



中华人民共和国国家标准

GB/T 3729—2023

代替 GB/T 3729—2007

工业用乙酸正丁酯

n-Butyl acetate for industrial use

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 3729—2007《工业用乙酸正丁酯》，与 GB/T 3729—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了技术要求（见表 1，2007 年版的第 3 章）；
- 删除了气味要求和试验方法（见 2007 年版的第 3 章和 4.9）；
- 更改了乙酸正丁酯、正丁醇测定的试验方法，增加了苯、甲苯、乙苯、二甲苯测定的试验方法（见 5.4，2007 年版的 4.2 和 4.3）；
- 更改了水分的测定方法（见 5.5，2007 年版的 4.4）；
- 安全部分调整为资料性附录（见附录 B，2007 年版的第 7 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：南通百川新材料有限公司、泰兴金江化学工业有限公司、临沂市金沂蒙生物科技有限公司、扬子江乙酰化工有限公司、中石化(北京)化工研究院有限公司、珠海谦信新材料有限公司、安徽瑞柏新材料有限公司、广东利而安化工集团有限公司、邢台市茂新化工产品有限公司。

本文件主要起草人：吕坚、佟刚、张超、吴晓明、薛建军、黄煜、李成富、张思武、贾叶奎、赵楚榜、王辉、黄志平、郭鼎新、杨玉玲、李耀焜、范林涛、邓焕新、王铎、陈祥能、张海兵。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1983 年首次发布为 GB/T 3729—1983，1991 年第一次修订，2007 年第二次修订；
- 本次为第三次修订。

工业用乙酸正丁酯

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业用乙酸正丁酯的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由乙酸和正丁醇在催化剂下酯化而制得的工业用乙酸正丁酯。

注:乙酸正丁酯分子式为 $C_6H_{12}O_2$, 结构式为 $CH_3COO(CH_2)_3CH_3$, 相对分子质量为 116.16(按 2022 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

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 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用乙酸正丁酯应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	要求	
	I 型	II 型
外观	透明液体,无悬浮杂质	
色度(铂-钴色号)/Hazen 单位	≤10	
乙酸正丁酯,ω/%	≥99.5	≥99.2
正丁醇,ω/%	≤0.1	≤0.5
水分,ω/%	≤0.05	≤0.10
酸度(以乙酸计),ω/%	≤0.010	
密度,ρ ₂₀ /(g/cm ³)	0.878~0.883	
蒸发残渣,ω/%	≤0.005	
苯,ω/%	供需双方协商	
甲苯,ω/%		
乙苯,ω/%		
二甲苯 ^a ,ω/%		
^a 二甲苯为对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯 3 种异构体的质量分数之和。		

5 试验方法

警示——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。

5.1 一般规定

本文件所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

将适量样品加入具塞比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 色度的测定

按 GB/T 3143 中规定的方法进行。

5.4 乙酸正丁酯、正丁醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯的测定

5.4.1 方法原理

用毛细管柱气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经气化后通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测,校正面积归一化法定量。

5.4.2 试剂

- 5.4.2.1 氮气:体积分数不小于 99.999%,经硅胶和脱氧管净化。
- 5.4.2.2 氢气:体积分数不小于 99.999%,经硅胶或分子筛净化。
- 5.4.2.3 空气:经硅胶或分子筛净化。
- 5.4.2.4 正丁醇、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯、间二甲苯:色谱纯。
- 5.4.2.5 乙酸正丁酯:用作测定校正因子的基液,质量分数不低于 99.5%。

5.4.3 仪器设备

- 5.4.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器、色谱工作站;整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。
- 5.4.3.2 进样器:微量进样器,10 μL 。
- 5.4.3.3 分析天平:分度值为 0.1 mg。

