

ICS 71.080.70; 71.080.80

G 17

备案号: 59424~59425—2017; 59429—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5147~5149—2017

异佛尔酮、 工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯和乙醛 (2017)

2017-07-07 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

ICS 71.080.70
G 17
备案号: 59424—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5147—2017

工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯

α -Acetyl- γ -butyrolactone for industrial use

2017-07-07 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5147—2017	工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯	(1)
HG/T 5148—2017	异佛尔酮	(19)
HG/T 5149—2017	工业用乙醛	(31)

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：山西大学、寿阳县世纪精细化工有限公司、浙江海正化工股份有限公司。

本标准参加起草单位：泰兴市延康医药化工有限公司。

本标准主要起草人：张生万、祁成福、李美萍、付晋平、胡永钢、冯彦琳、陈方良、王天胜、陈立伟。

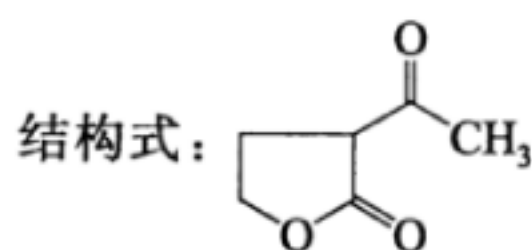
工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯

1 范围

本标准规定了工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯的技术要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以 γ -丁内酯与乙酸乙酯为原料或以环氧乙烷与乙酰乙酸乙酯为原料生产的工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯。

分子式: $C_6H_8O_3$



相对分子质量: 128.13 (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—2008 包装容器 钢桶 第1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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定(20℃)

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 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 13508 聚乙烯吹塑容器

中华人民共和国药典 2015年版 四部 0900 特性检查法 0901 溶液颜色检查法

3 技术要求

3.1 外观:透明液体,无可见杂质。

3.2 工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯指标应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
pH	3.5~4.5		
折射率 (n_D^{20})	1.458 0~1.462 0		
色度	≤ 2	≤ 3	≤ 5
水分, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.1
α -乙酰基- γ -丁内酯, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.3	≥ 99.0
γ -丁内酯, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.14	≤ 0.15
甲苯, $w/\%$	$\leq 0.000 1$	$\leq 0.000 5$	≤ 0.089

4 试验方法

4.1 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。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

于具塞比色管中加入试样, 在日光灯或自然光下目测。

4.4 pH 的测定

用无二氧化碳的水配成 50 mL/L 的 α -乙酰基- γ -丁内酯溶液, 按 GB/T 9724 的规定进行。

4.5 折射率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行。

4.6 色度的测定

按《中华人民共和国药典》2015 年版四部 0900 特性检查法项下 0901 溶液颜色检查法“第一法”进行测定。取 10 mL 试样, 置于 25 mL 比色管中, 分别与药典中规定的 5 个色调的各个色号的标准比色液对比。须同时满足不深于规定的色号。

4.7 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 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 0.01 %。

4.8 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯含量的测定

4.8.1 方法提要

用气相色谱法, 在选定的工作条件下样品经汽化通过毛细管色谱柱, 使其中各组分得到分离, 用

氢火焰离子化检测器检测。测定定量校正因子，用校正面积归一化法定量，用 4.7 测得的水分进行校正。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 氢气：体积分数不小于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.8.2.2 氮气：体积分数不小于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.8.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.8.3 仪器和设备

4.8.3.1 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。

4.8.3.2 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。

4.8.3.3 进样器：微量进样器，0.5 μL 或 1 μL 。

4.8.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	固定液为 100 % 二甲基聚硅氧烷键合熔融石英毛细管色谱柱
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm
程序升温	80 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 95 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；再以 6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 105 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min；再以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 120 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min；再以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 150 $^{\circ}\text{C}$ ；再以 18 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 250 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 10 min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	260
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	47
载气(氮气)流量/(mL/min)	0.80
分流比	110 : 1
进样量/ μL	0.2

