

ICS 71.080.80
G 17
备案号: 59429—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5149—2017

工业用乙醛

Acetaldehyde 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

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：金沂蒙集团有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：中国石油吉林石化公司、中国石化集团四川维尼纶厂、石家庄新宇三阳实业有限公司、安徽金禾实业有限公司。

本标准主要起草人：张超、张思武、马晓丽、谢登龙、袁海青、郭燕玲、陈荣莉、贺举、张拴力、朱敏。

工业用乙醛

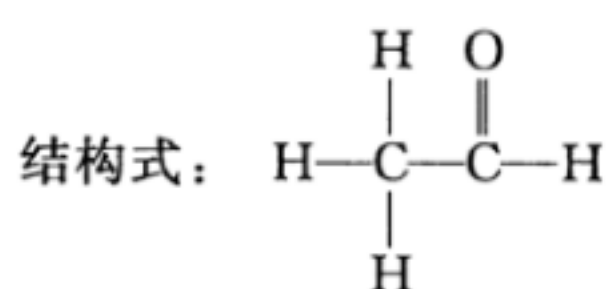
警示：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

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。

本标准适用于乙醇氧化法、乙烯氧化法生产的或乙酸乙烯酯副产的工业用乙醛。

分子式： C_2H_4O



相对分子质量：44.05（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 191 包装储运图示标志

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 2366—2008 化工产品中水含量的测定 气相色谱法

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 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

GB 15258 化学品安全标签编写规定

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 工业用乙醛应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
色度色（铂-钴色号）/Hazen 单位 ≤	10	15
乙醛的质量分数/% ≥	99. 6	99. 2
乙醇的质量分数 ^a /% ≤	0. 10	
酸的质量分数（以乙酸计）/% ≤	0. 05	0. 10
水的质量分数/% ≤	0. 10	0. 15
不挥发物的质量分数/% ≤	0. 10	
三聚乙醛的质量分数/% ≤	供需双方协商	
^a 乙醇氧化法控制此项指标,其他生产工艺不控制此项指标。		

4 试验方法

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。

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、GB/T 603 制备。

4.2 外观的测定

于 100 mL 具塞比色管中加入已降温至 0℃～5℃的试样，在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 色度的测定

将试样降温至 0℃～5℃，按 GB/T 3143 的规定进行。

4.4 乙醛、乙醇和三聚乙醛含量的测定

4.4.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下样品经汽化通过毛细管色谱柱，使其中各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测。采用面积归一化法计算各组分的含量，用测得的水分、酸和不挥发物的含量进行校正，得出乙醛、乙醇和三聚乙醛含量。

4.4.2 试剂或材料

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

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

4.4.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 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。

4.4.3.2 记录装置：色谱工作站。

4.4.3.3 进样器：微量注射器，1 μL 。

4.4.3.4 冷藏设备：能控制温度范围 0 $^{\circ}\text{C}$ ~5 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.4 色谱柱及典型色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2，能达到同等分离程度的其他色谱柱及色谱操作条件也可采用。典型色谱图参见附录 A 图 A.1，各组分相对保留值参见附录 A 表 A.1。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项 目	参 数
检测器	氢火焰离子化检测器
色谱柱	固定相为聚乙二醇-20M 的熔融石英毛细管色谱柱
柱长/柱内径/液膜厚度	60 m \times 0.32 mm \times 0.50 μm
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	70
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	260
载气 (N_2) 流速/ (mL/min)	1
空气流量/ (mL/min)	300
氢气流量/ (mL/min)	30
分流比	30 : 1
进样量/ μL	1

4.4.5 试验步骤

根据仪器操作说明书启动色谱仪，并进行必要的调节，以达到表 2 的典型色谱操作条件，或能获得同等分离的其他适宜条件。将乙醛样品及微量注射器放入冷藏设备降温至 0 $^{\circ}\text{C}$ ~5 $^{\circ}\text{C}$ ，待仪器稳定后，即可用微量注射器取 1 μL ，进样分析，用色谱工作站处理计算结果。

