

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5624~5627—2019

工业用四羟甲基硫酸磷、 工业用四羟甲基氯化磷、工业用乙酸甲酯 和工业用甲基异丁基酮 (MIBK) (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5624—2019	工业用四羟甲基硫酸磷	(1)
HG/T 5625—2019	工业用四羟甲基氯化磷	(11)
HG/T 5626—2019	工业用乙酸甲酯	(21)
HG/T 5627—2019	工业用甲基异丁基酮 (MIBK)	(37)

ICS 71.080.70
G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5626—2019

工业用乙酸甲酯

Methyl acetate for industrial use

2019-12-24 发布

2020-07-01 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技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：中国石化集团重庆川维化工有限公司、安徽皖维高新材料股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：贺举、李彬、范彦如、杨晓兰、杨青、孙先武、丁守明、辛春。

工业用乙酸甲酯

警示——本标准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

本标准规定了工业用乙酸甲酯的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于聚乙烯醇行业副产的工业用乙酸甲酯以及以醋酸与甲醇合成工艺生产的工业用乙酸甲酯。

分子式： $\text{CH}_3\text{COOCH}_3$

结构式：



相对分子质量：74.08（按 2016 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 2013 液体石油化工产品密度测定法

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

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 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

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

SH/T 1628.4 工业用乙酸乙烯酯酸度的测定 滴定法

3 分型

工业用乙酸甲酯分为：I 型和 II 型。I 型包括聚乙烯醇行业副产的工业用乙酸甲酯、以醋酸与甲醇合成工艺生产的工业用乙酸甲酯，I 型的纯度 $\geq 99.00\%$ ；II 型为聚乙烯醇行业副产的纯度 $\geq 76.0\%$ 的工业用乙酸甲酯。

4 要求

4.1 外观

无色透明液体，无机械杂质。

4.2 技术指标

工业用乙酸甲酯质量应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	I 型		II 型
	优等品	合格品	合格品
色度/Hazen 单位 (铂-钴色号) \leq	10		15
密度 (ρ_{20})/(g/cm ³)	0.932~0.935	0.931~0.936	—
乙酸甲酯, $w/\%$ \geq	99.90	99.0	76.0
水分, $w/\%$ \leq	0.03	0.10	0.05
酸 (以 CH ₃ COOH 计), $w/\%$ \leq	0.005		0.005
甲醇, $w/\%$ \leq	—		24.0
蒸发残渣, $w/\%$ \leq	0.05		—

5 试验方法

5.1 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。

5.2 外观的测定

于 100 mL 具塞比色管中加入试验样品, 在日光灯或日光下目测。

5.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定执行。

5.4 密度的测定

按 GB/T 2013 的规定执行。

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值差值不大于 0.002 g/cm³。

5.5 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的卡尔·费休直接电量滴定法执行。

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值差值不大于 0.002%。

5.6 酸 (以 CH₃COOH 计) 的测定

按 SH/T 1628.4 的规定执行。

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值差值不大于 0.001%。

5.7 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 的规定执行。

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值差值不大于 0.002%。

5.8 工业用乙酸甲酯 I 型中乙酸甲酯含量的测定

5.8.1 方法提要

在选定的色谱工作条件下，将样品注入色谱柱，试样经汽化在毛细管色谱柱内分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用内标法定量，测定工业用乙酸甲酯中有机杂质含量，通过差减有机杂质含量、水分、酸含量、蒸发残渣计算乙酸甲酯含量。

5.8.2 试剂

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

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

5.8.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.8.2.4 丙酮。

5.8.2.5 甲醇。

5.8.2.6 乙酸甲酯：乙酸甲酯的质量分数 \geq 99.95%。

5.8.2.7 乙醛。

5.8.2.8 乙醇。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 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 中的有关规定。

5.8.3.2 色谱工作站或记录仪。

5.8.3.3 微量注射器：1 μ L。

5.8.3.4 容量瓶：100 mL，25 mL。

5.8.4 色谱柱及色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱、典型色谱操作条件、典型色谱图、各组分保留时间见附录 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。

5.8.5 分析步骤

5.8.5.1 乙醇内标溶液的配制

移取 10.00 mL 乙醇于已称量的清洁、干燥的 100 mL 容量瓶中，用乙酸甲酯稀释至刻度。

5.8.5.2 标准母液的配制

于已称量的清洁、干燥的 100 mL 容量瓶中，以乙酸甲酯为底液，配制乙醛、甲醇、丙酮浓度分别为 0.8 mg/mL、4.0 mg/mL、0.8 mg/mL 的标准母液。