4.8.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后准备进样分析。

用进样器直接进样分析，用色谱数据处理机或色谱工作站处理计算结果。相对质量校正因子的测定方法见附录 B。

4.8.6 结果计算

α -乙酰基- γ -丁内酯含量的质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{f_1 A_1}{\sum f_i A_i} \times [100\% - w(\text{H}_2\text{O})] \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

f_1 —— α -乙酰基- γ -丁内酯的相对质量校正因子；

A_1 —— α -乙酰基- γ -丁内酯的峰面积；

$\sum f_i A_i$ ——所有组分的校正峰面积之和；

$w(\text{H}_2\text{O})$ ——4.7 测定的水分。

γ -丁内酯含量的质量分数 w_2 ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{f_2 A_2}{\sum f_i A_i} \times [100\% - w(\text{H}_2\text{O})] \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

f_2 —— γ -丁内酯的相对质量校正因子；

A_2 —— γ -丁内酯的峰面积；

$\sum f_i A_i$ ——所有组分的校正峰面积之和；

$w(\text{H}_2\text{O})$ ——4.7 测定的水分。

取两次测定结果的算术平均值为测定结果。 α -乙酰基- γ -丁内酯含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %； γ -丁内酯含量两次平行测定结果的绝对差值不大于这两次测定值的算术平均值的 25 %。

4.9 甲苯含量的测定

4.9.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下样品经汽化通过毛细管色谱柱，使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测。以丁酸乙酯作内标，用内标法测定甲苯质量分数。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 氢气：体积分数不小于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.9.2.2 氮气：体积分数不小于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.9.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.9.2.4 丁酸乙酯：色谱纯。

4.9.2.5 α -乙酰基- γ -丁内酯：纯度 $\geq 99\%$ ，并且不能检出含有甲苯。

4.9.3 仪器和设备

同 4.8.3。

4.9.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 3。典型色谱图及各组分相对保留值见附录 C 中图 C.1 和表 C.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 3 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	固定液为 100 %二甲基聚硅氧烷键合熔融石英毛细管色谱柱
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.25 μm
程序升温	50 ℃保持 14 min, 以 40 ℃/min 的速率升温至 250 ℃, 保持 10 min
汽化室温度/℃	300
检测器温度/℃	260
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	47
载气(氮气)流量/(mL/min)	0.55
分流比	30 : 1
进样量/μL	1.0

4.9.5 分析步骤

4.9.5.1 丁酸乙酯内标溶液的配制

准确称取约 10 g α-乙酰基-γ-丁内酯(精确至 0.000 1 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 再加入约 0.1 g 丁酸乙酯(精确至 0.000 1 g), 摇匀, 待用(其质量分数约为 1 %)。然后移取适量该溶液(约 0.5 mL), 置于 50 mL 容量瓶中, 并准确称量。再用 α-乙酰基-γ-丁内酯(4.9.2.5) 稀释至刻度, 并准确称量。摇匀, 待用(其质量分数约为 0.01%)。

4.9.5.2 试样溶液的制备

取约 10 g 待测样品, 置于 10 mL 容量瓶中, 准确称其质量(m)。再加入 1 mL 丁酸乙酯内标溶液, 并准确称量, 计算丁酸乙酯质量(m_s)。

4.9.5.3 测定

启动气相色谱仪, 参照表 3 所列色谱操作条件调试仪器, 稳定后准备进样分析。

在表 3 所列色谱操作条件下, 取 1 μL 进样, 用色谱数据处理机或色谱工作站处理计算结果, 得甲苯及内标物的峰面积。相对质量校正因子的测定方法见附录 D。

4.9.6 结果计算

甲苯含量的质量分数 w_3 , 按公式(3) 计算:

$$w_3 = \frac{A_3 m_s}{A_s m} \times f_3 \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_3 ——甲苯的峰面积;

m_s ——内标物的质量的数值, 单位为克(g);

