

ICS 71.080.70
G 17
备案号: 54443—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4989—2016

工业用 γ -丁内酯

γ -Butyrolactone 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技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：迈奇化学股份有限公司。

本标准参加起草单位：四川天华富邦有限责任公司、山东汇盈新材料科技有限公司、中盐安徽红四方股份有限公司。

本标准主要起草人：闫广学、宋国全、吴正岭、吴彦彬、杨素阁、周志明、许学仁、罗守元。

工业用 γ -丁内酯

1 范围

本标准规定了工业用 γ -丁内酯的要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于由 1,4-丁二醇脱氢或顺酐加氢法生产的工业用 γ -丁内酯。

分子式：C₄H₆O₂

结构式：



相对分子质量：86.09（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/T 325.1 包装容器 钢桶 第一部分：通用技术要求

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 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

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

GB/T 13508 聚乙烯吹塑桶

GB/T 14642 工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、亚硝酸根、硝酸根和硫酸根的测定 离子色谱法

GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 要求

3.1 外观

无色透明液体，无可见杂质。

HG/T 4989—2016

3.2 技术要求

工业用 γ -丁内酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目			指 标			
			电子级	优等品	合格品	
γ -丁内酯, $w/\%$			\geq	99.9	99.7	99.5
水分, $w/\%$			\leq	0.03	0.05	0.10
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)			\leq	10	10	30
1,4-丁二醇, $w/\%$			\leq	0.05	0.10	—
四氢呋喃, $w/\%$			\leq	0.05	—	—
乙缩醛, $w/\%$			\leq	0.005	—	—
酸值(以丁酸计), $w/\%$			\leq	0.03	0.05	—
阴离子	Cl^- /(mg/kg)	\leq	0.30	—	—	
	SO_4^{2-} /(mg/kg)	\leq	1.00	—	—	
	NO_3^- /(mg/kg)	\leq	1.00	—	—	
金属离子	Fe/(mg/kg)	\leq	0.05	—	—	
	Cu/(mg/kg)	\leq	0.05	—	—	
	Zn/(mg/kg)	\leq	0.05	—	—	
	Pb/(mg/kg)	\leq	0.05	—	—	
	Na/(mg/kg)	\leq	0.50	—	—	
	K/(mg/kg)	\leq	0.50	—	—	

4 试验方法

4.1 警告

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

4.2 一般规定

试验方法所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

试验方法所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观

取适量样品于比色管中, 在自然光下或日光灯下目视观察。

4.4 γ -丁内酯、1,4-丁二醇、四氢呋喃、乙缩醛含量的测定

4.4.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱条件下，试样经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离，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。

4.4.2 试剂

- 4.4.2.1 氦气或氮气：体积分数大于 99.99 %。
- 4.4.2.2 氢气：体积分数大于 99.99 %。
- 4.4.2.3 空气：无腐蚀性杂质，经过脱油、脱水处理。

4.4.3 仪器

- 4.4.3.1 气相色谱仪：配氢火焰离子化检测器（FID），整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 9722 的规定，仪器线性范围满足试验要求。
- 4.4.3.2 记录仪：色谱数据工作站或色谱数据处理机。
- 4.4.3.3 进样器：自动进样器或 5 μ L、10 μ L 微量注射器。

4.4.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图、各组分相对保留值和相对校正因子见附录 A。其他能够达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	键合交联聚乙二醇-20M (PEG-20M)
色谱柱	熔融石英毛细管柱 30 m \times 0.32 mm \times 0.5 μ m (柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度)
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	250
检测器温度/ $^{\circ}$ C	250
柱箱温度	程序升温：初温 60 $^{\circ}$ C，保持 2 min，以 10 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 120 $^{\circ}$ C，再直接以 5 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 180 $^{\circ}$ C，保持 5 min
载气(He 或 N ₂)流量/(mL/min)	2.0 (He)或 1.4 (N ₂)
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
尾吹气(He 或 N ₂)流量/(mL/min)	25
进样量/ μ L	0.2
分流比	40 : 1

4.4.5 分析步骤

根据仪器说明书，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。根据各组分色谱峰面积和其校正因子，采用校正面积归一法定量。

