



Q/ZHS

沾化海川生物科技有限公司企业标准

Q/ZHS-301-2017

偶氮二异丁腈
(AIBN)

2017-7-18 发布

2017-8-18 实施

沾化海川生物科技有限公司 发布



前 言

本标准有效期为三年，到期复审。

本标准由沾化海川生科技有限公司提出。

本标准起草单位：沾化海川生物科技有限公司。

本标准起草人：卢存金 吴岩玲

本标准首次发布日期：2017 年 7 月

企业标准信息公共服务平台
2019年03月08日 08点10分

企业标准信息公共服务平台
公开
2019年03月08日 08点10分



1. 范围

本标准规定了偶氮二异丁腈的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准使用于以丙酮氰醇、硫酸肼为原料，经缩合、氧化、精制而制得的偶氮二异丁腈。

2. 引用标准

GB617-88 熔点测定法

GB603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB6679 固体化工产品采样通则

3. 技术要求

3.1 外观：白色结晶粉末(目测)

3.2 偶氮二异丁腈的技术要求应符合下表规定：

指标名称	指标		
	优级品	一级品	合格品
纯度, AIBN%(m/m) \geq	98.0	98.0	97.0
熔点, $^{\circ}\text{C}$	100.0~103.0	99.0~103.0	99.0~103.0
挥发份, %(m/m) \leq	0.10	0.30	0.50
甲醇不溶物, %(m/m) \leq	0.01	0.10	0.50
色点, 个/10g \leq	3	5	10

4. 检验方法

方法中所用试剂仪器应符合现行国家标准 JJG-196 计量器具检验规程之规定。

4.1 偶氮二异丁腈纯度的测定

4.1.1 方法原理

根据偶氮二异丁腈热分解所析出氮气，量取其体积，换算为偶氮二异丁腈的含量。

4.1.2 试剂和溶液

环己酮：分析纯

传温液：丙三醇

封闭液：4g/L 氢氧化钠溶液

酚酞：1%乙醇溶液



4.1.3 仪器

氮气量管：0~100ml, 分度值 0.2ml

空盒气压表：80.0~106.4kpa, 分度值 0.1kpa

水银温度计：0~150℃, 分度值 1℃

比重瓶：25ml

烧杯：400ml

电炉：1500W, 带调压器 3KVA

4.1.4 测定步骤

称取 0.5g 试样（准确至 0.0002g），置于比重瓶中，加入 5ml 环己酮，将比重瓶接入如图 1 所示之实际装置，在水准瓶中加入 200ml 封闭液，加入两滴酚酞溶液使呈红色。将丙三醇倒入烧杯，使其液面稍高出比重瓶中的环己酮液面。将三通阀转向排气阀，调节水准瓶使气体排出，并使量气管内液面处于零位，关闭三通阀，五分钟后检查零点不变，确认系统无漏气后，开始加热升温至 $140 \pm 2^\circ\text{C}$ ，并保持 10 分钟，使试样分解完全，停止加热，移去热源，冷却至室温。将水准瓶与量气管液面保持同一水平，读出量气管内的氮气体积，五分钟后再次读数，以两次读数不变或相差不超过 0.2ml 为准，记录氮气体积、大气压和水银温度计所示室温（精确至 0.5°C ）。

