

ICS 71.080.80
G 17
备案号: 48432-2016

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB22/T 2417—2015

工业丁烯醛

Crotonaldehyde for industrial use

2015 - 12 - 15 发布

2016 - 01 - 25 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由吉林市龙潭区质量技术监督局提出。

本标准由吉林省工业和信息化厅归口。

本标准起草单位：吉林市淞泰化工有限责任公司。

本标准主要起草人：张彦君、史冬、刘景光。

工业丁烯醛

1 范围

本标准规定了工业丁烯醛的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全警告。
本产品适用于乙醛缩合制得的工业丁烯醛。
分子式： C_4H_6O
相对分子质量：70.09（按2011年国标相对原子质量）

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，仅所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 6680 液体化工产品采样通则
GB/T 6682—2008 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 19459 危险货物及危险货物包装检验标准基本规定

3 要求

3.1 外观要求

外观为淡黄色液体，无悬浮物。

3.2 技术指标

技术指标见表1

表1 工业用丁烯醛的技术指标

项 目	指 标
丁烯醛纯度，% $\geq$	99.0
水 ， % $\leq$	0.5

4 试验方法

4.1 外观检验

向一支50 ml比色管中注入样品至刻线处，在日光灯照射下，正对白色背景，目测观察样品颜色及有无可见杂质。

4.2 纯度测定

4.2.1 方法提要

采用填充柱气相色谱分析法。在选定的工作条件下，样品气化后经填充柱分离，用热导检测器检测，采用校正面积归一法定量。

本标准中所有试剂和水在没有注明其它要求时，均指分析纯和GB/T 6682-2008中规定的三级水。

4.2.2 氢气

4.2.2.1 纯度不小于 99.0%；

4.2.2.2 净化方法：在净化器中装入已活化好的 5A 分子筛、干燥净化。

4.2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

4.2.3.1 固定液：阿匹松 L；

4.2.3.2 载体：有机 401 粒度：0.18 mm~0.25 mm(60 目~80 目)；

4.2.3.3 溶剂：苯，分子式 C_6H_6 。

4.2.4 试验仪器

4.2.4.1 气相色谱仪。

4.2.4.2 进样器：10 μ L 玻璃注射器。

4.2.4.3

a) 色谱柱类型：填充柱或性能类似的分析柱；

b) 填充柱为长 2 m，内径为 3 mm 的不锈钢柱，填充物为阿匹松 L/有机 401，载体与固定液的配比为 100：10。

4.2.4.4 检测器：热导检测器

4.2.5 操作步骤

4.2.5.1 色谱分析条件

色谱分析条件为：

a) 汽化室温度：180 $^{\circ}$ C；

b) 检测室温度：180 $^{\circ}$ C；

c) 柱箱温度：160 $^{\circ}$ C；

d) 柱前压：100 kPa；

e) 检测器电流：120 mA。

4.2.5.2 步骤

按 4.2.5.1 规定调整仪器，基线走稳后，进 2 μ L 试样，连续两次，采用校正面积归一化法定量。

4.2.5.3 色谱图及相对保留值

4.2.5.3.1 丁烯醛色谱图见图 1。

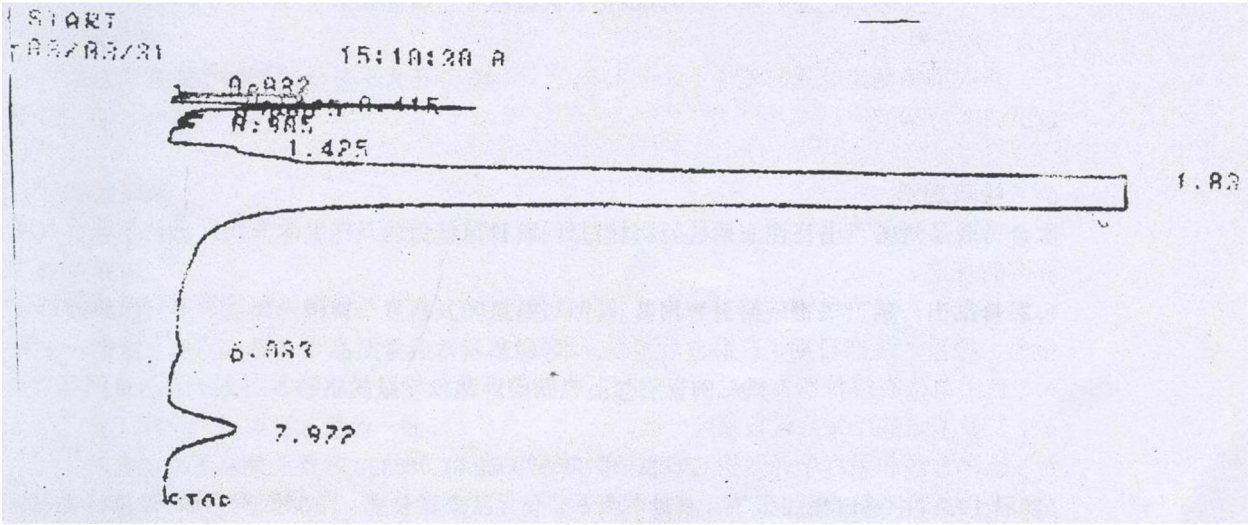


图1 丁烯醛色谱图

4.2.5.3.2 丁烯醛中各组分的相对保留见表 2

表2 丁烯醛中各组分的相对保留

