

ICS 71.080.60

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC 0027—2022

工业用乙基纤维素

Ethyl cellulose for industrial use

2022-02-22 发布

2022-04-01 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：泰安瑞泰纤维素有限公司、泰安瑞泰新材料股份有限公司、江苏致为化工有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心。

本文件主要起草人：张纪涛、孙建刚、马进、王强、张冬冬、王磊、刘宇、张长安、蒋春怡。



工业用乙基纤维素

警示——本文件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

本文件规定了工业用乙基纤维素的产品分类和型号、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以精制棉为主要原料，添加氯乙烷经过碱化醚化反应，洗涤干燥、粉碎而成的工业用乙基纤维素。

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 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 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
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

精制棉 Refined cotton

精制棉是以棉花加工厂的副产品棉短绒为原料，经过碱法蒸煮、漂白、水洗、脱水、烘干得到的一种纤维状物质，其主要成分为纤维素。

4 产品分类

产品按技术指标分为：K系列、N系列、T系列、X系列。

5 要求

5.1 外观

工业用乙基纤维素为白色或类白色纤维状或颗粒状粉末。

5.2 技术要求

工业用乙基纤维素的技术要求见表1，其中粘度的要求见表2。

表1 工业用乙基纤维素的技术要求

项 目	指 标			
	K 系列	N 系列	T 系列	X 系列
乙氧基, w%	45.0~47.5	48.0~49.5	49.6~51.5	>50.5
干燥失重, w%	≤	4.0		
灼烧残渣, w%	≤	0.4		
粘度/mPa·s	见表 2			

表2 粘度

标示粘度 ^a (5%溶液, 25℃)/mPa·s	粘度范围 (5%溶液, 25℃)/mPa·s
5	3~7
7	6~9
10	9~11
20	18~22
50	45~55
100	90~110
200	180~220
300	270~330

^a 特殊规格应符合标示粘度 ≥ 10 mPa·s者, 粘度应为标示粘度的90.0%~110.0%; 标示粘度在6 mPa·s~10 mPa·s之间者, 粘度应为标示粘度的80.0%~120.0%; 标示粘度 ≤ 6 mPa·s者, 粘度应为标示粘度的75.0%~140.0%。

6 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

6.1 一般规定

6.1.1 试验试剂

本文件所用试剂和水, 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、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时, 均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

6.1.2 鉴别

取本品5 g(按干燥品计), 精确至0.0002 g, 置具塞锥形瓶中, 准确加入95%乙醇: 甲苯 (1:4, g/g) 溶液95 g, 振摇至完全溶解, 溶液呈透明微黄色。取适量上述溶液倾注在玻璃板上, 待溶液蒸发后, 形成一层有韧性的膜, 该膜可以燃烧。

6.2 外观的测定

采用目测法。

6.3 乙氧基含量的测定

乙氧基含量的测定分为化学法和色谱法（仲裁法）。化学法按本文件附录A的规定进行，色谱法按本文件附录B的规定进行。

6.4 干燥失重的测定

按本文件附录C的规定进行。

6.5 灼烧残渣的测定

按本文件附录D的规定进行。

6.6 粘度的测定

按本文件附录E的规定进行。

7 检验规则

7.1 出厂检验

本文件第5章的全部项目均为出厂检验项目，由生产厂的质量检验部门进行检验，检查合格并签发合格证的产品方可出厂。

7.2 组批

以同一原料、同一工艺、同一班次连续生产的同一规格的产品为一批。

7.3 采样

产品采样应按GB/T 6679的规定进行。采样时抽取距包装衬袋不浅于10 cm的样品，每桶(或袋)等量采取，样品总量不少于200 g，置于干燥洁净的磨口瓶内。检测净含量的采样方案按《定量包装商品计量监督管理办法》规定进行。

7.4 判定规则

检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求，则应重新采双倍量的样品进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的，则整批产品应为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 包装储运标志应符合 GB/T 191 规定。

8.1.2 在包装袋或桶明显位置涂刷牢固的标志，并注明：产品名称、商标、产品批号、生产日期、公司名称、地址、产品型号、本文件编号、净含量。

8.2 包装

产品采用纸板桶或聚丙烯编织袋(均内衬塑料袋)包装，桶盖要牢固，编织袋要密封，净含量的要求应符合JJF 1070的规定。

8.3 运输

装运时应轻装轻放，在运输过程中要加盖篷布，避免粉尘污染。

8.4 贮存

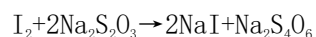
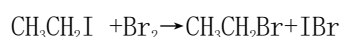
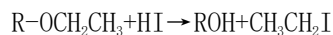
贮存应注意防潮、避免日晒、雨淋，严禁与酸碱接触。