4.4.6 试验数据处理

各组分的质量分数 w_i ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_{\text{酸}} - w_{\text{不}} - w_{\text{水}}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——试样中组分 i 的峰面积；

$w_{\text{酸}}$ ——按本标准 4.5 测得的酸的质量分数，以 % 表示；

$w_{\text{不}}$ ——按本标准 4.6 测得的不挥发物的质量分数，以 % 表示；

$w_{\text{水}}$ ——按本标准 4.7 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作为测定结果。乙醛两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %，乙醇两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %，三聚乙醛两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

4.5 酸含量的测定

4.5.1 方法提要

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算出试样的酸含量。

4.5.2 试剂或材料

4.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.5.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

4.5.3 仪器设备

4.5.3.1 碱式滴定管：5 mL，分度值 0.02 mL。

4.5.3.2 冷藏设备：能控制温度范围 0 °C～5 °C。

4.5.4 试验步骤

取 50 mL 水，加入 250 mL 具塞锥形瓶中，置于冷藏设备降温至 0 °C～5 °C，称重（精确至 0.01 g）。快速加入 10 mL 乙醛试样，再次称重。加入 2 滴～3 滴酚酞指示液，迅速用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微粉红色即为终点。

4.5.5 试验数据处理

酸的质量分数（以乙酸计） w_1 ，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

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

M ——乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=60.05$ ）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

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 0.005 %。

4.6 不挥发物的测定

将试样降温至 0 °C～5 °C，按 GB/T 6324.2 规定的方法进行测定。

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 0.005 %。

4.7 水分的测定

按 GB/T 2366—2008 中 3.8.4.2 外标法进行测定。典型色谱操作条件参见附录 B 表 B.1，能达到同等分离程度的其他色谱柱及色谱操作条件也可采用。典型色谱图参见附录 B 图 B.1 和图 B.2。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。重复性应符合 GB/T 2366—2008 的要求。

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为：外观、色度、乙醛、酸、水分、三聚乙醛。型式检验项目为外观和表 1 中的所有项目。

在正常生产情况下，每月至少进行一次型式检验。

当发生下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变换；
- 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 工业用乙醛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。每批出厂的工业用乙醛都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名和厂址；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

5.3 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。

5.4 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 的规定进行。所采试样总量不得少于 1 000 mL。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的棕色玻璃瓶中，贴上标签，注明产品名称、批号、采样日期和采样者。样品保存于 5℃ 以下避光环境中，一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中的修约值比较法的规定进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求，罐装产品应重新采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品判为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装容器上应有牢固明显的标志，内容包括：生产厂名称、产品名称、厂址、批号或生产日期、本标准编号。包装容器上还应有符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志，并按 GB 15258 的要求加贴化学品安全标签。

6.2 包装

工业用乙醛用槽车包装，该容器应符合国家关于移动式压力容器的相关规定。乙醛槽车灌装前、灌后须用氮气封存。

6.3 运输

运输、装卸工作中必须严格按照危险货物运输规定进行。应防撞击、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。包装储运图示标志要符合 GB 191 的要求。

6.4 贮存

工业用乙醛属于易燃液体，有燃烧和爆炸的危险，应按危险化学品的相关规定贮存于干燥、通风处，远离明火和氧化物。

7 安全

7.1 危险警告

工业用乙醛是无色、易挥发、低闪点易燃液体，具刺激性、致敏性，沸点为 20.08 ℃，闪点为 -39 ℃，乙醛蒸气在空气中爆炸范围的体积分数为 4.0 %~57.0 %，甚至其低温的蒸气也能与空气形成爆炸性混合物。其蒸气比空气重，可能沿地面移动，造成远处着火。对眼睛、皮肤和呼吸道有强烈的刺激作用。

