基含量 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{75}{170} \times \frac{Q_2}{A_3} \times A_4 \times \frac{m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

75——羟丙氧基摩尔质量;

170——碘代异丙烷摩尔质量;

Q_2 ——标准溶液中碘代异丙烷与甲苯的质量之比;

A_3 ——标准溶液中碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比;

A_4 ——样品溶液中获得碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比;

m_3 ——内标液中甲苯的质量,单位为克(g);

m_4 ——样品溶液中试样质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

5.4 凝胶温度范围的测定

5.4.1 仪器和设备

5.4.1.1 比色管:100 mL。

5.4.1.2 温度计:分度为0.1℃,量程范围50℃~100℃。

5.4.1.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在105℃,精度±2℃。

5.4.1.4 分析天平:精度0.1 mg。

5.4.2 0.2%水溶液的配制

称取预先在105℃干燥2 h的样品0.5 g(准确至0.001 g)倒入500 mL烧杯中,加入80℃~90℃的热水50 mL,充分搅拌使其分散,将溶液稀释至250 mL,将烧杯置于冰水浴中冷却,搅拌均匀备用。

5.3.1 方法提要

在己二酸催化作用下氢碘酸与羟丙基甲基纤维素反应,使甲氧基和羟丙氧基转化为碘甲烷和碘代异丙烷,以甲苯为内标物采用内标法测定碘甲烷和碘代异丙烷含量,从而计算出试样中待测甲氧基和羟丙氧基的含量。

5.3.2 试剂和材料

- 5.3.2.1 氢碘酸(57%)。
- 5.3.2.2 己二酸。
- 5.3.2.3 邻二甲苯。
- 5.3.2.4 甲苯(色谱纯)。
- 5.3.2.5 碘甲烷。
- 5.3.2.6 碘代异丙烷。

5.3.3 仪器和设备

- 5.3.3.1 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—2006 中 6.3,6.4.2

的有关规定。

- 5.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。
- 5.3.3.3 色谱柱:5%苯基(95%)甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管色谱柱或等效色谱柱。
- 5.3.3.4 微量注射器:5 μ L,10 μ L,50 μ L。
- 5.3.3.5 10 mL 顶空瓶。
- 5.3.3.6 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 $^{\circ}$ C,精度 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C。
- 5.3.3.7 分析天平:精度 0.1 mg。

5.4.3 分析步骤

取上述试液 50 mL 于 100 mL 比色管中,插入温度计,将比色管置于水浴中加热,缓慢升温。当温度升至 50 ℃时,控制升温速度每分钟上升 0.5 ℃~1.0 ℃,仔细观察溶液变化,当溶液出现乳白色丝状凝胶时,记下此时温度为凝胶温度下限,继续升温至溶液刚好完全变成乳白色时,记下此时温度为凝胶温度上限。

5.5 灰分(以硫酸盐计)的测定

5.5.1 仪器和设备

- 5.5.1.1 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105 ℃,精度±2 ℃。
- 5.5.1.2 分析天平:精度 0.1 mg。
- 5.5.1.3 瓷坩埚:50 mL。
- 5.5.1.4 马弗炉:温度可控制在 650 ℃±50 ℃。

5.5.2 试剂

硫酸。

4

GB/T 34263—2017

5.5.3 分析步骤

称取预先在 105 ℃干燥 2 h 的样品 2 g(准确至 0.000 1 g)置于已在 650 ℃±50 ℃恒重的瓷坩埚中,缓慢加热,直至样品完全碳化(不再冒白烟)。冷却,用 2 mL 硫酸湿润残渣,继续加热至硫酸蒸气逸尽,转移瓷坩埚至 650 ℃±50 ℃的马弗炉中灼烧 1 h 至恒重。

5.5.4 结果计算

5.5.4 结果计算

灰分(以硫酸盐计)含量 w_s , 数值以 % 表示, 按式(3)计算:

$$w_s = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——灼烧后残渣和坩埚的质量, 单位为克(g);

m_1 ——空坩埚的质量, 单位为克(g);

m ——样品质量, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.5.5 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.6 黏度的测定

5.6.1 仪器和设备

5.6.1.1 旋转黏度计: 带有同轴圆筒测量系统的旋转式黏度计。

5.6.1.2 分析天平: 精度 0.1 mg。

5.6.1.3 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 105 ℃, 精度 ± 2 ℃。

5.6.2 分析步骤

5.6.2.1 水溶液的配制

1% 水溶液的配制: 称取预先在 105 ℃ 干燥 2 h 的样品 2 g(准确至 0.001 g)加入到 250 mL 烧杯中, 加入 80 ℃~90 ℃ 的热水 100 mL, 充分搅拌使其分散, 将溶液稀释至 200 mL, 将烧杯置于冰水浴中冷却, 搅拌均匀备用。

2% 水溶液的配制: 称取预先在 105 ℃ 干燥 2 h 的样品 4 g(准确至 0.001 g)加入到 250 mL 烧杯中, 加入 80 ℃~90 ℃ 的热水 100 mL, 充分搅拌使其分散, 将溶液稀释至 200 mL, 将烧杯置于冰水浴中冷却, 搅拌均匀备用。

5.6.2.2 操作方法

将上述配制的溶液在 20 ℃ ± 0.1 ℃ 恒温 1 h, 选择合适的转子转速进行测定, 反复 2 次。水溶液浓度及旋转黏度计型号按照合同约定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.6.3 允许差