附 录 A
(规范性)
乙氧基含量的测定 (化学法)

A.1 原理

乙基纤维素中的烷基在较高温度下与氢碘酸反应生成碘乙烷, 碘乙烷与溴反应生成溴化碘, 后又生成碘酸, 在碘化钾存在下, 游离出碘, 用碘量法测定游离碘含量, 计算出烷基总量, 即为乙氧基含量。



A.2 试剂

A.2.1 次亚磷酸。

A.2.2 氢碘酸: 向100 mL氢碘酸中加入20 mL次亚磷酸, 通 N_2 , 在150 °C下加热回流4 h, 蒸出水后得到处理好的氢碘酸, 密度约为1.70 g/mL。

A.2.3 甲酸。

A.2.4 溴。

A.2.5 冰乙酸。

A.2.6 醋酸酐。

A.2.7 碘化钾。

A.2.8 醋酸钠, 25%溶液。

A.2.9 硫酸(1:9溶液): 取10 mL浓硫酸缓缓注入90 mL水中, 并不断搅拌。

A.2.10 硫酸镉, 5%溶液。

A.2.11 硫代硫酸钠, 5%溶液。

A.2.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.2.13 甲基红指示剂, 0.1%乙醇溶液。

A.2.14 淀粉指示剂, 0.5%溶液。

A.2.15 洗涤液: 5%硫酸镉溶液和5%硫代硫酸钠等体积混和。

A.2.16 吸收液: 称取20 g醋酸钠溶于10 mL醋酸酐和90 mL冰乙酸中, 使用时取溶液30 mL, 加1 mL溴摇匀。

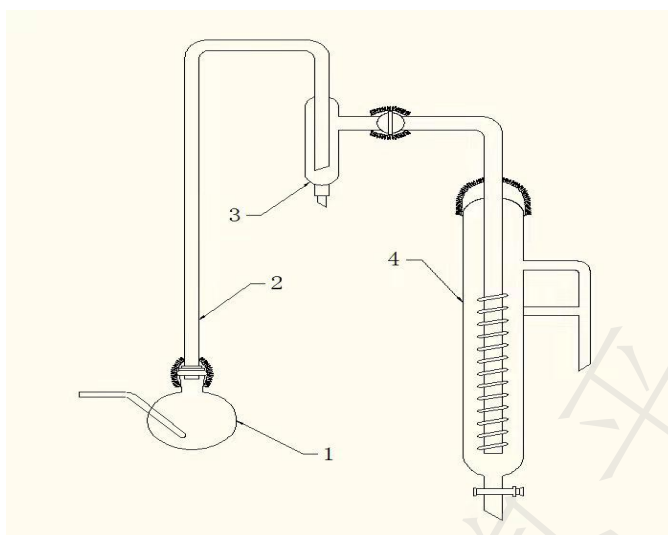
A.3 仪器

A.3.1 乙氧基测定装置: 示例见图A.1。

A.3.2 分析天平。

A.3.3 滴定管: 50 mL。

A.3.4 碘量瓶: 500 mL。



标引序号说明:

- 1——反应瓶;
2——冷凝器;
3——洗涤管;
4——吸收管。

图A.1 乙氧基测定装置

A.4 试验步骤

A.4.1 在洗涤管中加入约10 mL洗涤液，吸收管中加入新配制的吸收液31 mL。

A.4.2 按图A.1安装好仪器。

A.4.3 称取已在105 °C烘至恒重的干燥样品0.05 g (准确至0.0001 g)于反应瓶中，加入7 mL氢碘酸，将反应瓶与回收冷凝器连接好(磨口处用氢碘酸湿润)，以每秒1个~2个气泡的速度通入氮气，并加热油浴。0.5 h内升温至150 °C±2 °C，维持60 min，除去油浴。继续通氮气15 min后取下吸收管，把吸收液移入已盛有10 mL 25%醋酸钠溶液的500 mL碘量瓶中洗涤使总体积达125 mL。不断摇晃并缓慢加入甲酸至黄色消失，加1滴0.1%甲基红指示剂，出现红色后5 min不消失，再加入3滴甲酸。静置1~2 min，加碘化钾4 g和1:9的稀硫酸20 mL，摇匀于暗处静放5 min。然后用0.1 mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定，临近终点时加入0.5%淀粉指示剂3滴~4滴，继续滴定至蓝色消失。