A_s ——内标物的峰面积;

m ——待测样品的质量的数值, 单位为克(g);

f_3 ——甲苯相对内标物的质量校正因子。

取两次测定结果的算术平均值为测定结果。甲苯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 20 %。

5 检验规则

5.1 本标准第 3 章规定的所有项目均为型式检验项目，其中外观、水分、 α -乙酰基- γ -丁内酯、 γ -丁内酯、甲苯和色度为出厂检验项目，应逐批检验。

正常生产时，每月进行一次型式检验。

有下列情况之一，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) 停产后重新恢复生产；
- 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。

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 天。

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。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、规格、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 检验结果的判定应按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。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验，罐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，整批产品也应降等或按不合格处理。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯产品包装容器上应涂有牢固、清晰的标识，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号。

6.1.2 工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯都应附有一定格式的质量说明书，内容包括：

- a) 生产厂名称和厂址；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 质量等级；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯应采用符合 GB/T 325.1—2008 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，还可根据客户的要求进行包装。

6.3 运输

工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯在运输过程中不应泄漏、倒塌、坠落或损坏。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 α -乙酰基- γ -丁内酯禁止与有毒、强腐蚀性物品混装。

6.4 贮存

工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯应存放于阴凉、通风、干燥的场所，贮存过程中应注意防潮。

7 安全

7.1 危险警告

工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯是透明液体，闪点 140 °C（闭杯），熔程 $-13\text{ °C} \sim -12\text{ °C}$ ，沸程 $107\text{ °C} \sim 108\text{ °C}$ （5mmHg）。其蒸气比空气重，可能沿地面移动，造成远处着火。 α -乙酰基- γ -丁内酯对眼睛、皮肤和呼吸道有刺激作用，可能对神经系统有影响。

7.2 安全措施

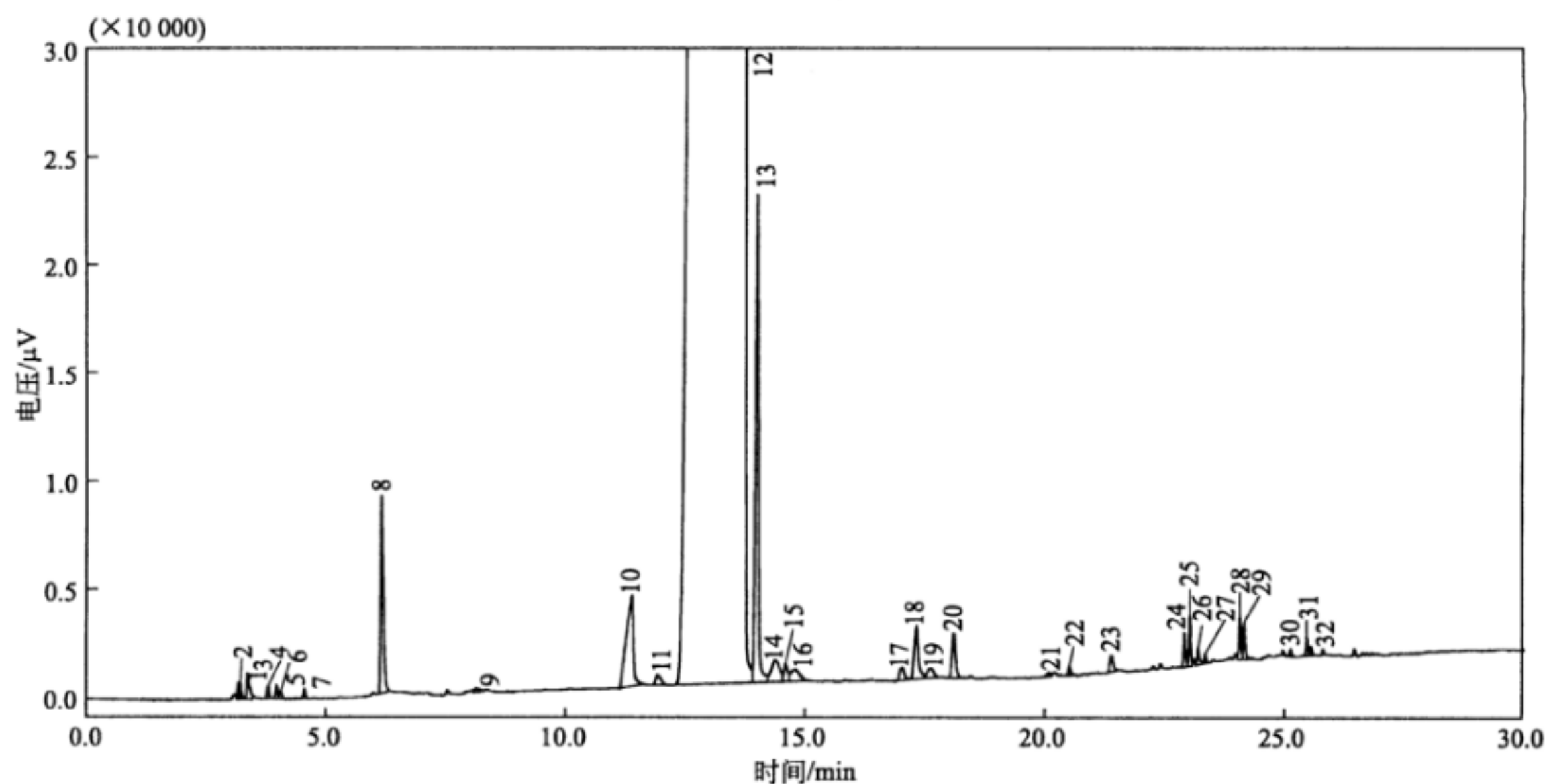
工业用 α -乙酰基- γ -丁内酯泄漏时，应撤离危险区域，尽可能将泄漏液收集在密闭容器中，用砂土或惰性吸收剂吸收残液，并转移到安全场所，不要冲入下水道，着火时用砂土、泡沫、二氧化碳、干粉灭火，用水灭火无效；应避免 α -乙酰基- γ -丁内酯与皮肤接触，如果溅到皮肤和眼睛里应迅速用大量的清水或生理盐水冲洗，然后急速就医。

