

ICS 71.080.80
G 17
备案号：54438—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4964—2016

工业用正丁醛

n-Butylaldehyde for industrial use

2016-04-05 发布

2016-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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有机化工分会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：山东省化工研究院、中国石油化工股份有限公司齐鲁分公司。

本标准参加起草单位：山东华鲁恒升化工股份有限公司、鲁西化工集团股份有限公司、天津渤化永利化工股份有限公司。

本标准主要起草人：邱娟、于朋玲、赵玉美、李世慧、张桂英、陈菊、隋芹、陈军。

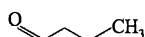
工业用正丁醛

1 范围

本标准规定了工业用正丁醛的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。本标准适用于由丙烯腈基合成法制得的工业用正丁醛。

分子式：C₄H₈O

结构式：



相对分子质量：72.11（按 2011 年国际相对原子质量）

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 190 危险货物包装标志

GB/T 2366 化工产品中水含量的测定 气相色谱法

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 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 工业用正丁醛应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
正丁醛, $w/\%$	≥ 99.0	≥ 97.0
异丁醛, $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.30
水分, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.20
正丁酸, $w/\%$	报告	

4 试验方法

警告：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。

HG/T 4964—2016

4.1 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 的三级水。

4.2 外观的测定

于具塞比色管中加入适量试样，在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 正丁醛、异丁醛和正丁酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管色谱柱，使其中各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测。采用校正面积归一化法计算各组分的含量，用测得的水分含量进行校正，得出正丁醛、异丁醛和正丁酸的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：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 的有关规定。

4.3.3.2 记录装置：色谱工作站。

4.3.3.3 进样器：1 μL 微量注射器或自动进样器。

4.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2，能达到同等分离程度的其他色谱柱及操作条件也可采用。典型色谱图见附录 A 图 A.1，相对保留时间见附录 A 表 A.1。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

固定相	聚乙二醇
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.32 mm×0.5 μm
柱箱温度/ $^{\circ}\text{C}$	初始温度 90 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min，然后以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 220 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min
进样口温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
柱流量/(mL/min)	2.0
分流比	50 : 1
进样量/ μL	0.6

4.3.5 分析步骤

根据仪器操作说明书，在色谱仪中安装并老化色谱柱。然后调节仪器至表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用微量注射器移取 0.6 μL ，按表 2 规定的条件进行分析，用色谱工作站处理计算结果。

相对校正因子的测定见附录 A.3。

4.3.6 结果的表述与计算

各组分的质量分数 w_i ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times (100 - w_{\text{H}_2\text{O}}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——试样中组分 i 的峰面积；

f_i ——组分 i 相对于正丁醛的相对校正因子；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——按本标准 4.4 测得的水分的质量分数，以 % 表示。

注：试样中未知组分的相对校正因子按邻近组分的相对校正因子计算。

4.3.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。正丁醛两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %，其他杂质两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %。

4.4 水分的测定

4.4.1 卡尔·费休法（仲裁法）

按 GB/T 6283 规定的方法进行，其中卡尔·费休试剂应为测定醛酮专用试剂。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.4.2 气相色谱法

按 GB/T 2366 的规定进行，其中典型色谱操作条件见附录 B 表 B.1，典型色谱图见附录 B 图 B.1。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

5 检验规则

5.1 本标准中第 3 章规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 d。

5.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行，所采试样总量不得少于 1 L。采样时应采取氮封等隔离空气的措施，保证采样、留样过程中样品不被氧化。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、等级、采样日期和采样者。一瓶供分析检验用，另一瓶保存 1 周备查。

5.4 检验结果的判定应按 GB/T 8170 的规定进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求，桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检测，灌装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品判定为不合格。

HG/T 4964—2016

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 产品包装容器上应涂有牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 质量等级；
- d) 批号或生产日期；
- e) 净含量；
- f) 厂址；
- g) 本标准编号；
- h) GB 190 规定的“毒性物质”和“易燃液体”标志。

6.2 产品应用于干燥、清洁的镀锌钢桶或不锈钢槽车密闭装运。槽车在灌装前必须经过清洗并采用氮封。也可用经国家有关部门认可的能确保安全的其他容器包装、灌装，并按该容器的有关安全监察、管理规定执行。

6.3 运输、装卸工作中必须按照危险货物运输规定进行。运输中应避免与硬物质相碰破损，防暴晒、雨淋，防高温；中途停留时应远离火种、热源、高温区；装运车辆排气管必须配备阻火装置。