在同样情况下，作空白试验。

A.5 结果计算

乙氧基的含量 (w_1)，以% (质量分数) 表示，按式 (A.1) 计算

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.00751}{m} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 ——滴定样品所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——干燥样品的质量，单位为克 (g)；

0.00751 ——与1 mL硫代硫酸钠标准滴定溶液相当的乙氧基的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)。

A.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后一位，两次平行测定结果的相对差值不大于 0.5%。



附 录 B
(规范性)
乙氧基含量的测定 (色谱法)

B.1 原理

通过氢碘酸与乙基纤维素中的乙氧基反应生成挥发性的碘乙烷,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,用氢火焰离子化检测器(FID)检测,用面积归一化法计算有关组分的含量。

B.2 试剂和材料

- B.2.1 氢碘酸。
B.2.2 正辛烷。
B.2.3 邻二甲苯。
B.2.4 碘乙烷。
B.2.5 己二酸。
B.2.6 氦气:纯度不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

B.3 仪器和设备

- B.3.1 气相色谱仪:应配有氢火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。
B.3.2 5 mL 耐压瓶。
B.3.3 电子天平:0.1 mg。
B.3.4 加热块:方型铝制加热模块,开有直径 20 mm,深 32 mm 的洞。
B.3.5 加热恒温振荡仪。
B.3.6 进样器:100 μ L, 10 μ L, 1 μ L。
B.3.7 吸量管:5 mL。
B.3.8 反应瓶:10 mL 顶空进样瓶。

B.4 试验条件

推荐的色谱柱和典型操作条件见表 B.1,其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 B.1 推荐的色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	不锈钢填充柱,固定相为二甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径	2 m×3 mm
柱温/°C	初始柱温 100 °C,保持 8 min,以 50 °C/min 升温至 230 °C,持续 2 min;
载气(氦气)流速/(mL/min)	20
汽化室温度/°C	230
检测器温度/°C	250
进样量/ μ L	1

B.5 试验步骤

B.5.1 溶液的制备

B.5.1.1 内标溶液的制备

称取 $2.5 \text{ g} \pm 0.0002 \text{ g}$ 正辛烷至 100 mL 容量瓶中，用邻二甲苯稀释至刻度。

B.5.1.2 参比溶液的制备

在反应瓶中倒入 $0.06 \text{ g} \sim 0.10 \text{ g}$ 己二酸， 2.0 mL 内标溶液， 2.0 mL 氢碘酸，上盖，密封反应瓶，并称量，用进样器注入 $50 \mu\text{L}$ 的碘乙烷后称量，振摇反应瓶，在暗处放置 $30 \text{ min} \sim 60 \text{ min}$ 后，取混合物上层液作为参比溶液。