7.2 安全措施

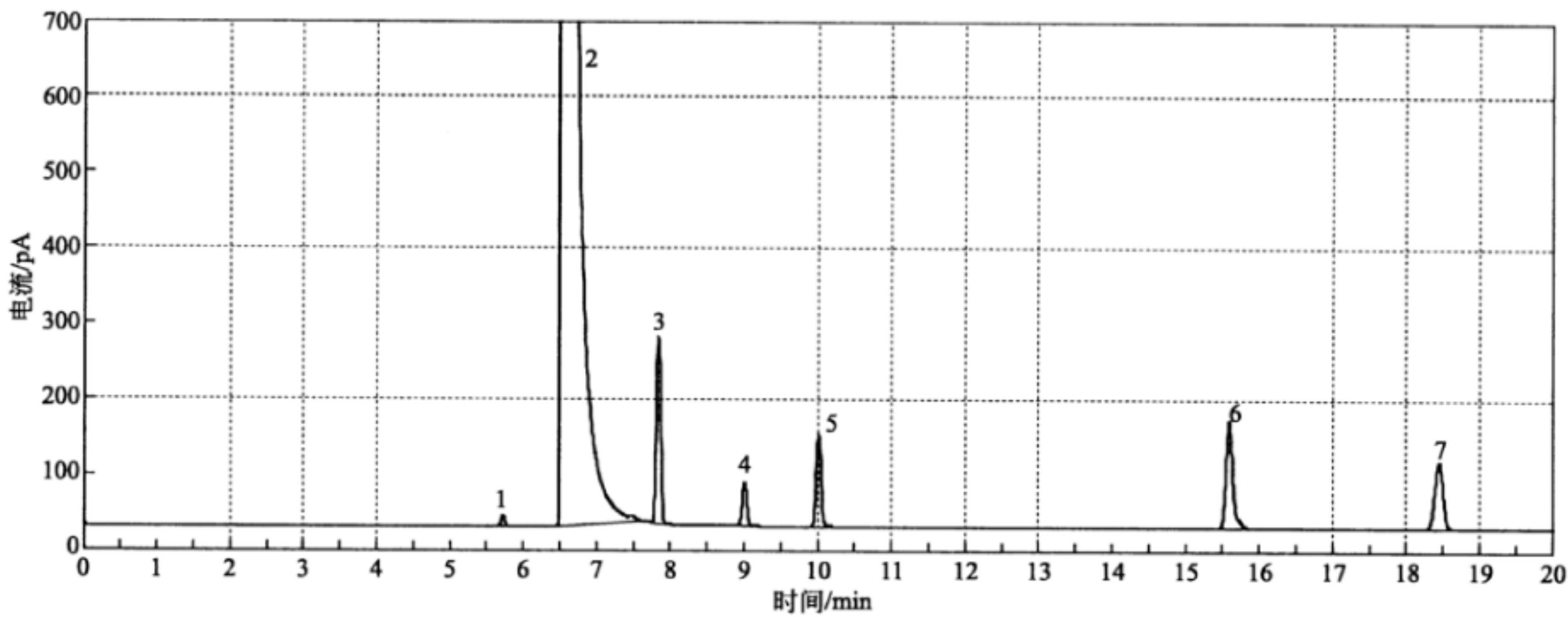
工业乙醛泄漏时，应撤离危险区域，尽可能切断火源、泄漏源。尽量将泄漏液收集在可密闭容器中，用砂土或惰性吸收剂吸收残液，并转移到安全场所，不要冲入下水道、排洪沟等限制性空间。着火时，用砂土、抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉灭火，用水灭火无效。应避免乙醛与皮肤接触。如溅到皮肤上和眼睛里，应迅速用大量流动的清水或生理盐水冲洗至少 15 min，然后就医；如吸入，应迅速脱离现场至空气新鲜处休息，必要时就医；发生误服后，饮足量温水、催吐，就医。

附录 A
(资料性附录)

乙醛、乙醇和三聚乙醛含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 典型色谱图

乙醛、乙醇和三聚乙醛含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：
1——未知峰；
2——乙醛；
3——丙酮；
4——乙酸乙酯；
5——乙醇；
6——丁烯醛；
7——三聚乙醛。