HG/T 4989—2016

校正因子的测定见附录 A 的 A.3。

4.4.6 结果计算

γ -丁内酯、1,4-丁二醇、四氢呋喃、乙缩醛的质量分数 w_i ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

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

式中：

A_i ——组分 i 的色谱峰面积；

f_i ——组分 i 的相对校正因子；

w_1 ——本标准 4.5 中测得的水分的质量分数，以 % 表示。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。 γ -丁内酯含量的两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %；其他组分含量的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 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果。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 %。

4.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.7 酸值的测定

4.7.1 方法提要

称取一定量的试样，用中性无水乙醇溶解，氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定，以酚酞为指示剂。根据氢氧化钾乙醇标准滴定溶液消耗的量，计算试样中的酸值（以丁酸计）。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 无水乙醇。

4.7.2.2 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.3 酚酞指示剂：10 g/L。

4.7.3 仪器

微量碱式滴定管：10 mL，分度值 0.05 mL。

4.7.4 分析步骤

量取 50 mL 无水乙醇，置于干燥的锥形瓶中，加入 3 滴～5 滴酚酞指示剂，加热至微沸腾，趁热用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈淡粉红色，并保持 15 s 不褪色，得中性无水乙醇。

称取约 20 g γ -丁内酯试样，精确至 0.000 1 g。置于热的中性无水乙醇中，溶解。用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定，滴定中充分摇动，滴定至溶液呈淡粉红色，并保持溶液颜色 15 s 不褪色，记录所消耗的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积。

4.7.5 结果计算

酸值（以丁酸计）的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{V_c M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——试样消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

M ——丁酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=88.1$ ）。

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差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10 %。

4.8 阴离子的测定

4.8.1 方法提要

采用离子色谱仪法。在推荐的色谱操作条件下，试样通过淋洗液的带动经色谱柱使其中的阴离子分离，用电导检测器检测，工作曲线法定量。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 水：符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.8.2.2 氯离子（ Cl^- ）标准贮备液：100 mg/L。

按 GB/T 14642 的要求配制，并稀释 10 倍。

4.8.2.3 硝酸根离子（ NO_3^- ）标准贮备液：100 mg/L。

按 GB/T 14642 的要求配制，并稀释 10 倍。

4.8.2.4 硫酸根离子（ SO_4^{2-} ）标准贮备液：100 mg/L。

按 GB/T 14642 的要求配制。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 离子色谱仪：配备电导检测器，整机配置有抑制器，整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 14642 的有关规定，仪器线性范围满足试验要求。

4.8.3.2 淋洗液泵。

4.8.3.3 数据处理系统：色谱数据处理工作站。

4.8.3.4 进样器：自动进样器或 50 μL 、100 μL 微量注射器。

4.8.3.5 一次性针筒式过滤器：水系和油系，滤孔孔径 0.45 μm 。

4.8.4 分析条件

本标准推荐的阴离子色谱柱和典型色谱操作条件见表 3。典型离子色谱图参见附录 B。其他能够达到同等分离程度的离子色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 3 推荐的阴离子色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
阴离子色谱柱	分析柱 AS11-HC+保护柱 AG11-HC
色谱柱尺寸(柱长×柱内径)	分析柱 250 mm×4 mm, 保护柱 50 mm×4 mm
检测器	电导检测器
柱温	室温
淋洗液	氢氧化钾水溶液: 20 mmol/L
洗脱方式	等梯度洗脱
淋洗液流速/(mL/min)	1.0
检测电流/mA	90
定量环/ μ L	25

4.8.5 分析步骤

4.8.5.1 仪器的准备

按照仪器使用说明书调试仪器, 达到表 3 所列色谱操作条件, 平衡系统至基线平稳。

4.8.5.2 标准混合溶液的制备

按照标准混合溶液的不同浓度水平, 按表 4 的要求或根据阴离子实际浓度调整, 移取规定体积的各阴离子标准贮备液, 注入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 配制成标准混合溶液, 该溶液现用现配。

标准混合溶液中 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 浓度应接近试样中实际阴离子浓度。配制至少 5 个不同浓度水平的标准混合溶液, 包括空白溶液, 浓度以 mg/L 表示。

