

ICS 71.100.40
G 71

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX-2020

丁酮肟

2-Butanone oxime

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国化工学会提出并归口。

本标准起草单位：湖北新蓝天新材料股份有限公司、中国化工情报信息协会、衢州巨化锦纶有限责任公司、浙江圣安化工股份有限公司、临沭县华盛化工有限公司

本标准主要起草人：

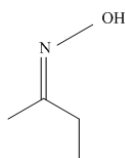
丁酮肟

1 范围

本标准规定了丁酮肟的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存、安全。

本标准适用于肟化法以及磷酸羟胺法生产的丁酮肟。该产品主要用于合成有机硅交联剂、硅固化剂，以及异氰酸酯的封闭剂；在各种醇酸树脂漆、环氧树脂、聚氨酯类贮存过程中起防结皮和稳定粘度的作用。

分子式：C₄H₉NO



结构式：

相对分子质量：87.12（按 2018 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 191 包装运储图示标志
- 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 3143 液体化学产品颜色测定方法（Hazen 单位—铂-钴色号）
- GB/T 4472-2011 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 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 8170-2008 数值修约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 技术要求

3.1 外观

无色透明液体。

3.2 丁酮肟产品应符合表 1 要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
色度(Pt-Co), 号	≤10	
密度, 25℃, g/cm ³	0.915~0.925	
水分含量, mg/kg	≤400	≤1000
丁酮肟含量, w/%	≥99.9	≥99.5

注：当有特殊要求时，由供需双方协商。

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中所用标准溶液、试剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观

量取 50mL 实验室样品，置于 100mL 干燥的具塞比色管中，日光灯或自然光下观察。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472-2011 中 4.3.3 密度计法的规定进行测定。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283 中的规定进行测定。

4.6 丁酮肟含量的测定

4.6.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，使样品汽化后经色谱柱得到分离，用氢火焰离子检测器，采用面积归一化法定量。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 载气：氮气，体积分数大于 99.99%，经硅胶和分子筛净化。

4.6.2.2 燃气：氢气，体积分数大于 99.99%，经硅胶和分子筛净化。

4.6.2.3 助燃气：空气，经硅胶和分子筛净化。

4.6.3 仪器及设备

4.6.3.1 气相色谱仪：灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定，带分流/不分流进样口。

4.6.3.2 检测器：氢火焰离子化检测器。

4.6.3.3 微量进样器：1 μ L。

4.6.3.4 气相色谱柱：本标准推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

4.6.4 操作条件

本标准推荐的典型操作条件见下表 2，典型色谱图见图 1。

表2 推荐色谱操作条件

项目	操作条件
色谱柱 (柱长 \times 内径 \times 液膜厚度)	OV-1701 (30 m \times 0.32 mm \times 0.5 μ m)
氮气流速/(mL/min)	40 (0.075MPa)
氢气流速/(mL/min)	27 (0.05MPa)
空气流速/(mL/min)	300 (0.1MPa)
分流比	1:80
进样口温度/ $^{\circ}$ C	220
检测器温度/ $^{\circ}$ C	250
柱温	
初始温度/ $^{\circ}$ C	90
初始温度保持时间/min	1
升温速度/($^{\circ}$ C/min)	20
终止温度/ $^{\circ}$ C	170
终温保持时间/min	3
进样量/ μ L	0.2

4.6.5 分析步骤

4.6.5.1 取样

采样用取样瓶应清洁干燥，取样时应尽量避免与空气接触，取样结束后应立即加盖密封保存。

4.6.5.2 分析

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 2 的色谱操作条件，当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，进行样品的测定，用色谱工作站记录各组分的峰面积，以面积归一化法定量。

4.6.6 计算

4.6.6.1 丁酮肟的含量以质量分数 w (%) 表示，按式 (1) 计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

