

ICS 71.080.70
G 17
备案号: 48622—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4777—2014

工业用乙酸仲丁酯

Sec-butyl acetate for industrial use

2014-12-31 发布

2015-06-01 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。

本标准负责起草单位：湖南瑞源石化股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、湖南中创化工股份有限公司。

本标准参加起草单位：大庆油田飞马有限公司油脂分公司、潍坊亿兴化工科技有限公司、南京百润化工有限公司、九江齐鑫化工有限公司、茂名石化实华股份有限公司。

本标准主要起草人：李园园、白萌萌、张杰、王建芝、刘郁东、郭燕玲、王新、袁学芹、张金兰、吉粉琴、曹光明。

工业用乙酸仲丁酯

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

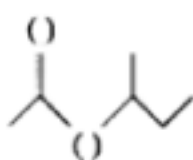
1 范围

本标准规定了工业用乙酸仲丁酯的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全等。

本标准适用于以乙酸和碳四烃类混合物制得的工业用乙酸仲丁酯。

分子式： $C_6H_{12}O_2$

结构式：



相对原子质量：116.16（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 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制品的制备
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（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 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- 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 液体化工产品采样总则
- 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
- GB/T 12717 工业用乙酸酯类试验方法

3 要求

- 3.1 外观：无色透明液体，无可见机械杂质。
- 3.2 工业用乙酸仲丁酯指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
乙酸仲丁酯含量, $w/\%$	≥ 99.0	98.0
仲丁醇含量, $w/\%$	≤ 0.10	0.20
水分, $w/\%$	≤ 0.10	
酸度(以乙酸计), $w/\%$	≤ 0.01	
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10	
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.005	0.01
密度(20℃)/(g/cm ³)	0.868~0.876	0.862~0.876
气味 ^a	符合特征气味,无异味,无残留气味	
^a 气味可根据供需双方要求检测。		

4 试验方法

警示：试验方法规定的一些试验过程可能会导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

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 GB/T 6682 规定的三级水。

分析中使用的标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

按 GB/T 12717 规定的方法进行。

4.3 乙酸仲丁酯及仲丁醇含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱条件下试样被载气带入色谱柱，试样中各组分在色谱柱上实现分离，并依次进入检测器检测。利用校正面积归一化法进行定量，计算出乙酸仲丁酯和其他杂质的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 乙酸仲丁酯。

4.3.2.2 仲丁醇。

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

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

4.3.2.5 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：配有分流进样口、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，仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.3.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.3.3.3 微量注射器：1 μL。

4.3.4 色谱柱及分析条件

色谱柱分析条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录中图 A.1 和表 A.1。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。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	100 %二甲基聚硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×0.53 mm×5 μm
柱温	50 ℃保持 3 min,以 5 ℃/min 升到 110 ℃,保持 3 min, 再以 10 ℃/min 升到 150 ℃,保持 6 min
进样口温度/℃	180
检测器温度/℃	250
载气流量(N ₂)/(mL/min)	5
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	10 : 1
进样量/μL	0.2

4.3.5 分析步骤

启动气相色谱仪，参照表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后准备进样分析。用微量注射器进样分析，用色谱工作站处理计算结果。

4.3.6 结果计算

被测组分的质量分数 w_i ，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times (100 \% - w_1 - w_2) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

f_i —— i 组分的相对质量校正因子，见附录 B；

A_i —— i 组分的峰面积；

w_1 ——4.4 中测得的水的质量分数；

w_2 ——4.5 中测得的酸度的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。乙酸仲丁酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %，仲丁醇两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

4.4 水分的测定

按 GB/T 12717 规定的方法进行。以卡尔·费休库仑法为仲裁方法。

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这两个测定值的算术平均值的 10 %。

4.5 酸度的测定

按 GB/T 12717 规定的方法进行。

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 0.001 %。

4.6 色度的测定

按 GB/T 3143 规定的方法进行。

4.7 密度的测定

按 GB/T 4472 规定的密度计法进行。

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 0.000 5 g/cm³。

4.8 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 规定的方法进行。

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 0.000 5 %。

4.9 气味

按 GB/T 12717 规定的方法进行。

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。其中，出厂检验项目为外观和表 1 中的乙酸仲丁酯含量、仲丁醇含量、水分、酸度，应逐批进行检验。型式检验项目为第 3 章中所有项目，在正常生产的情况下 3 个月进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产的试验定型鉴定；
- b) 正式生产后，产品的结构、主要部件或元器件、生产工艺等有较大改变，可能影响产品的性能时；
- c) 产品停产 1 年以上恢复生产时；
- d) 发生重大质量事故时；
- e) 质量监督机构依法提出要求时。