表 4 阴离子标准混合溶液制备

标准混合溶液浓度/(mg/L)	0	0.5	1.0	2.0	4.0
移取标准贮备液体积/mL	0	0.5	1.0	2.0	4.0

4.8.5.3 标准工作曲线的绘制

在调试好的色谱操作条件下, 将不同浓度水平的标准混合溶液经一次性针筒式水系过滤器过滤, 进样测定。以阴离子浓度为横坐标、峰面积为纵坐标, 分别绘制 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 阴离子的标准工作曲线。

4.8.5.4 试样的测定

用一次性针筒式油系过滤器过滤试样, 在与绘制标准工作曲线相同的测试条件下将过滤后的试样直接进样分析。由电导检测器定量计算出各被测阴离子的峰面积。

根据各阴离子的峰面积, 由相应的标准工作曲线直接查得各阴离子含量, 以 m_i 计。

4.8.6 结果计算

某阴离子质量分数 w_3 , 数值以 mg/kg 表示, 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_i}{\rho} \dots\dots\dots (3)$$

(22)

式中：

m_i ——从相应离子标准曲线上查得的某阴离子的含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ —— γ -丁内酯的密度的数值，单位为千克每升（kg/L）（20℃时密度取 1.12 kg/L）。

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差值不大于这两个测定值的算术平均值氯离子为 20%，硝酸根离子、硫酸根离子为 10%。

4.9 金属离子的测定

4.9.1 方法提要

采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪法或达到同等分析精度的原子吸收光谱仪法进行金属离子的测定。试样处理采用硝酸消解，定容后，上机进行测试，得到各金属离子含量。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 硝酸：优级纯。

4.9.2.2 水：符合 GB/T 23942 的规定。

4.9.3 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪或原子吸收光谱仪：整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 23942 或 GB/T 15337 的规定，仪器线性范围满足试验要求。

4.9.4 分析步骤

按照 GB/T 23942 或 GB/T 15337 规定的方法进行。试样处理如下。

称取 1 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于石英蒸发皿中，在 70℃~80℃ 温度下蒸发 45 min，然后小心滴加 1.5 mL 硝酸，消解 15 min。待试样剩余约 1 g 时，移出热源，冷却到室温，小心转移到 10 mL 塑料容量瓶中，用水稀释到刻度。

4.9.5 结果计算

某金属离子的质量分数 w_4 ，数值以 mg/kg 表示，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{P \times 10}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

P ——由工作曲线查得的被测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

10——试样溶液稀释的体积的数值，单位为毫升（mL）。

5 检验规则

5.1 本标准第 3 章的外观和表 1 中所列项目为出厂检验项目。

5.2 产品由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证出厂产品的各项技术指标均符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称、等级；
- c) 生产日期和批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；

HG/T 4989—2016

e) 本标准编号等。

5.3 工业用 γ -丁内酯以一次投料生产的包装完好的产品为一批，或者以一个产品储罐、一个槽罐车内的产品量为一批。

5.4 采样按 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定进行。所采样品的总量不少于 500 mL。将样品分装于两个清洁、干燥、密封良好的磨口瓶中，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶置干燥、阴凉处加封保存备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本标准的要求，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存和保质期**6.1 标志**

工业用 γ -丁内酯包装桶外应有牢固、清晰的标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 批号和生产日期；
- d) 净含量；
- e) 保质期；
- f) 本标准编号。

6.2 包装

工业用 γ -丁内酯应采用符合 GB/T 325.1 要求的钢桶或符合 GB/T 13508 要求的聚乙烯桶包装，每桶净含量 200 kg，用干燥氮气密封。也可以采用不锈钢槽罐车运输。或在符合安全要求的条件下，根据客户的要求进行包装。

6.3 运输

工业用 γ -丁内酯运输时应确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。运输过程中应防止日晒、雨淋和防火。搬运时应轻装、轻卸，防止包装容器损坏。桶装 γ -丁内酯不宜与有毒、强腐蚀性物品混装运输。