5.8.5.3 标准溶液的配制

于 6 个已称量的清洁、干燥的 25 mL 容量瓶中分别移取标准母液（5.8.5.2）0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL，再分别加入 100 μ L 乙醇内标溶液（5.8.5.1），用乙酸甲酯稀释至刻度，称量（精确至 0.1 mg），混匀。

5.8.5.4 标准溶液的测定

按附录 A.1 色谱操作条件，用微量注射器取 1 μ L 标准溶液（5.8.5.3），进样分析。

5.8.5.5 相对校正因子的计算

组分 i 的相对校正因子 f_i ，按公式（1）计算：

$$f_i = \frac{m_i A_E}{m_E A_i} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_i ——标液中组分 i 的质量的数值，单位为克（g）；
- A_E ——标液中内标物乙醇的峰面积；
- m_E ——标液中内标物乙醇的质量的数值，单位为克（g）；
- A_i ——标液中组分 i 的峰面积（扣除空白后）。

5.8.5.6 样品的测定

准确吸取 25 mL 样品于 25 mL 容量瓶中，准确加入 100 μ L 乙醇内标溶液（5.8.5.1），混匀。用微量注射器取 1 μ L 样品，进样分析。

5.8.5.7 结果计算

工业用乙酸甲酯 I 型中有机杂质组分 i （乙醛、甲醇、丙酮等）含量以质量分数 w_i 计，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{A_i f_i m_E}{A_E m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- A_i ——样品中有机杂质 i 的峰面积；
- f_i ——组分 i 的相对校正因子；
- m_E ——内标物乙醇的质量的数值，单位为克（g）；
- A_E ——样品中内标物乙醇的峰面积；
- m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

工业用乙酸甲酯 I 型中乙酸甲酯含量以质量分数 w 计，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w = 100 - (w_1 + w_2 + w_3 + \sum w_i) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w_1 ——样品中水的质量分数，以 % 表示；

w_2 ——样品中游离酸的质量分数，以%表示；

w_3 ——样品中蒸发残渣的质量分数，以%表示；

w_i ——样品中有机杂质组分*i*的质量分数，以%表示。

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值差值不大于0.05%。

5.9 工业用乙酸甲酯Ⅱ型中乙酸甲酯含量、甲醇含量的测定

5.9.1 方法提要

在选定的色谱工作条件下，将样品注入色谱柱，试样经汽化在毛细管色谱柱内分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用校正面积归一化法定量。

5.9.2 试剂、仪器、色谱柱及色谱操作条件

按5.8.2、5.8.3、5.8.4进行。

5.9.3 分析步骤

5.9.3.1 标准溶液的配制

于5个已称量的清洁、干燥的25 mL容量瓶中分别称取甲醇约0.5 g、1 g、2 g、4 g、8 g（精确至0.1 mg），用乙酸甲酯分别稀释至刻度，称量（精确至0.1 mg），混匀。

5.9.3.2 定量校正因子的测定

按表A.1色谱操作条件，用微量注射器取1 μL标准溶液（5.9.3.1），进样分析。

5.9.3.3 定量校正因子的计算

甲醇的绝对校正因子 f_1 ，按公式（4）计算：

$$f_1 = \frac{w_1}{A_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_1 ——标准溶液中甲醇的质量分数，以%表示；

A_1 ——标准溶液中甲醇的峰面积。

乙酸甲酯的绝对校正因子 f_2 ，按公式（5）计算：

$$f_2 = \frac{w_2}{A_2} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

w_2 ——标准溶液中乙酸甲酯的质量分数，以%表示；

A_2 ——标准溶液中乙酸甲酯的峰面积。

5.9.4 样品分析

按表A.1色谱操作条件，用微量注射器取1 μL样品，进样分析。

5.9.5 结果计算

工业用乙酸甲酯Ⅱ型中组分*i*（甲醇、乙酸甲酯）含量以质量分数 w_i 计，数值以%表示，按公式（6）计算：

$$w_i = \frac{A_i f_i}{\sum A_i f_i} (100 - w_1) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- A_i ——样品中组分 i 的峰面积；
- f_i ——组分 i 相对乙酸甲酯的校正因子；
- w_1 ——5.5 中测定的水分。

乙酸甲酯测定结果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值差值不大于 0.3%。甲醇测定结果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值差值不大于 0.3%。

6 检验规则

6.1 本标准第 4 章要求中的全部项目为型式检验项目。其中，外观、色度、密度、乙酸甲酯、水分、酸、甲醇含量为出厂检验项目。

正常情况下，每月应进行一次型式检验。
有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产重新恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 合同规定。