5.4.4 色谱柱及色谱操作条件

推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2,在乙酸正丁酯中加入了苯、甲苯、乙苯、二甲苯后的色谱图见附录 A 中图 A.1,各组分的保留时间和相对保留值见表 A.1,各组分的相对质量校正因子见表 A.2。其他能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 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	条 件
色谱柱	5%苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度	60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm
柱温	初始柱温为 55 $^{\circ}\text{C}$,保持 25 min,然后以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程序升温至 180 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min
进样口温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
载气(氮气)流量/(mL/min)	0.6 mL/min,保持 15 min,然后以 1 mL/min 程序升至 1 mL/min,保持 30 min
尾吹气流量/(mL/min)	30
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
分流比	50 : 1
进样量/ μL	0.4

5.4.5 分析步骤

5.4.5.1 仪器准备

启动气相色谱仪,按照表 2 所列条件调试仪器,待仪器稳定后开始进样分析。

5.4.5.2 校正因子的测定

5.4.5.2.1 校准用标准样品的配制

使用清洁、干燥的磨口瓶,用分析天平准确称量,加入一定量的乙酸正丁酯(5.4.2.5)及被测组分(正丁醇、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯等)的色谱纯试剂,校准物质的称量应精确至 0.000 1 g。配制与样品中各组分含量相近的校准用标准样品。

5.4.5.2.2 校准用标准样品的测定

按照与测定样品相同的试验条件,分别进样测定乙酸正丁酯(5.4.2.5)及校准用标准样品(5.4.5.2.1),记录所有峰面积,重复测定 2 次。

相对质量校正因子应实际测定,并定期进行校验。

5.4.5.2.3 相对质量校正因子的计算

各组分相对乙酸正丁酯的校正因子 f_i ,按式(1)计算:

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

式中:

A_s ——校准用标准样品中乙酸正丁酯的峰面积;

m_i ——校准用标准样品中组分 i 的质量的数值,单位为克(g);

A_i ——校准用标准样品中组分 i 的峰面积;

A_{i0} ——乙酸正丁酯(5.4.2.5)本底中组分 i 的峰面积;

m_s ——校准用标准样品中乙酸正丁酯的质量的数值,单位为克(g)。

取 2 次测定结果的算术平均值为测定结果,2 次测定结果的相对偏差不超过 5%。

5.4.5.3 样品的测定

用微量进样器准确吸取 0.4 μ L 样品注入气相色谱仪,记录所有峰面积,重复测定 2 次。

5.4.5.4 结果计算

各组分的质量分数 w_i ,数值以%表示,分别按式(2)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum f_i A_i} \times [100 - w_{(H_2O)}] \dots\dots\dots (2)$$

式中:

f_i ——被测组分 i 的校正因子;

A_i ——被测组分 i 的峰面积;

$\sum f_i A_i$ ——各组分的校正峰面积之和;

$w_{(H_2O)}$ ——按 5.5 测定的水分的数值,以百分数(%)表示。

注:正丁醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯之外组分的相对质量校正因子以 1 计。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果。乙酸正丁酯 2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%,正丁醇 2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%,苯、甲苯、乙苯、二甲苯 2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

5.5 水分的测定

按 GB/T 6324.8 或 GB/T 6283 中“直接电量滴定法”进行测定。GB/T 6324.8 为仲裁法。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.6 酸度的测定

5.6.1 方法原理

样品用乙醇溶解,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,计算出样品的酸度(以乙酸计)。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 乙醇(95%)。

5.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02\text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 的规定配制 0.1 mol/L 的 NaOH 标准溶液,用无二氧化碳的水稀释 5 倍。

5.6.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.6.3 仪器

滴定管:10 mL,分刻度为 0.05 mL。

5.6.4 分析步骤

量取 20 mL 乙醇(95%)于锥形瓶中,加 2 滴酚酞指示液摇匀,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。

称取 20 g 样品于上述锥形瓶中,精确至 0.01 g,摇匀,再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,保持 5 s 不褪色。记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V 。

5.6.5 结果计算

酸度,以乙酸的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——样品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 ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

5.7 密度的测定

按 GB/T 4472 中密度计法进行测定。在 0℃~40℃ 的范围内,样品密度的温度校正系数为 0.001 0 g/(cm³·℃)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5 g/cm³。