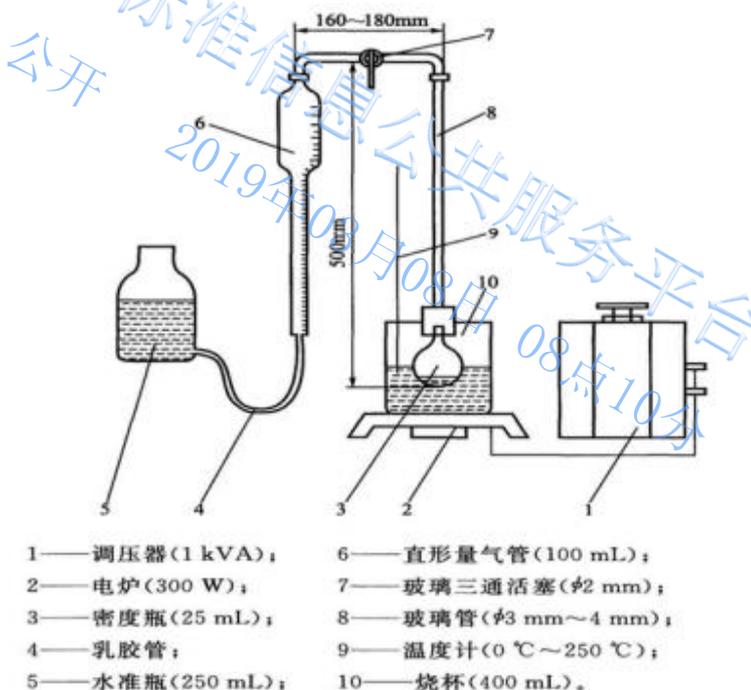


图 A 纯度测定装置（见 HG/T2097-2008）



4.1.5 结果的表示

发气量 V_0 按下式计算：

$$V_0 = [V_1 \times (273+20) \times (P_1 - P_2)] / [m \times (273+t) \times (101325 - P_0)] = V_1 K / m$$

式中： V_0 — 在 20℃、101325Pa 条件下的试样发气量, ml/g

V_1 — 实测试样的发气量, ml

T — 测定时的温度, °C

P_1 — 测定时的大气压, Pa

P_2 — 在测定温度为 t 时水的饱和蒸气压, Pa

P_0 — 20℃时水的饱和蒸气压, Pa

101325 — 标准大气压, Pa

K — 测定时室温和大气压的换算系数（见附录 A）

m — 试样质量, g

4.1.6 允许差

平行测定试样两次的差值不得大于 0.5ml/g，取平行测定两个数据的算术平均值作为试样的发气量。

4.1.7 含量结果的表示

$$X_1 = \frac{R (273+20)}{(P - P_0) \times 164.21} \times 100 = \frac{V_0}{149.87} \times 100$$

式中： V_0 — 在 20℃，101352Pa 条件下的试样发气量, ml/g

R — 气体普使常数, 8314KPa·ml·mol⁻¹·K⁻¹

P — 标准大气压, 101.325KPa

P_0 — 2.34KPa, 在测定温度为 20℃时水的饱和蒸气压

164.21 — 偶氮二异丁腈的摩尔质量, g/mol

4.2 熔点的测定

4.2.1 方法原理

采用物理加热的方法，测定试样由固态变为液态时所处的温度，即为试样的熔点。

4.2.2 仪器

温度计：0~50℃，分度值 0.1℃

辅助温度计：0~100℃，分度值 1℃

毛细管：内径 0.9~1.1mm，壁厚 0.10~0.15mm，长度 10cm，一端熔封



加热装置：酒精灯，b型管（内装丙三醇）等

4.2.3 测定步骤

安装时，主温度计水银球的高度，应使其中心位于b型管侧口的中部，并在架台上固定，将辅助温度计附在主温度计上，使其水银球位于传温液面与所测主温度示值的1/2处。

将试样磨细后倒入清洁、干燥、一端封口的毛细管中，取一长约80cm的玻璃管，直立于瓷板或玻璃板上，将装有试样的毛细管（封口向下）在玻璃管中投掷5~6次，直至毛细管中样品紧缩至2~3mm高，然后将毛细管开口一端熔封。

按图要求，将主温度计固定与传温液中，使传温液升温，当温度升至97℃时，将装有样品的毛细管附在温度计上，并使其样品层面与温度计水银球中部处于同一高度，放入传温液中，以每分钟1℃的速度继续升温，观察毛细管中样品出现液滴时，记录下此时主温度计和辅助温度计的读数。