5.6.3 允许差

两次平行测定结果的相对差值不大于2%。

GB/T 34263—2017

5.7 透光率的测定

5.7.1 仪器和设备

分光光度计,带有3 cm光程的比色皿。

5.7.2 分析步骤

开机预热至稳定,调波长590 nm,将水装入3 cm比色皿中做空白测试,数值为100%,反复2次。
取2%水溶液(5.6.2.1)倒入3 cm比色皿中,除去气泡,测定透光率,反复2次。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.7.3 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于1%。

5.8 水分的测定

按GB/T 6284的规定进行。

5.9 筛余物的测定

按照GB/T 8077—2012第8章规定的方法进行,筛孔孔径为180 μm。

5.10 pH值的测定

取1%水溶液(5.6.2.1),按GB/T 9724的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 本标准的表1全部项目均为出厂检验项目。

6.2 最大批量不超过20 t为一批检验。

6.3 产品采样按GB/T 6679的规定进行。

6.4 本标准中产品质量指标合格判定,采用GB/T 8170中“修约值比较法”。

6.5 出厂检验项目全部符合本标准要求时,判定该批产品合格。每批检验合格出厂的产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、本标准编号。

6.6 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自二倍量的包装袋中抽取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准要求时,则判该批产品不合格。

7 包装、标识、贮存、运输

7.1 包装

产品采用带有塑料内衬的包装袋(桶)包装。

7.2 标识

产品外包装应注明下列内容:企业名称、地址、产品名称、商标、产品批号、生产日期、产品型号、每袋(桶)产品的净重、产品执行标准号、贮存与运输注意事项。

6

GB/T 34263—2017

7.3 贮存

贮存时应注意防潮,避免日晒、雨淋,严防与酸、碱接触。

7.3 贮存

贮存时应注意防潮,避免日晒、雨淋,严防与酸、碱接触。

7.4 运输

装运时应轻装轻放,防止损坏包装,在运输过程中要加盖篷布,避免日晒雨淋,避免包装袋污染、破损。

附 录 A
(资料性附录)

甲氧基、羟丙氧基含量测定的色谱柱操作条件及样品典型色谱图

色谱柱及典型操作条件见表 A.1。

表 A.1 色谱柱及典型操作条件

项目	毛细管柱
色谱柱材质	熔融石英毛细管柱
柱长/m	30
柱内径/mm	0.32
液膜厚度/ μm	0.25
固定相	5%苯基(95%)甲基聚硅氧烷
载气	高纯氮气
载气流量/(mL/min)	3.8
检测器	FID
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	80
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	220
进样量/ μL	1
分流比	1:100

标准溶液色谱图见图 A.1。

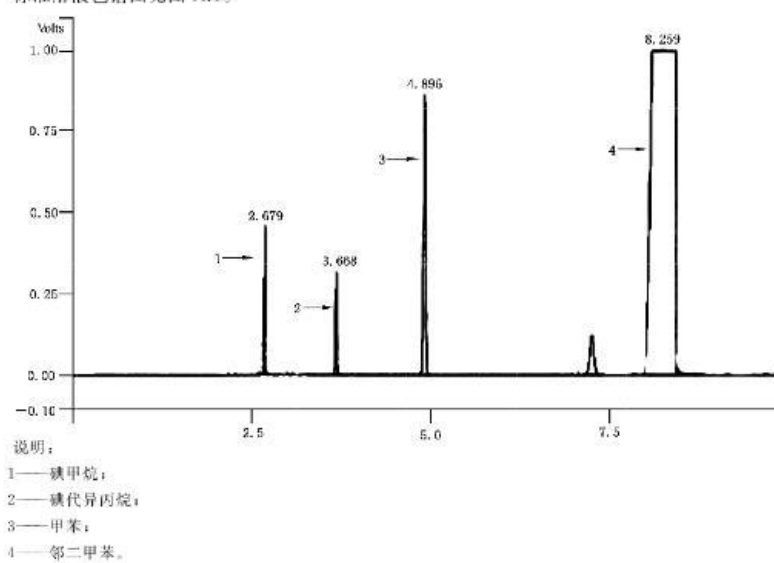
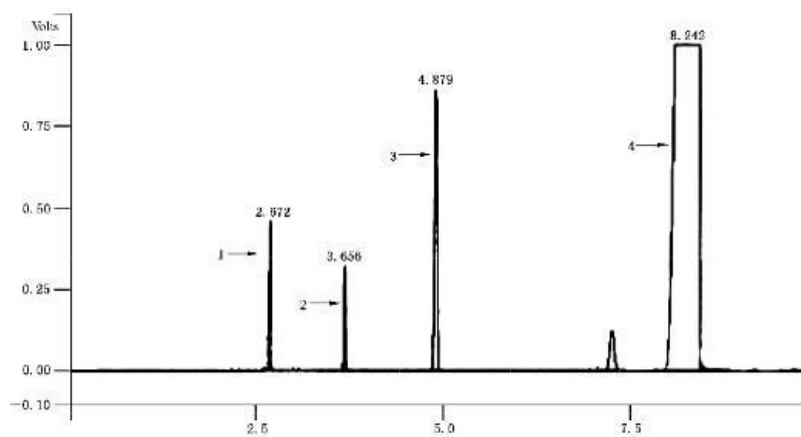


图 A.1 标准溶液色谱图

羟丙基甲基纤维素样品溶液色谱图见图 A.2。



说明：

- 1——碘甲烷；
- 2——碘代异丙烷；
- 3——甲苯；
- 4——邻二甲苯。

图 A.2 羟丙基甲基纤维素样品溶液色谱图