5.8 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 规定的方法进行,取样量 200 g。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,2 次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

6 检验规则

6.1 检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为外观、色度、乙酸正丁酯、正丁醇、水分和酸度,应逐批进行检验。型式检验项目为表 1 中所有项目,在正常生产的情况下,6 个月应至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 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。

6.2 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,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 24 h。

6.3 产品采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行,所采样品总量应满足分析和留样需要。将样品充分混匀后,分装于 2 个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中,贴上标签并注明:产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用,另一瓶保存备查。

6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合要求时,桶装产品应重新从 2 倍数量的包装单元中采样进行检验,罐装产品应重新双倍量采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用乙酸正丁酯产品包装容器上应有清晰的标志,标明生产厂名称和厂址、产品名称、批号或生产日期、净含量、本文件编号,包装容器上还应符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志。

注:本产品安全信息的提示见附录 B。

7.1.2 生产厂应保证每批出厂产品都符合本文件的要求,并附有质量证明书,内容包括:生产厂名称和厂址、产品名称、生产日期或批号、产品型号和本文件编号等。

7.2 包装

工业用乙酸正丁酯应用清洁、干燥的槽罐车或钢桶包装,桶口应加密封圈。

工业用乙酸正丁酯也可用经国家有关部门认可的,能确保安全的其他容器包装、灌装,并按该容器的有关安全监察、管理规定执行。

7.3 运输

运输、装卸工作中应按照危险货物运输规定进行。

7.4 贮存

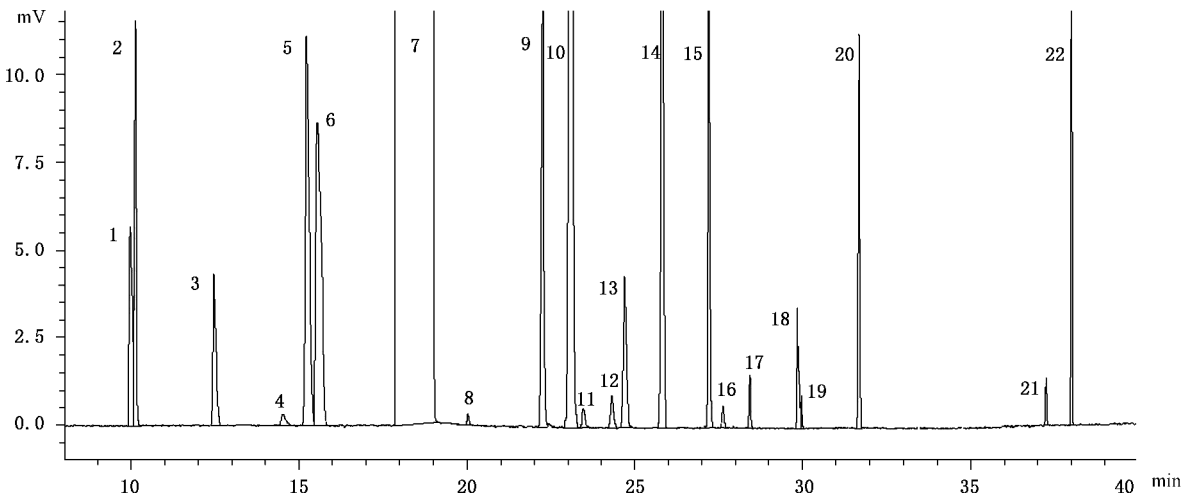
工业用乙酸正丁酯应存放于阴凉、通风、干燥的场所,远离火种、热源,防止日光直射。贮存过程中应防潮,不应与强氧化剂、强碱、强酸存放在一起。

附 录 A
(资料性)