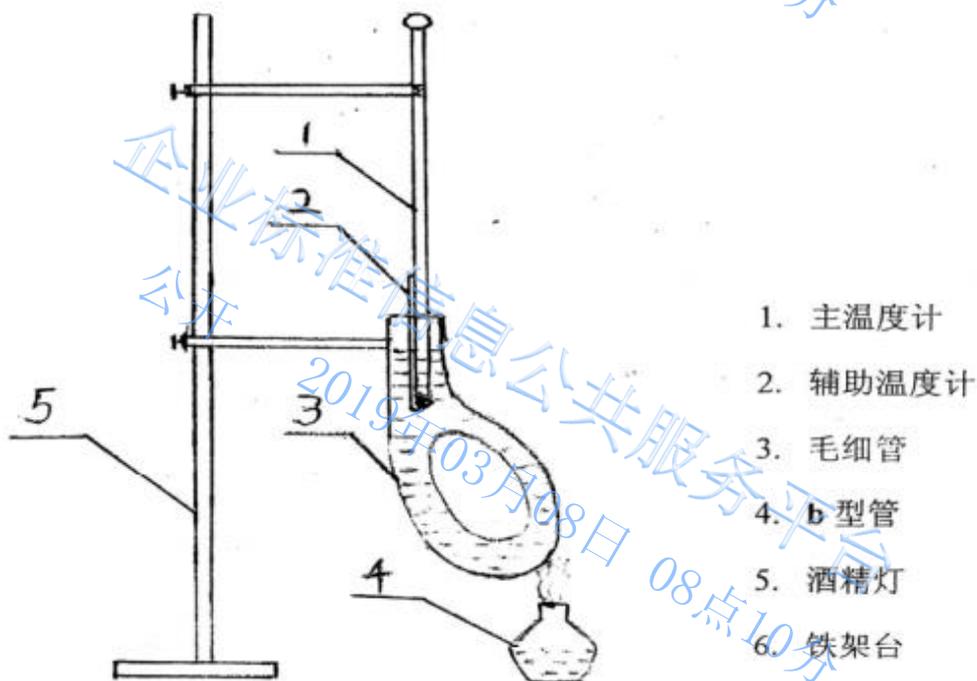


图2 熔点测定装置

4.2.4 结果的表示

若使用全浸式温度计，样品熔点 T (°C) 按下式计算：

$$T = t + 0.00016h(t - t_1)$$

式中： t — 主温度计读数，°C



0.00016 一水银体积表观膨胀系数

h 一主温度计露出液面的水银柱高度（以温度表示）。

t_1 一辅助温度计读数， $^{\circ}\text{C}$

4.3 挥发份的测定

4.3.1 方法原理

将试样放入装有五氧化二磷的真空干燥器中，抽至真空后，以样品失去挥发份的质量计算其在样品中的含量。

4.3.2 仪器、试剂：

真空干燥器：直径 210mm

旋片式真空泵：2×Z-2 型

真空表： $-0.1\sim 0\text{MPa}$

称量瓶： $\Phi 40\times 25\text{mm}$

五氧化二磷

4.3.3 测定步骤

将称量瓶置于真空干燥器中，抽真空至 $-0.06\sim -0.1\text{MPa}$ 后，关闭真空干燥器上的玻璃考克，4小时后取出称重（准确至 0.0002g）。

用已经干燥至恒重的称量瓶称取 4g 试样（称准至 0.0002g），置于真空干燥器中，重复以上过程，4小时后取出再次称重。

4.3.4 结果的表示

以质量百分数表示的挥发份含量 X_2 按下式计算：

$$X_2 = [(m-m_1)/m] \times 100$$

式中： m —样品的质量, g

m_1 —干燥后样品的质量, g

4.3.5 允许差

二次测定的结果差值不大于 0.1%，取算术平均值为测定结果。

4.4 甲醇不溶物的测定

4.4.1 方法原理

以样品在甲醇中充分溶解、过滤后，以留置在过滤器中的不溶物，进行干燥后称取其质量，以计算其在样品中的含量。

4.4.2 仪器、试剂



恒温水浴锅：室温~100℃

烘干箱：温度波动范围为±1℃

电磁搅拌器：79-1 型

砂芯坩埚：4#

甲醇：分析纯

一般试验室仪器

4.4.3 测定步骤

称取 20g 试样（称准至 0.1g），将其放入一个 1000ml 三角瓶中，倒入甲醇 500ml，将其放在电磁搅拌器上进行搅拌溶解，至溶液澄清、透明为止。

将已溶解的样品，用一准确称重的砂芯坩埚进行过滤，并用甲醇溶液冲洗锥形瓶和砂芯坩埚，直至滤下的冲洗液挥发后无结晶析出为止，然后将砂芯坩埚放入烘干箱中，在 100~110℃ 下干燥至恒重。