6.4 桶装产品应存放于通风、干燥、温度低于 35℃ 的库房内，远离明火与氧化物。

7 安全

7.1 危险警告

工业用正丁醛为易燃液体，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂接触发生化学反应或引起燃烧。若遇高热，可发生聚合反应，放出大量热量而引起容器破裂和爆炸事故。其蒸气比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇火源会着火回燃。

该物质吸入、食入、经皮吸收对身体有害，对眼睛、皮肤、黏膜和呼吸道有强烈的刺激性作用。吸入后可引起喉、支气管的痉挛、水肿，化学性肺炎，肺水肿而致死。中毒表现有烧灼感、咳嗽、喘息、喉炎、气短、头痛、恶心、呕吐。低浓度接触对眼、鼻有刺激性，高浓度接触有麻痹作用以及引起支气管炎、肺炎、肺水肿，可致眼、皮肤灼伤，易经皮肤吸收。

7.2 安全措施

工业用正丁醛泄漏时，应撤离危险区域，尽量将泄漏液体收集在可密闭容器中，用砂土或惰性吸收剂吸收残液，并转移到安全场所，不要冲入下水道。着火时，用砂土、抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉灭火，用水灭火无效。

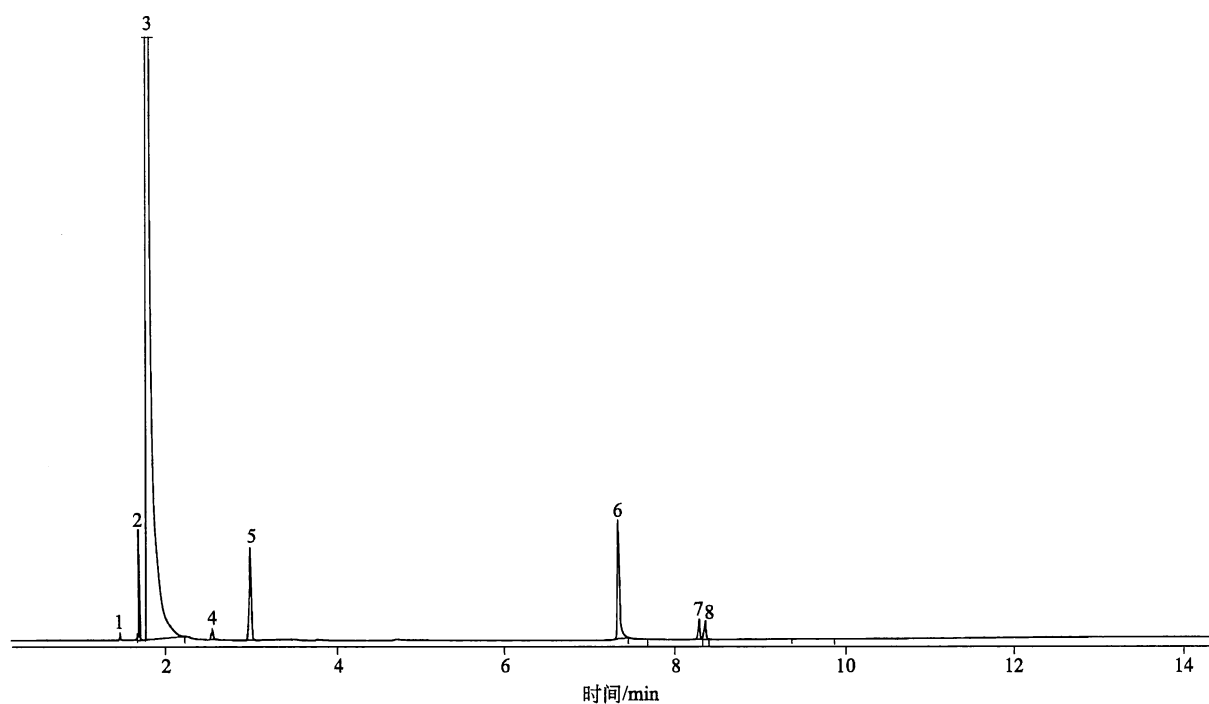
应避免工业用正丁醛与皮肤接触，如果接触，应脱去污染的衣服，用大量水冲洗皮肤或淋浴；如果溅到皮肤和眼睛里，应迅速用大量的清水或生理盐水冲洗，然后就医。如吸入，应到新鲜空气处休息，必要时就医；如食入，应漱口，饮足量温水进行催吐，必要时就医。

附录 A
(规范性附录)

正丁醛、异丁醛和正丁酸含量测定的典型色谱图，各组分的相对保留时间及相对校正因子的测定

A.1 典型色谱图

各组分含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——未知物 1；
- 2——异丁醛；
- 3——正丁醛；
- 4——异丁醇；
- 5——正丁醇；
- 6——正丁酸；
- 7——未知物 2；
- 8——未知物 3。