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个组批，但若干个生产批次构成一个检验批的时间通常不超过 1 周。

5.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 进行，采样总量不少于 1 L。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口的玻璃瓶中，贴上标签，注明采样地点、产品名称、采样日期和采样者，一瓶供分析检验用，另一瓶保存、备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准的要求，罐装产品应重新加倍采样，桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项不符合本标准的要求，则整批产品应作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用乙酸仲丁酯的包装容器上应有清晰、牢固的标志，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品等级；
- d) 厂址；
- e) 批号和生产日期；
- f) 净含量；
- g) 本标准编号；
- h) GB 190 规定的“易燃液体”标志。

6.1.2 生产厂应保证所有出厂产品符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品等级；
- d) 批号和生产日期；
- e) 产品检验结果或检验结论；

f) 本标准编号等。

6.2 包装

工业用乙酸仲丁酯应用清洁、干燥且罐体材料为不锈钢或碳钢的槽罐车或清洁、干燥、牢固的钢桶包装，或按用户要求进行包装。

6.3 运输

工业用乙酸仲丁酯运输时应有遮盖物，防止暴晒。运输、装卸过程中，运输、装卸应按照危险货物运输规定进行。

6.4 贮存

工业用乙酸仲丁酯应贮存在阴凉、通风、干燥的场所，也可存放在贮罐中。贮存过程中应注意远离火源，防潮，与强氧化剂、强碱、强酸分开存放。

7 安全

7.1 安全警告

工业用乙酸仲丁酯属于中闪点的易燃液体，闪点 19℃（闭口），熔点 -98.9℃，沸点 112.3℃。与氧化剂能发生强烈反应。其蒸气比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇明火引着会燃。

该物质对眼及上呼吸道黏膜有刺激性；有麻醉作用；可引起皮肤干燥，并可通过完整的皮肤吸收。

7.2 安全措施

乙酸仲丁酯的贮罐周围应设围堤，防止其泄漏。一旦泄漏，迅速撤离泄漏污染区人员至安全区，并进行隔离，严格限制出入。切断火源。应急处理人员应戴自给正压式呼吸器，穿消防防护服。尽可能切断泄漏源，防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。乙酸仲丁酯着火时，应用二氧化碳、抗溶性泡沫、干粉、砂土灭火。

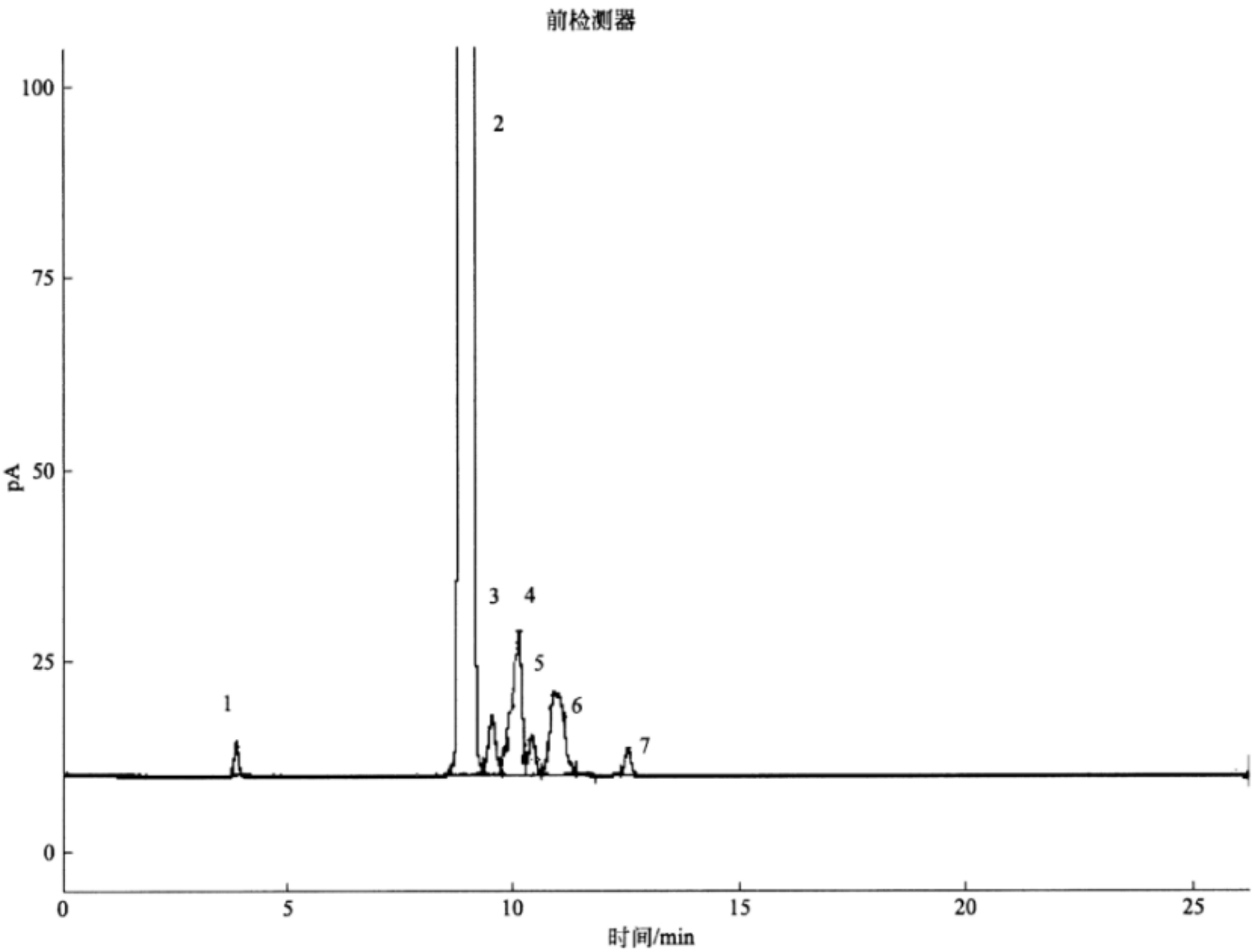
应避免乙酸仲丁酯与皮肤接触，如果接触，应脱去被污染的衣着，用肥皂水和清水彻底清洗皮肤。如果溅到眼睛里，应先用流动清水或生理盐水冲洗，然后就医。如吸入，迅速脱离现场到空气新鲜处；保持呼吸畅通；如呼吸困难，给输氧；如呼吸停止，立即进行人工呼吸，就医。如食入，饮足量温水，催吐，就医。