图 A.1 乙醛、乙醇和三聚乙醛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

出峰顺序	组分名称	相对保留时间/min	相对保留值
1	未知峰	5.720	0.880
2	乙醛	6.503	1.000
3	丙酮	7.840	1.206
4	乙酸乙酯	9.010	1.386
5	乙醇	10.010	1.539
6	丁烯醛	15.593	2.398
7	三聚乙醛	18.447	2.837

附 录 B
(资料性附录)
水分含量测定的典型色谱操作条件及典型色谱图

B.1 水分含量测定的典型色谱操作条件

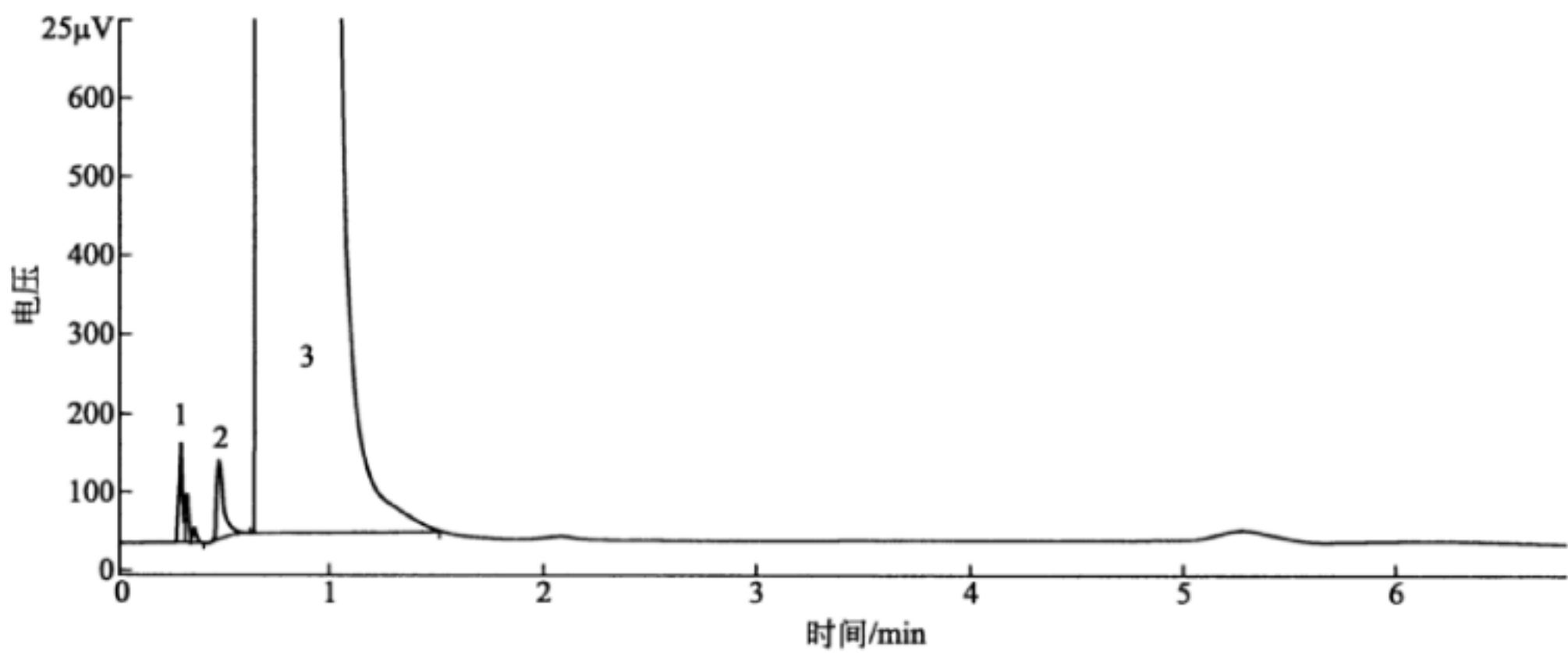
水分含量测定的典型色谱操作条件见表 B.1。

表 B.1 气相色谱法测定工业用乙醛中水分的典型色谱操作条件

项 目	参 数
检测器	热导池检测器
柱长/柱内径	2 m×3 mm
填充物	GDX-104
汽化室温度/℃	200
检测器温度/℃	200
柱温/℃	160
载气	氢气
进样量/μL	2
载气流量/ (mL/min)	20

