

制定《甲缩醛》石油和化学工业联合会（CPCIF）团体标准

编制说明（征求意见稿）

一、任务来源

根据中国石油和化学工业联合会中石化联质标函[2018]08号《关于下达2018年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，在2020年完成《甲缩醛》团体标准的制定工作。本标准是由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。标准由中国化工信息中心有限公司、广东利而安化工集团有限公司、中信国安化工有限公司、四川鑫达新能源科技有限公司、新疆典尚化工有限公司为主要标准起草单位。

二、目的、意义

甲缩醛具有良好的溶解性，低沸点与水相溶性好，能广泛应用于化妆品、药品、家庭用品、工业汽车用品、杀虫剂、皮革上光剂、清洁剂、橡胶工业、油漆、油墨等产品中。目前采用先进的催化精馏一体化技术，真正意义上做到从生产过程、产品性能、使用过程的绿色环保。

在气雾剂配方中的应用：甲缩醛对拟除虫菊酯的溶解性比上二氯甲烷、二甲苯、丙酮及异丙醇要好，且成本低，又可替代含氯溶剂，而且无毒、环保。

在皮革上光剂、汽车上光剂配方中的应用：使用甲缩醛后，可以改善溶剂性能，提高质量，且挥发快，使用方便。在汽车上光剂配方中也存在同样情况，特别是甲缩醛的水溶特性，对提高乳化蜡的稳定性起很大作用。

在空气清新剂配方中的应用：采用甲缩醛，可使香精的溶解性能大大改善，减少乙醇的用量，可提高清新剂的香味，减少VOCs的排放。

在彩带配方和在电子设备清洁剂配方中的应用：部分代替氟利昂，减少氟利昂排放

在涂料方面的应用：甲缩醛结构上高含氧的醚，具有双亲型，表现阶段出优异的溶解性,使它特别适于作为油漆及清漆配方、胶水与黏结剂、油墨及各种气雾剂产品中的添加剂，使产品获得优良的均匀相。

目前国内甲缩醛生产企业已达十几家，总产能大约为100万吨，主要分布在华北、华东、华南地区。目前没有关于甲缩醛的相关产品标准，生产厂家无标准参考，不利于产品质量控制，用户也无验收标准，对日常的交易产生影响。通过制定甲缩醛的团体标准，规范甲缩醛的产品指标，可以规范生产管理和市场销售，有利于企业和行业加强产品质量管理，有利于产品应用研究和市场拓展，同时便于政府加强监管。

制定甲缩醛产品团体标准的意义主要体现在如下几个方面：

1. 确保甲缩醛产品质量：对从原料进厂直至成品及储运整个生产环节，均采取控制措施、技术要求和相应的检测方法及程序。

2. 促进生产企业质量管理的科学化和规范化：目前我国部分化工生产企业质量意识不强，质量管理水平较低，条件设备落后。实施甲缩醛产品团体标准将会提高我国甲缩醛生产企业加强自身质量管理的自觉性，提高质量管理水平。进而推动我国甲缩醛生产的质量管理体系向更高层次发展。

3. 有利于甲缩醛产品进入国际市场：产品的质量可以成为衡量一个企业质量管理优劣的重要依据。生产企业实施甲缩醛产品标准，将会提高我国甲缩醛产品在国际贸易中的竞争力。

4. 提高相关部门对生产企业进行监督检查的水平：对甲缩醛生产企业进行监督检查，可使相关部门监督工作更具科学性和针对性，提高对行业企业的监督管理水平。

5. 促进甲缩醛生产企业的公平竞争：产品标准的推出势必会对提高产品的质量起到促进作用，从而带来良好的市场信誉和经济效益，同时也能起到样板作用，调动落后企业执行产品标准的积极性。通过加强甲缩醛产品的监督检查，还可淘汰一些不具备生产条件的企业，起到扶优劣汰的作用。