4.4.4 结果的表示

以质量百分数表示的甲醇不溶物含量 X3 按下式表示：

$$X3 = [(m2 - m1) / m] \times 100$$

式中：m1 -- 过滤前砂芯坩埚的质量，g

m2 -- 过滤后砂芯坩埚的质量，g

m -- 试样的质量，g

4.4.5 允许差

二次测定的结果差值不大于 0.005%，取其算术平均值为测定结果。

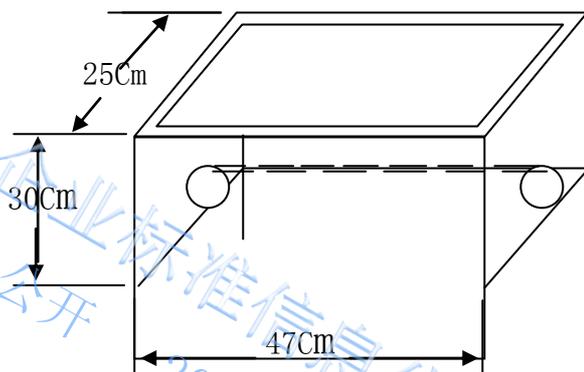
4.5 色点的测定

4.5.1 方法原理

将定量样品放置于灯箱上的玻璃表面，将其均匀压平后，用人工记数的方法测定样品中的色点。

4.5.2 仪器

灯箱：其结构及尺寸如下图所示：



其中灯箱底、侧板为木制，上盖为平板玻璃，箱内装有日光灯。

4.5.3 测定步骤

称取样品 10g（称准至 0.1g），倒在一玻璃板中央，再在其上面盖一压平玻璃板，稍加用力挤压，使样品均匀分散铺平，然后将两玻璃板及其中样品放置在灯箱上面（样品不应越出玻璃板的透明部分），然后开启日光灯，在玻璃板上数其色点个数，数毕，将灯关闭，操作时温度不应超过 40℃，以免样品分解。

5. 检测规则

5.1 本产品由公司质检中心负责进行检验，并保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

5.2 每批出厂产品均应有规定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、产品净重、质量等级。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定，对所收到的偶氮二异丁腈进行验收，以检验是否符合标准的要求。

5.4 偶氮二异丁腈每批产品不得超过 3 吨。

5.5 采样单元数按 GB6678 进行，每批出厂的偶氮二异丁腈均应按标准进行采样，并按本标准进行检验。检验结果如有一项指标不符合标准要求时，应自第一次采样的两倍数量的包装桶中重新取样，进行复检，复检结果如仍有一项指标不符合标准要求时，则整批产品按不合格处理，该批产品不得出厂。

5.6 样品应分置于两个清洁、干燥的磨口瓶中，粘贴标签，注明产品名称、批号、批量和取样日期，一瓶进行全项检验，另一瓶保存三个月备查。

5.7 当供需双方对产品质量产生异议时，由双方协商解决。如需仲裁时，应按本标



准的要求进行。

6. 标志、包装、运输与贮存

6.1 标志

每件包装上都应有标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、生产日期、净重、标准代号、等级及危险品标志。

6.2 包装

本产品分箱装和桶装两种。净重 $20 \pm 0.10\text{Kg}$ ，箱装为纸板内衬聚乙烯塑料袋；桶装为硬纸板桶内衬聚乙烯塑料袋。

6.3 运输

本产品运输、装卸时应远离火源、热源，不得暴晒，避免雨淋受潮，应按危险货物运输规定进行运输。

6.4 贮存

本产品应在 20°C 以下干燥、避光条件下贮存。

附录 A：气体体积换算系数