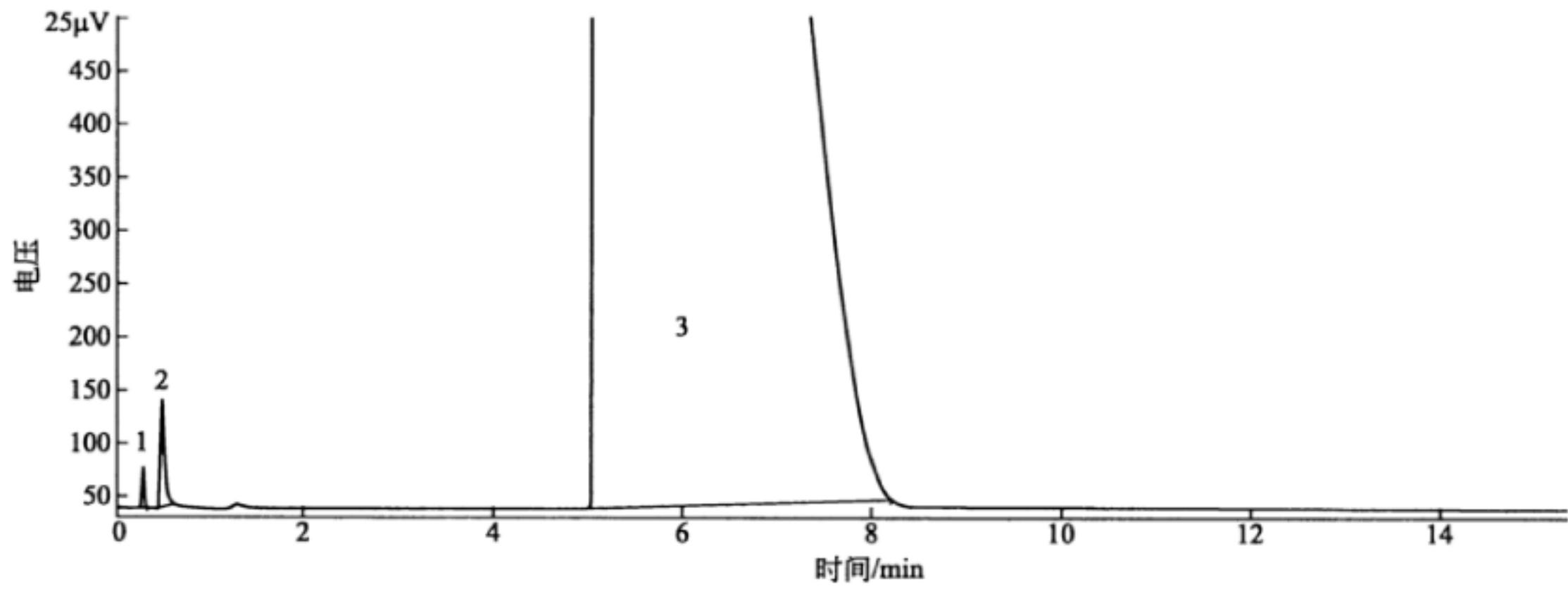
B.2 水分含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 B.1 和图 B.2。



说明：
1——空气；
2——水；
3——乙醛。

图 B. 1 气相色谱法测定工业用乙醛中水分的典型色谱图



说明：
1——空气；
2——水；
3——苯。

图 B. 2 苯饱和水溶液标样的典型色谱图