6.2 在原材料、工艺不变的条件下，以每班的产量或每贮槽为一批。

6.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 中常温下为流动态液体的规定进行。所采样品总量不得少于 2 L。将样品充分混匀后，分装于两个干燥、清洁的带有磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、取样日期。一瓶作为分析检验用，另一瓶供备查用。

6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果全部符合本标准要求时，判定该批产品出厂检验合格；检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍数量的包装单元采样、检验，罐装产品应重新多点采样、检验，重新检验的结果有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用乙酸甲酯产品包装容器上应涂有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 本标准编号；
- d) GB 190 规定的“易燃液体”标志¹⁾。

1) 安全章节参见附录 B。

7.1.2 每一批出厂的工业用乙酸甲酯都应附有质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品型号；
- e) 产品质量等级；
- f) 本标准编号。

7.2 包装

工业用乙酸甲酯应用清洁、干燥的钢制槽车、槽船包装，包装容器应严加密封。

7.3 运输

工业用乙酸甲酯产品在运输过程中应遵守国家有关危险货物运输的各项有关规定。

7.4 贮存

工业用乙酸甲酯贮存在干燥、通风、低温的危险品仓库中，避免日光直接照射，并隔绝热源和火种；工业用乙酸甲酯贮存罐区应设置防火堤和消防设施，夏季高温季节应采取喷淋降温。

附 录 A
(规范性附录)

工业用乙酸甲酯典型色谱操作条件、典型色谱图及各组分保留时间

A.1 工业用乙酸甲酯典型色谱操作条件

工业用乙酸甲酯典型色谱操作条件如表 A.1 所示。

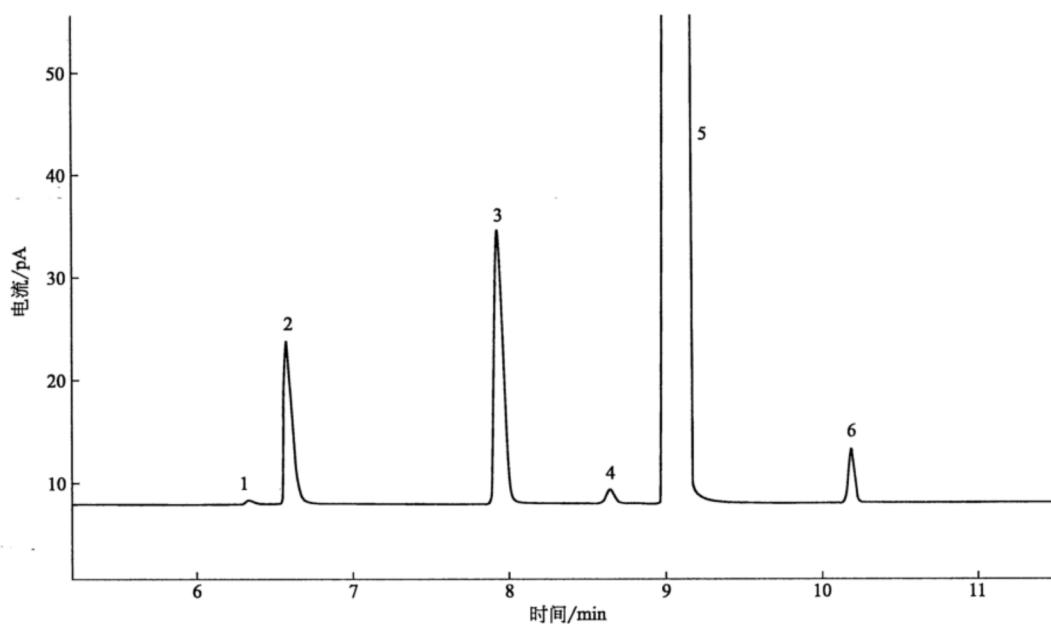
表 A.1 典型色谱操作条件

检测器	氢火焰离子化检测器
色谱柱固定相	6%氰丙基苯+94%二甲基硅氧烷
色谱柱：柱长/柱内径/液膜厚度	60 m×0.32 mm×1.8 μm
柱温	初温 40℃，保持 5 min；升温速率 20℃/min；终温 120℃，保持 5 min
汽化室温度/℃	150
检测器温度/℃	250
载气（N ₂ ）流量/(mL/min)	1.5
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	30
尾吹/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
进样量/μL	1