6.4 贮存

工业用 γ -丁内酯贮存时应避免阳光直射和防火，远离火源，贮存于阴凉、通风、干燥处。贮存场所应当具备相应的消防设施和救护器材。

6.5 保质期

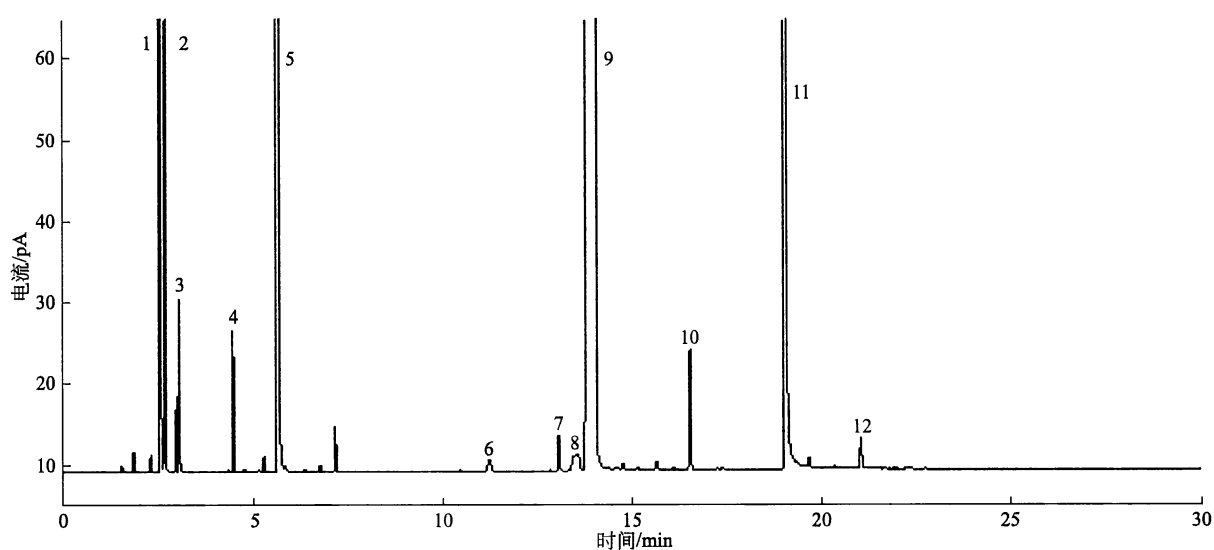
在本标准规定的包装、贮存条件下，工业用 γ -丁内酯保质期为 1 年。逾期经检验合格仍可使用。

附录 A

(规范性附录)

 γ -丁内酯及各杂质组分含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值和相对校正因子A.1 γ -丁内酯及各杂质组分含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——四氢呋喃；
- 2——乙缩醛；
- 3——未知物 1；
- 4——未知物 2；
- 5——正丁醇；
- 6——未知物 3；
- 7——2-甲基丁内酯；
- 8——4-甲基丁内酯+3-甲基丁内酯混合物；
- 9—— γ -丁内酯；
- 10——未知物 4；
- 11——1,4-丁二醇；
- 12——顺丁烯二酸酐。

图 A.1 γ -丁内酯及各杂质组分含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对校正因子参考值

各组分相对保留值和相对校正因子参考值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子参考值

出峰顺序	色谱峰名称	相对保留值	相对校正因子
1	四氢呋喃	0.093	0.80
2	乙缩醛	0.103	0.98
3	未知物 1	0.132	1.00
4	未知物 2	0.244	1.00
5	正丁醇	0.338	0.75
6	未知物 3	0.776	1.00
7	2-甲基丁内酯	0.922	1.00
8	4-甲基丁内酯+3-甲基丁内酯混合物	0.956	1.00
9	γ -丁内酯	1.000	1.00
10	未知物 4	1.198	1.00
11	1,4-丁二醇	1.395	1.01
12	顺丁烯二酸酐	1.553	1.00
注：以 γ -丁内酯的相对保留值为 1.000；在无法得到标样时，色谱组分的相对校正因子按照 1.00 计算。			