附录 A

(规范性附录)

 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值A.1 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明:

1——乙醇;
2——丙酮;
3——乙酸;
4——未知物 1;
5——呋喃;
6——乙酸丙酯;
7——甲苯;
8—— γ -丁内酯;
9——未知物 2;

10——1-乙氧基-3-戊醇;
11——未知物 3;
12—— α -乙酰基- γ -丁内酯;
13——2-乙酰基-3,4-丁烯酸内酯;
14——4-乙基庚烷;
15~19——未知物 4~未知物 8;
20——2-戊基-5-甲基呋喃;
21~30——未知物 9~未知物 18;
31——2,2-二乙酰基丁内酯;
32—— γ -丁内酯的二聚体。

图 A.1 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.231 5
2	丙酮	0.234 6
3	乙酸	0.245 6
4	未知物 1	0.276 8
5	呋喃	0.290 1
6	乙酸丙酯	0.296 3
7	甲苯	0.332 0
8	γ -丁内酯	0.449 4
9	未知物 2	0.593 4
10	1-乙氧基-3-戊醇	0.830 3
11	未知物 3	0.869 1
12	α -乙酰基- γ -丁内酯	1.000 0
13	2-乙酰基-3,4-丁烯酸内酯	1.020 5
14	4-乙基庚烷	1.048 4
15	未知物 4	1.064 3
16	未知物 5	1.078 2
17	未知物 6	1.241 3
18	未知物 7	1.262 7
19	未知物 8	1.284 6
20	2-戊基-5-甲基呋喃	1.319 3
21	未知物 9	1.463 6
22	未知物 10	1.494 6
23	未知物 11	1.558 0
24	未知物 12	1.669 4
25	未知物 13	1.677 8
26	未知物 14	1.689 9
27	未知物 15	1.700 4
28	未知物 16	1.753 9
29	未知物 17	1.760 3
30	未知物 18	1.830 8
31	2,2-二乙酰基丁内酯	1.856 0
32	γ -丁内酯的二聚体	1.862 4

附录 B

(规范性附录)