附 录 A
(规范性附录)

乙酸仲丁酯测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 乙酸仲丁酯测定的典型色谱图

工业用乙酸仲丁酯测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

1 仲丁醇；

2 乙酸仲丁酯；

3~7 异构碳八烯烃。

图 A.1 工业用乙酸仲丁酯的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

工业用乙酸仲丁酯测定各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰号	保留时间/min	组分名称	相对保留值
1	3.871	仲丁醇	0.43
2	8.985	乙酸仲丁酯	1.00
3	9.532	异构碳八烯烃	1.06
4	10.130	异构碳八烯烃	1.13
5	10.418	异构碳八烯烃	1.16
6	11.017	异构碳八烯烃	1.23
7	13.364	异构碳八烯烃	1.49

附 录 B
(规范性附录)
相对质量校正因子的测定

B.1 相对质量校正因子的测定

测定已知含量的乙酸仲丁酯和仲丁醇等组分组成的标准混合物，仲丁醇或其他杂质组分与乙酸仲丁酯的响应值之比即为其相对质量校正因子。各组分相对质量校正因子见表 B.1。

表 B.1 相对质量校正因子

组分名	仲丁醇	乙酸仲丁酯	异构碳八烯烃
相对质量校正因子	0.95	1.00	0.59

B.2 相对质量校正因子的定期测定

B.2.1 分析步骤

使用清洁、干燥、可以密封的磨口瓶，用准确称量的方法加入一定量的乙酸仲丁酯样品（纯度大于 99.5 %）及被测组分的分析纯试剂，按与被测样品相同的试验条件进行测定。

B.2.2 相对校正因子的计算

各组分相对乙酸仲丁酯的校正因子 f_i ，按公式 (B.1) 计算：

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

..... (B.1)

式中：

- A_s ——乙酸仲丁酯的峰面积；
- m_i ——组分 i 的质量；
- A_i ——组分 i 的峰面积；
- m_s ——乙酸仲丁酯的质量；
- A_{i0} ——所测组分平均本底面积。

B.2.3 相对校正因子的定期测定

相对质量校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

中华人民共和国
化工行业标准
工业用乙酸仲丁酯
HG/T 4777—2014

出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部
880mm×1230mm 1/16 印张1 字数18.9千字
2015年4月北京第1版第1次印刷
书号：155025·2006

购书咨询：010-64518888
售后服务：010-64518899
网址：<http://www.cip.com.cn>
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00元 版权所有 违者必究