A.3 各组分相对校正因子的测定

A.3.1 试剂

- A.3.1.1 γ -丁内酯：色谱纯（ $\geq 99.8\%$ ）。
- A.3.1.2 1,4-丁二醇：色谱纯（ $\geq 99.7\%$ ）。
- A.3.1.3 四氢呋喃：色谱纯（ $\geq 99.9\%$ ）。
- A.3.1.4 正丁醇：分析纯（ $\geq 99.5\%$ ）。
- A.3.1.5 乙缩醛：分析纯（ $\geq 98.5\%$ ）。
- A.3.1.6 顺丁烯二酸酐：分析纯（ $\geq 99.5\%$ ）。
- A.3.1.7 3-甲基丁内酯：分析纯（ $\geq 98\%$ ）。
- A.3.1.8 2-甲基丁内酯：分析纯（ $\geq 98\%$ ）。
- A.3.1.9 4-甲基丁内酯：分析纯（ $\geq 98\%$ ）。

A.3.2 分析步骤

使用清洁、干燥、可以密封的细口瓶，用准确称量的方法加入被测组分 γ -丁内酯、1,4-丁二醇、四氢呋喃、乙缩醛等，配制与实际试样中各组分含量相近的校准用标准样品。

按与测定试样相同的实验条件测定校准用标准样品，平行测定 2 次，取 2 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。

A.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对 γ -丁内酯的校正因子 f_i 按公式 (A.1) 计算：

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

式中：

A_s —— γ -丁内酯的峰面积；

A_i ——组分 i 的峰面积；

m_s —— γ -丁内酯的质量的数值，单位为克（g）；

m_i ——组分 i 的质量的数值，单位为克（g）。

A.3.4 校正因子的定期测定

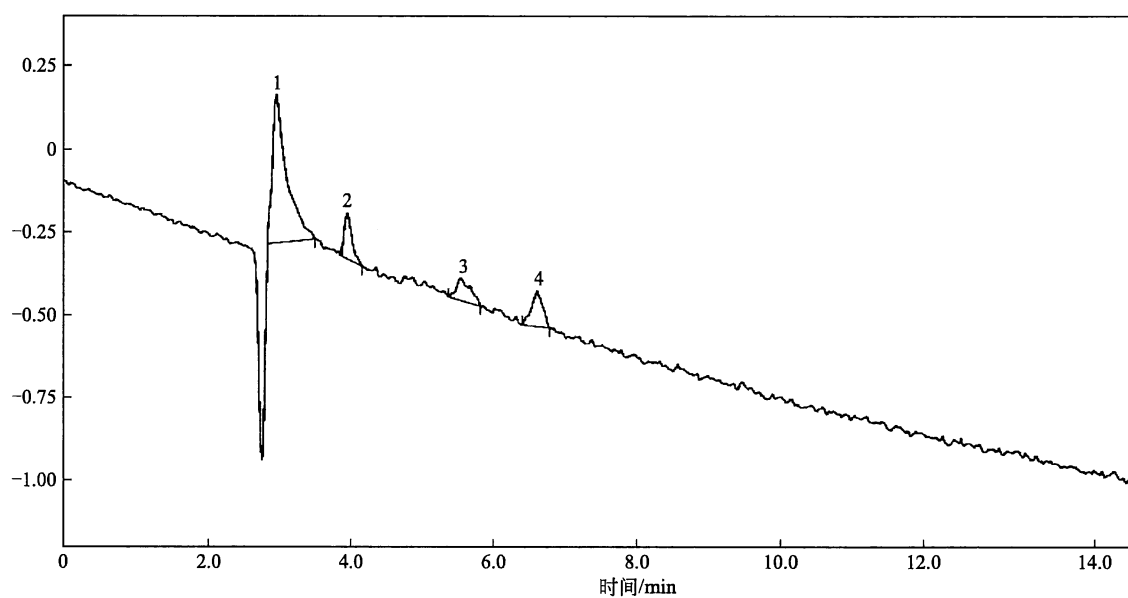
校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

附录 B

(资料性附录)

 γ -丁内酯中阴离子典型色谱图

γ -丁内酯中阴离子典型色谱图见图 B. 1。



说明：

1——未知离子；

2——氯离子 (Cl^-)；

3——硫酸根离子 (SO_4^{2-})；

4——硝酸根离子 (NO_3^-)。

图 B. 1 γ -丁内酯中阴离子典型色谱图