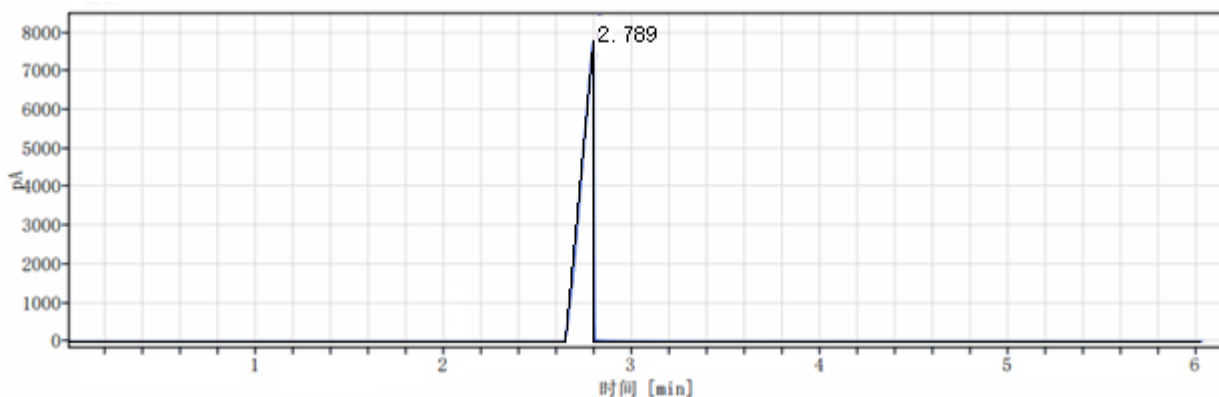
式中：

A ——丁酮肟的峰面积；

$\sum A_i$ ——丁酮肟中全部组分的峰面积之和。

4.6.6.2 取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.6.6.3 丁酮肟典型气相色谱图如图 1 所示。



保留时间/ min 2.789—丁酮肟

图 1 丁酮肟典型色谱图

5 检验规则

5.1 出厂检验

第 3 章规定的全部项目为型式检验项目，其中外观和表 1 中规定的色度、水分含量、丁酮肟含量为出厂检验项目。在正常情况下，每 12 个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 组批规则

以同等质量的产品为一批，可按产品储罐组批，或按生产周期进行组批，组批量上限不超过 1000t。

5.3 采样

以批为单位按 GB/T 6680 的规定采样；采样量不少于 1000mL，分装于两个清洁干燥的密封瓶中，密封；瓶上粘贴标签，注明：产品名称、批号、采样日期、采样人等，一瓶供检验部门检验，另一瓶保存备查。

5.4 合格判定

用户应按照本标准规定的技术要求采样、试验，在到货 3 天内对收到的丁酮肟进行验收。

检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如果有任何一项指标不符合本标准的要求时，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验。重新检验的结果即使是只有一项指标不符合本标准的要求，则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的每个包装件上应有牢固而清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称等，并按GB/T 191的规定标明“怕晒”、“怕雨”等标志。包装件上应附有标签，标明：批号、生产日期、净含量、本标准编号等。

6.2 包装

本产品采用桶包装，每件净含量按用户要求确定。也可根据用户要求采取其他包装方式。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、标准号、生产厂名称、批号、生产日期、净含量以及5.1规定检验项目的检验数据等。

6.3 运输和贮存

6.3.1 运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。运输途中应严防日晒雨淋。搬运时要轻装轻卸，防止包装及容器损坏。

6.3.2 产品贮存地点应阴凉、干燥、通风、远离火源及其它危险品。产品自生产之日起，贮存期为6个月，逾期应按本标准规定重新检验，如符合质量要求仍可继续使用。

7 安全

7.1 危险警告

丁酮闪点（闭口）为67℃，燃烧或高温下可能分解产生毒烟。接触本产品可能会引起皮肤过敏，眼睛接触可能造成严重眼损伤。

7.2 安全措施

灭火剂：水、干粉、泡沫、二氧化碳。

若吸入毒烟，应立即转移到新鲜空气处，保持呼吸通畅，若感到不适立即就医。

若接触皮肤，应立即去除/脱掉所有被污染的衣物，用大量肥皂和水轻轻洗；若接触眼睛，应用水小心清洗几分钟，随后及时就医。