典型色谱图、各组分保留时间和相对保留值、相对质量校正因子

A.1 典型色谱图

乙酸正丁酯中加入了苯、甲苯、乙苯、二甲苯后的典型色谱图见图 A.1。



- 标引序号说明：
- 1 —— 正丁醇；
 - 2 —— 苯；
 - 3 —— 甲酸丁酯；
 - 4 —— 乙酸仲丁酯；
 - 5 —— 甲苯；
 - 6 —— 乙酸异丁酯；
 - 7 —— 乙酸正丁酯；
 - 8 —— 2-甲基-3-己酮；
 - 9 —— 乙苯；
 - 10 —— 间(对)二甲苯；
 - 11 —— 4-庚酮；
 - 12 —— 乙酸(2-甲基)丁酯；
 - 13 —— 正丁醚；
 - 14 —— 邻二甲苯；
 - 15 —— 丙酸丁酯；
 - 16 —— 丙酸叔丁酯；
 - 17 —— 3-甲基-4-庚酮；
 - 18 —— 丙酸(2-甲基)丁酯；
 - 19 —— 丁酸(2-甲基)丙酯；
 - 20 —— 丁酸丁酯；
 - 21 —— 1,1-二丁氧基丁烷；
 - 22 —— 1-丁氧基-1-异丁氧基丁烷。

图 A.1 典型色谱图

A.2 各组分保留时间和相对保留值

各组分保留时间和相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间和相对保留值

序号	组分	保留时间/min	相对保留值
1	正丁醇	9.968	0.525
2	苯	10.123	0.534
3	甲酸丁酯	12.459	0.657
4	乙酸仲丁酯	14.513	0.765
5	甲苯	15.226	0.803
6	乙酸异丁酯	15.542	0.819
7	乙酸正丁酯	18.971	1.000
8	2-甲基-3-己酮	20.022	1.055
9	乙苯	22.253	1.173
10	间(对)二甲苯	23.079	1.217
11	4-庚酮	23.467	1.237
12	乙酸(2-甲基)丁酯	24.316	1.282
13	正丁醚	24.697	1.302
14	邻二甲苯	25.818	1.361
15	丙酸丁酯	27.202	1.434
16	丙酸叔丁酯	27.631	1.456
17	3-甲基-4-庚酮	28.427	1.498
18	丙酸(2-甲基)丁酯	29.847	1.573
19	丁酸(2-甲基)丙酯	29.966	1.580
20	丁酸丁酯	31.678	1.670
21	1,1-二丁氧基丁烷	37.249	1.963
22	1-丁氧基-1-异丁氧基丁烷	38.006	2.003

A.3 推荐的各组分相对质量校正因子

推荐的各组分相对质量校正因子见表 A.2。

表 A.2 推荐的各组分相对质量校正因子

序号	组分	相对质量校正因子
1	正丁醇	0.898 6
2	苯	0.603 5
3	甲苯	0.619 8
4	乙苯	0.642 5
5	间(对)二甲苯	0.627 8
6	邻二甲苯	0.628 2
注：正丁醇及苯系物之外的组分相对质量校正因子按 1 计算。		

附 录 B
(资料性)
安 全

B.1 危险警告

乙酸正丁酯属于易燃液体,其闪点(闭杯)为 22 ℃,常压下的沸程为 124 ℃~129 ℃。

自燃温度 420 ℃。温度高于 22 ℃时,可能形成爆炸性蒸气/空气混合物,在空气中的爆炸极限为 1.2%~7.6%(体积分数)。与强氧化剂、强酸和强碱会发生反应,有着火和爆炸危险。能浸蚀许多塑料和橡胶。

乙酸正丁酯对眼睛、皮肤和呼吸道有刺激作用。吸入乙酸正丁酯可引起咳嗽、咽喉痛、头晕、头痛等,食入会引起恶心。乙酸正丁酯接触皮肤可引起皮肤脱脂、干燥,接触眼睛会引起发红、疼痛。乙酸正丁酯可能对中枢神经系统有影响。

B.2 安全措施

灭火剂:抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土。

个人防护用具:适用于有机气体和蒸气的过滤呼吸器。