 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯相对质量校正因子的测定方法

B.1 方法提要

通过测定已知质量比的 α -乙酰基- γ -丁内酯和 γ -丁内酯等组分组成的标准混合物，计算 γ -丁内酯和其他杂质组分与 α -乙酰基- γ -丁内酯的相对质量校正因子。

B.2 相对质量校正因子的测定

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 α -乙酰基- γ -丁内酯 (4.9.2.5) 及被测组分的色谱标准试剂，配制与样品中各组分含量相近的校准用标准样品，按与测定样品相同的试验条件进行测定。

B.2.2 相对质量校正因子的计算

样品平行测定 3 次，各组分相对 α -乙酰基- γ -丁内酯的质量校正因子 f_i 按公式 (B.1) 计算，计算结果取平均值。

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

式中：

A_s —— α -乙酰基- γ -丁内酯的峰面积；

m_i ——组分 i 的质量的数值，单位为克 (g)；

A_i ——组分 i 的峰面积；

A_{i0} ——本底（纯度大于 99.5 % 的 α -乙酰基- γ -丁内酯）中组分 i 平行测定 3 次峰面积的平均值；

m_s —— α -乙酰基- γ -丁内酯的质量的数值，单位为克 (g)。

注：样品中未知物的相对质量校正因子按 1 计算。

B.2.3 相对质量校正因子的定期测定

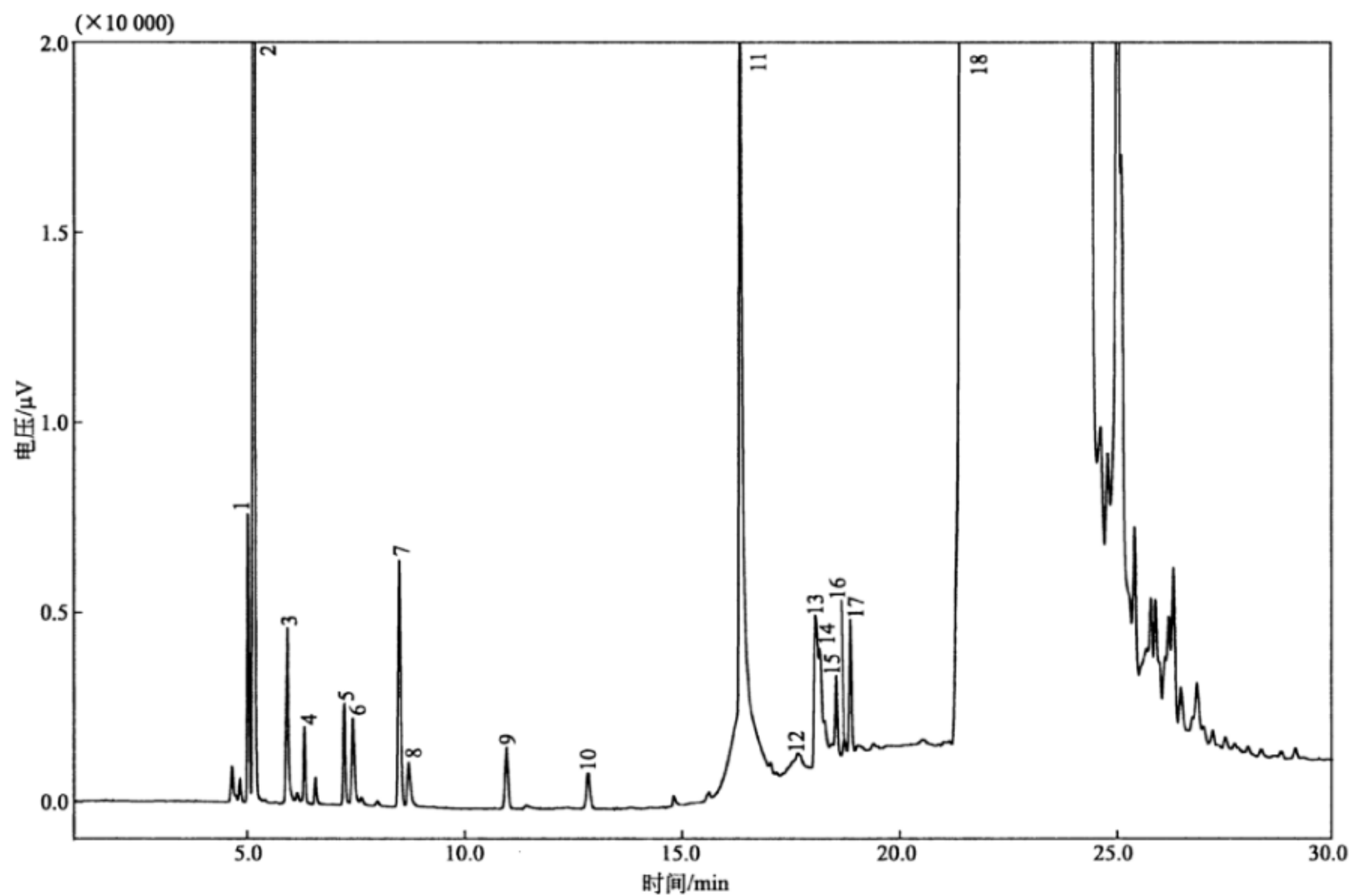
相对质量校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