图 A.1 正丁醛、异丁醛和正丁酸含量测定的典型色谱图

A.2 相对保留时间

各组分的相对保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留时间

出峰顺序	组分名称	相对保留时间
1	未知物 1	0.82
2	异丁醛	0.95
3	正丁醛	1.00
4	异丁醇	1.44
5	正丁醇	1.68
6	正丁酸	4.14
7	未知物 2	4.67
8	未知物 3	4.72

A.3 相对校正因子的测定

A.3.1 试剂

正丁醛、异丁醛、异丁醇、正丁醇、正丁酸等，质量分数不小于 99.5 %。

A.3.2 校准用标准溶液的制备

用称量法配制正丁醛加欲测杂质的校准用标准溶液，各组分的称量均精确至 0.000 2 g，所配制的校准用标准溶液中杂质含量应与待测试样相近。配好的校准用标准溶液应立即进行测定。

A.3.3 相对校正因子的测定

在与测定样品相同的色谱分析条件下，将上述校准用标准溶液重复测定两次，将用于配制校准用标准溶液的正丁醛重复测定两次，取两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 。

A.3.4 相对校正因子的计算

各组分相对于正丁醛的相对校正因子 f_i ，按公式 (A.1) 计算：

$$f_i = \frac{A_s m_i}{(A_i - A_{i0}) m_s} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A_s ——校准用标准溶液中正丁醛的峰面积；

A_i ——校准用标准溶液中组分 i 的峰面积；

A_{i0} ——正丁醛中组分 i 的峰面积；

m_i ——校准用标准溶液中组分 i 的质量的数值，单位为克 (g)；

m_s ——校准用标准溶液中正丁醛的质量的数值，单位为克 (g)。

附 录 B
(规范性附录)

气相色谱法测定工业用正丁醛中水分的典型色谱操作条件及典型色谱图

B.1 色谱柱及色谱操作条件

气相色谱法测定工业用正丁醛中水分的典型色谱操作条件见表 B.1。色谱柱及色谱操作条件可做适当变动，但应得到合适的分离度。

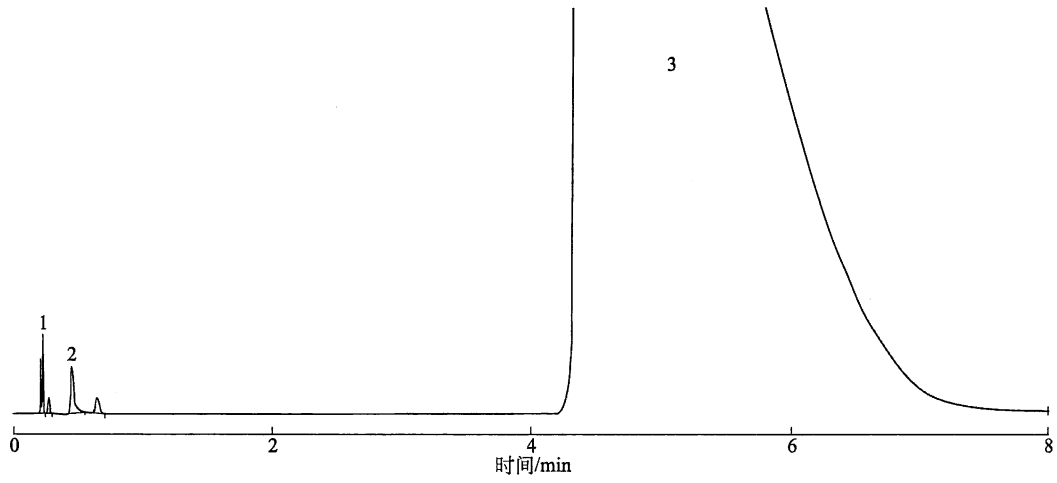
表 B.1 气相色谱法测定工业用正丁醛中水分的典型色谱操作条件

固定相	二乙烯基苯、苯乙烯等共聚物
柱长×柱内径	2 m×2 mm
柱温/℃	120
进样口温度/℃	230
检测器温度/℃	250
检测器	TCD
载气	氢气(H ₂)
柱流量/(mL/min)	15
进样量/μL	2.0

B.2 典型色谱图

气相色谱法测定工业用正丁醛中水分的典型色谱图见图 B.1。

HG/T 4964—2016



说明：
1——空气；
2——水；
3——正丁醛。

图 B.1 气相色谱法测定工业用正丁醛中水分的典型色谱图