峰序	组份	保留时间/min	相对保留值	
1	空气	0.033		
2	丙烷	0.210	0.098	
3	水	0.415	0.21	
4	乙醛	0.525	0.27	
5	乙醇	0.722	0.38	
6	丙酮	0.805	0.49	
7	乙酸	1.425	0.77	
8	丁烯醛	1.830	1.00	
9	三聚乙醛	6.083	3.37	
10	正己醇	7.972	4.42	

4.2.6 分析结果的计算和表示

丁烯醛含量（W）以质量分数（%）表示，用各组份的相对校正因子乘面积归一法, 由数据处理机直接打印结果或按式（1）计算：：

$$W_8 = \frac{F_i A_i}{\sum (F_i A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

W ——丁烯醛含量;

F_j ——丁烯醛相对校正因子;

A_j ——丁烯醛的峰面积, 单位为平方毫米 (mm^2);

F_i ——组份 i 的相对校正因子;

A_i ——组份 i 的峰面积, 单位为平方毫米 (mm^2)。

以两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.05%

4.3 水分含量测定

按公式(2)计算

$$W_3 = \frac{F_j A_j}{\sum (F_i A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

W ——水分含量;

F_j ——水相对校正因子;

A_j ——水的峰面积, 单位为平方毫米 (mm^2);

F_i ——组份 i 的相对校正因子;

A_i ——组份 i 的峰面积, 单位为平方毫米 (mm^2)。

以两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.03%

注: W 下脚标对应表2中峰序号。

5 检验规则

- 5.1 产品需经检验合格附生产合格证方可出厂。
- 5.2 以相同原料、相同配比和相同工艺条件下, 生产的一釜或数釜经混合器一次混合均匀的统一型号产品视作一批。
- 5.3 按 GB 6680 中的规定方法采样。
- 5.4 检验结果极限值判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。
- 5.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时, 应重新进行检验, 重新检验应从该批产品中加倍取样进行复检, 如仍不合格, 则判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 包装桶应牢固、清晰的标注产品的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b)
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净重含量；
- f) 标准编号；
- g) GB 190 规定的“易燃液体”的标志。

6.2 包装

产品应采用清洁、干燥、密封良好的抗静电塑料桶包装，包装桶应符合GB/T 19459规定。随包装附生产合格证、安全技术说明书。

6.3 运输

产品应单独运输，避免碰撞。

6.4 贮存

产品贮存地点应通风、阴凉、干燥、低温及远离明火，同时应避免与其它化学品混放。

7 安全警告

丁烯醛是一种淡黄色液体，沸点(℃): 104, 闪点(℃): 13, 爆炸上限%(V/V): 15.5, 爆炸下限%(V/V): 2.1, 具强刺激性，对眼结膜及上呼吸道粘膜有强烈刺激作用。长期接触引起慢性鼻炎、神经系统机能障碍。易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热或与氧化剂接触，有引起燃烧爆炸的危险。其蒸气比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇火源会着火回燃。