附录 C
(规范性附录)

甲苯含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

C.1 甲苯含量测定的典型色谱图

典型色谱图见 C.1。



- 说明：
- | | |
|-------------------|---------------------------|
| 1——乙醇； | 10——丁酸乙酯（内标）； |
| 2——丙酮； | 11——丁内酯； |
| 3——乙酸； | 12——未知物 5； |
| 4——未知物 1； | 13——3-甲基丁酸丙酯； |
| 5——苯； | 14~16——未知物 6~未知物 8； |
| 6~8——未知物 2~未知物 4； | 17——4-羟基-6-甲基-2-氢-吡喃-2-酮； |
| 9——甲苯； | 18——乙酰丁内酯。 |

图 C.1 甲苯含量测定的典型色谱图

C.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 C.1。

表 C.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.391 1
2	丙酮	0.401 3
3	乙酸	0.462 1
4	未知物 1	0.492 5
5	苯	0.563 9
6	未知物 2	0.579 6
7	未知物 3	0.662 0
8	未知物 4	0.678 9
9	甲苯	0.853 9
10	丁酸乙酯（内标）	1.000 0
11	丁内酯	1.272 3
12	未知物 5	1.375 8
13	3-甲基丁酸丙酯	1.407 4
14	未知物 6	1.415 4
15	未知物 7	1.423 1
16	未知物 8	1.443 9
17	4-羟基-6-甲基-2-氢-吡喃-2-酮	1.469 3
18	乙酰丁内酯	1.730 2

附 录 D
(规范性附录)
甲苯相对质量校正因子的测定方法

D.1 方法提要

通过测定已知质量比的内标物丁酸乙酯和甲苯组成的标准混合物，计算甲苯与内标丁酸乙酯的相对质量校正因子。

D.2 相对质量校正因子的测定

D.2.1 分析步骤

在清洁、干燥、可以密封的磨口瓶中准确称量约 10 g α -乙酰基- γ -丁内酯 (4.9.2.5)，再依次准确称量、加入甲苯，配制成与待测样品中含量尽量接近的标样，加入 1 mL 内标溶液，并准确称量。按与测定样品相同的试验条件进行测定。

D.2.2 相对质量校正因子的计算

样品平行测定 3 次。甲苯相对丁酸乙酯的质量校正因子 f_3 按公式 (D.1) 计算，计算结果取平均值。

$$f_3 = \frac{A_s m}{A_3 m_s} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：
 A_s ——内标物丁酸乙酯的峰面积；
 m ——甲苯的质量的数值，单位为克 (g)；
 A_3 ——甲苯的峰面积；
 m_s ——内标物丁酸乙酯的质量的数值，单位为克 (g)。

D.2.3 相对质量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。