A.2 工业用乙酸甲酯 I 型典型色谱图及各组分保留时间

A.2.1 工业用乙酸甲酯 I 型典型色谱图

工业用乙酸甲酯 I 型典型色谱图如图 A.1 所示。



说明：

- 1——乙醛；
 2——甲醇；
 3——乙醇（内标）；
 4——丙酮；
 5——乙酸甲酯；
 6——未知杂质。

图 A.1 工业用乙酸甲酯 I 型典型色谱图

A.2.2 工业用乙酸甲酯 I 型各组分保留时间

工业用乙酸甲酯 I 型各组分保留时间见表 A.2。

表 A.2 工业用乙酸甲酯 I 型各组分保留时间

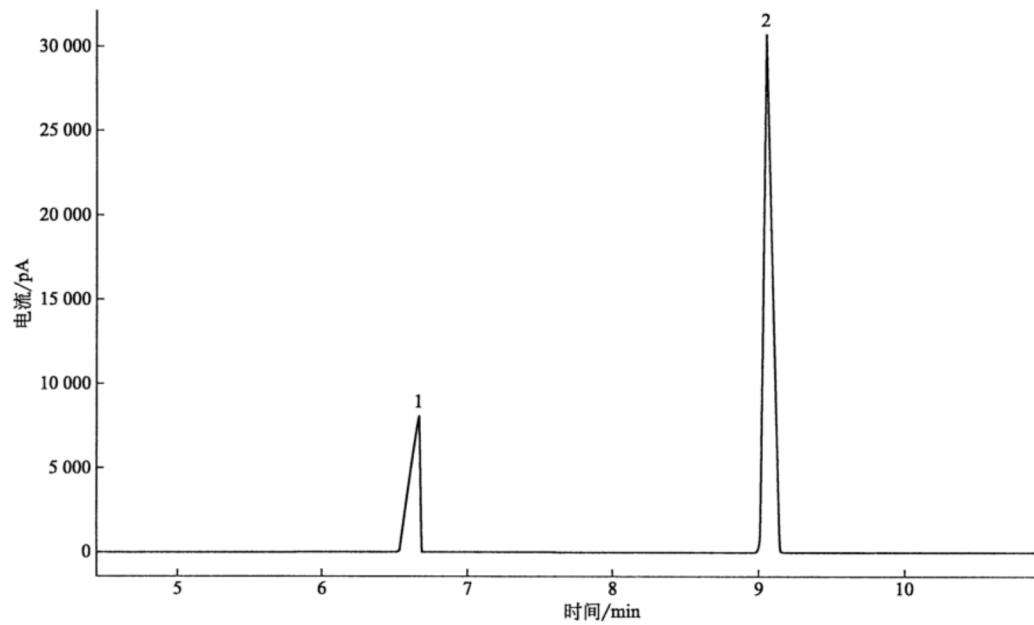
峰序号	组 分	保留时间/min
1	乙醛	6.3
2	甲醇	6.6
3	乙醇（内标）	7.9
4	丙酮	8.6
5	乙酸甲酯	9.1
6	未知杂质	10.2

A.3 工业用乙酸甲酯 II 型典型色谱图及各组分保留时间

A.3.1 工业用乙酸甲酯 II 型典型色谱图

工业用乙酸甲酯 II 型典型色谱图如图 A.2 所示。

(33)



说明:

1——甲醇;

2——乙酸甲酯。

图 A.2 工业用乙酸乙酯Ⅱ型典型色谱图

A.3.2 工业用乙酸甲酯Ⅱ型各组分保留时间

工业用乙酸甲酯Ⅱ型各组分保留时间见表 A.3。

表 A.3 工业用乙酸甲酯Ⅱ型各组分保留时间

峰序号	组 分	保留时间/min
1	甲 醇	6.6
2	乙酸甲酯	9.1

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

工业用乙酸甲酯是无色易燃液体，闪点为 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，爆炸极限为 $3.1\%\sim 16.0\%$ （体积分数）。其蒸气与空气混合形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂能发生反应。其蒸气比空气重，遇明火能引起回燃。若遇高热，容器内压增大，有开裂和爆炸危险。

对眼有刺激作用。接触本品蒸气引起眼灼热感、流泪、进行性呼吸困难、心悸、忧郁、头晕等。可引起视神经萎缩。

B.2 安全措施

工业用乙酸甲酯着火时采用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土灭火。用水灭火无效，但可用水保持火场中容器冷却。

接触工业用乙酸甲酯产品的人员应熟悉乙酸甲酯的安全规程及防护措施，以保证安全。