B.5.1.3 样品溶液的制备

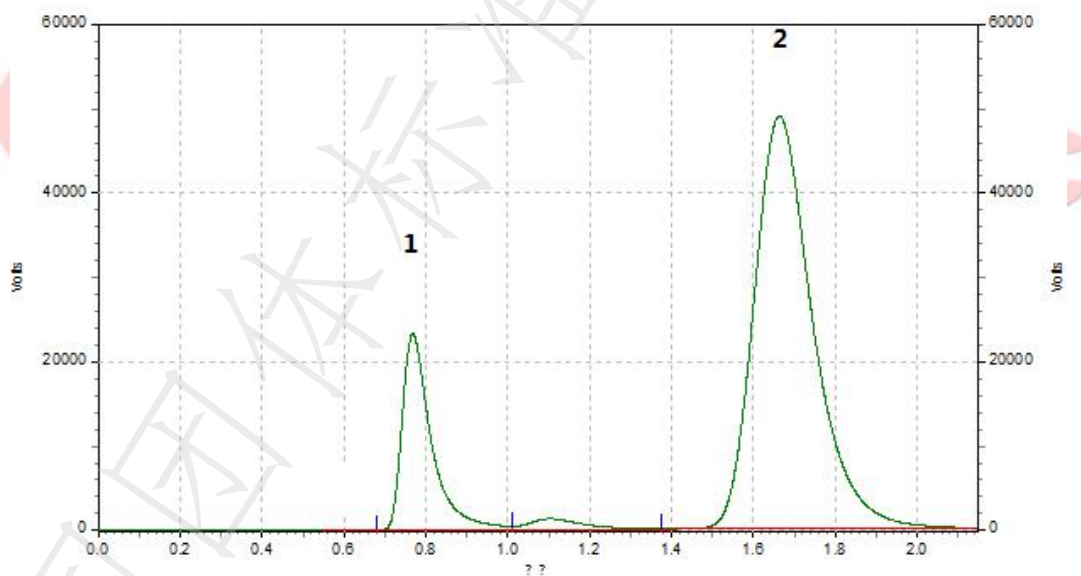
精密称取 $0.065 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ 样品倒入另一个反应瓶中，加 $0.06 \text{ g} \sim 0.10 \text{ g}$ 己二酸， 2.0 mL 内标溶液， 2.0 mL 氢碘酸，立即上盖，密封反应瓶，并称量，放在恒温振荡仪中恒温 $130 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ，保持 120 min ，冷却反应瓶，再次称量。如果内含物质量损失小于 0.50% ，则取混合物上层液为样品溶液。

B.5.2 操作方法

取参比溶液、样品溶液的上层液分别进平行样。

B.6 典型色谱图及各组分保留时间

B.6.1 样品含量测定的典型色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

1——碘乙烷；

2——正辛烷。

图B.1 乙氧基含量测定的典型色谱图

B.6.2 各组分保留时间见表B.2。

表 B.2 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	碘乙烷	0.768
2	正辛烷	1.663

B.7 结果计算

乙氧基的含量 (w_2)，以% (质量分数) 表示，按式 (B.1) 计算

$$w_2 = \frac{45}{156} \times \frac{m_0}{m_1} \times \frac{A_1}{Q_1} \times \frac{Q_0}{A_0} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

m_0 ——参比溶液中乙基碘的质量，单位为克 (g)；

m_1 ——样品的质量 (干物质)，单位为克 (g)；

A_1 ——样品溶液中乙基碘峰面积；

Q_1 ——样品溶液中正辛烷峰面积；

A_0 ——参比溶液中乙基碘峰面积；

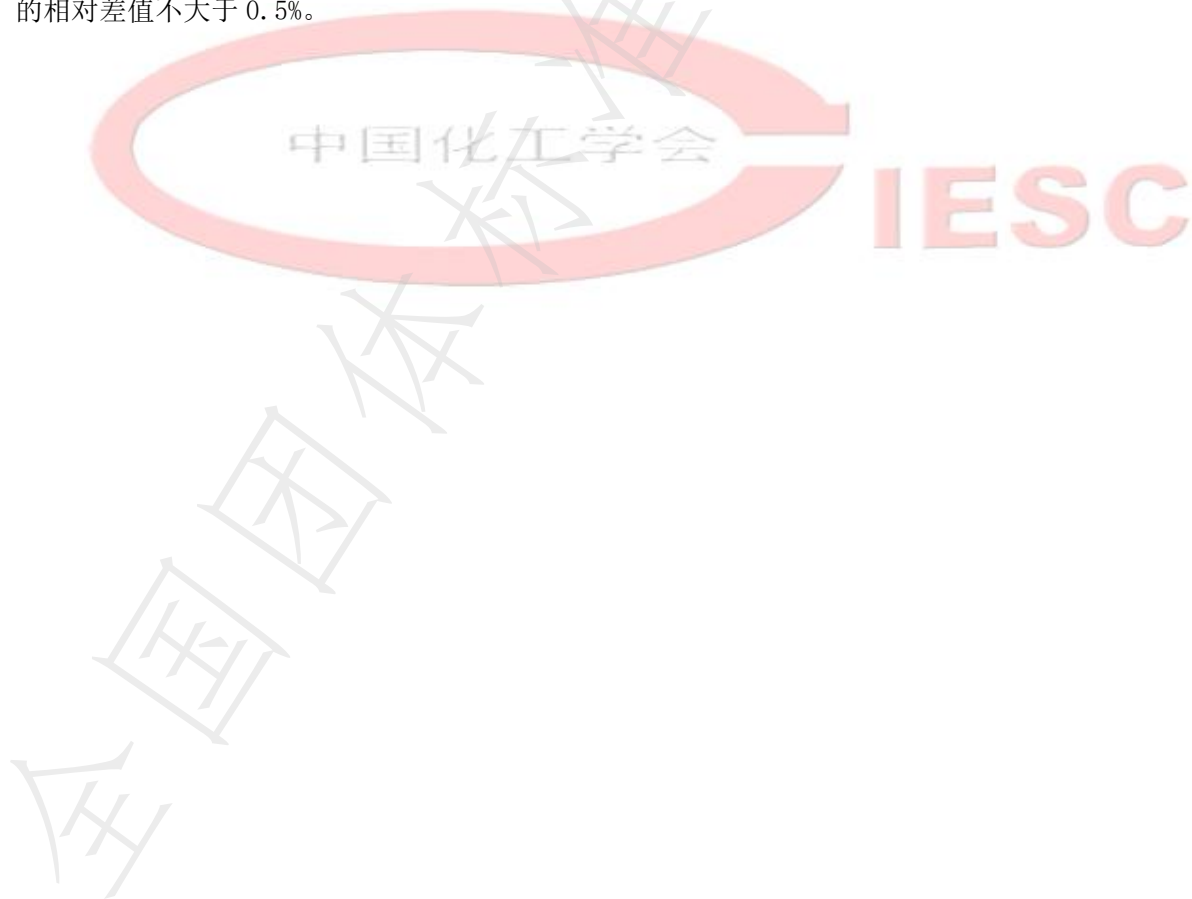
Q_0 ——参比溶液中正辛烷峰面积；

45 ——乙氧基的分子量；

156 ——碘乙烷的分子量。

B.8 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后一位，两次平行测定结果的相对差值不大于 0.5%。



附 录 C
(规范性)
干燥失重的测定

C.1 仪器

C.1.1 分析天平。

C.1.2 称量瓶：直径60 mm，高度30 mm。

C.1.3 烘箱。

C.2 试验步骤

称取试样2 g~4 g(准确至0.0001 g)于已恒重的称量瓶中。将称量瓶放入烘箱，调节温度为105 ℃~110 ℃，使样品烘干至恒重。

C.3 结果计算

试样干燥失重 (w_3)，以% (质量分数) 表示，按式 (C.1) 计算

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

m ——干燥前样品质量，单位为克 (g)；

m_1 ——干燥后样品质量，单位为克 (g)。

C.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后一位，两次平行测定结果的相对差值不大于 0.5%。

附录 D
(规范性)
灼烧残渣的测定

D.1 仪器

- D.1.1 瓷坩埚：50 mL。
D.1.2 高温炉：温度控制在650 °C ± 50 °C。
D.1.3 分析天平。

D.2 试验步骤

称取2 g（准确至0.0001 g）干燥试样，置于已在700 °C ~ 800 °C恒重的冷却至室温的洁净瓷坩埚中，在电炉上缓缓加热，直至样品完全碳化，冷却，用0.5 mL硫酸（密度为1.84 g/mL）湿润残渣，继续加热至硫酸蒸气逸尽，在700 °C ~ 800 °C的高温炉中灼烧至恒重。

D.3 结果计算

灼烧残渣（以硫酸盐计）（ w_4 ），以%（质量分数）表示，按式(D.1)计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

m_2 ——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）。

D.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

附录 E
(规范性)
粘度的测定

E.1 仪器

- E.1.1 NDJ-1型旋转式粘度计。
- E.1.2 白色具塞锥形瓶：125 mL。
- E.1.3 磁力搅拌器。
- E.1.4 恒温水浴箱。

E.2 试验步骤

- E.2.1 准确称量经100 °C~105 °C干燥2 h的样品5 g(精确到0.01 g)，放入125 mL白色具塞锥形瓶中，加95.00 g混合溶剂(95%乙醇:甲苯=1:4, g/g)，盖上塞子，在磁力搅拌器上进行搅拌，直到样品完全溶解。
- E.2.2 把白色具塞锥形瓶放进恒温水浴箱，在(25 °C±0.1 °C)温度下，保持1 h。
- E.2.3 用NDJ-1型旋转粘度计测定。

E.3 测定结果及允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，两次平行测定结果的相对差值不大于5%。

中国化工学会

IEESC

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。

中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层

邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194

网址：www.ciesc.cn