三、制定甲缩醛团体标准的必要性

目前，国内企业主要采用合成法来生产甲缩醛，即采用优等品甲醇与甲醛溶液为原料，固体酸催化精馏合成，其工艺优点是产品理化性质稳定，产品质量易于控制，符合行业主流发展方向。随着国内甲缩醛生产企业越来越多，企业技术越来越成熟，部分企业在工艺技术方面不断取得创新。例如，目前国内部分企业在甲缩醛生产过程中，将固体催化剂以适当形式装填于精馏塔内，使催化反应和精馏分离在同一个塔中连续进行，把催化反应和精馏分离有机地结合起来。与传统的催化与精馏单独进行的过程相比，简化了流程，具有投资少、操作费用低、节能、收率高等特点，符合国家相关产业政策引导方向。因此行业有条件、有能力制订甲缩醛的团体标准。

目前国内工业用甲缩醛生产厂家主要包括广东利而安化工集团有限公司、中信国安化工有限公司、四川鑫达新能源科技有限公司、四川省乐山市福华通达农药科技有限公司。

目前甲缩醛尚无国家标准和行业标准。因此需要制定《甲缩醛》团体标准来统一产品质量，以便给同行业的有序竞争提供更为科学的质量评价标准，维护生产企业和用户的利益。

四、编制过程

1. 制定标准调研阶段

根据中国石油和化学工业联合会中石化联质标函[2018]08号《关于下达2018年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，标准起草组研讨了甲缩醛制定标准的必要性和紧迫性，广泛征集各相关单位意见，查阅了甲缩醛生产工艺、技术要求、使用情况等相关资料，并向相关单位发函，了解对制定《甲缩醛》团体标准的建议及产品生产、使用、销售现状。在此基础上，初步拟定了《甲缩醛》团体标准的总体架构。

2. 制定标准工作方案阶段

2018年12月包括长成新能股份有限公司、宝鸡正源化工科技有限公司、临沂瑞盛化学溶剂有限公司、滨州新天阳化工有限公司、安徽开源化工有限公司、江苏道尔顿石化科技有限公司、四川鑫达新能源科技有限公司等企业在北京召开了制定《甲缩醛》团体标准工作方案会。会上与会代表经过讨论，初步确定了该产品的技术要求、指标项目及相关参数，同时初步确定了相应的试验方法、检验、包装、运输、贮存等内容。根据讨论结果，标准起草工作组提出了工作方案及工作进度安排。

3. 制定标准起草阶段

工作方案会后，标准起草单位及有关单位根据工作方案会议的安排，开展验证试验工作。2019年12月在北京召开了《甲缩醛》团体标准制定工作组会议。标准起草工作组汇总了资料，并对资料及相关试验验证结果进行了分析，确定了《甲缩醛》团体标准主要内容。在此基础上提出标准征求意见稿。

五、标准编制原则

本标准的制定参照国内甲缩醛生产、使用的相关资料，同时参考国内企业的相关要求，引进生产的先进理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1. 确保甲缩醛产品使用安全；随着人们生活水平的提高，以及近年来安全的事件时有发生，人们越来越重视安全生产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故，对人员造成危害，消除生产安全隐患。因此，生产安全是首要的原则。

2. 标准要具有科学性、先进性和可操作性；科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据，新标准有利于新产品开发，有利于产品质量的提高；先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；可操作性是指新标准不能脱离我国国情，有 70% 企业能做到，30% 企业需要经过努力才能做到。

3. 与相关标准法规协调一致；与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法律法规要相一致。

4. 促进行业健康发展与技术进步。在甲缩醛生产企业制定团体标准，是我国甲缩醛行业以及使用单位一项重大举措，是从对最终产品的被动管控转向对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

六、主要条款的说明

甲缩醛团体标准包括范围、规范性引用文件、要求、试验方法以及检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

1. 范围

本标准规定了甲缩醛的要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输、贮存、保质期以及安全。

本标准适用于合成法生产甲缩醛，即采用优等品甲醇与甲醛溶液为原料，在固体酸催化存在下催化精馏合成的甲缩醛。

2. 规范性引用文件

说明了在本标准制定中引用的标准和其他参考文件。凡是注日期的引用文件，以该具体日期文件为准，凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

3. 要求

检验项目的设定参照国内企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的实验数据（见实验报告）等资源，确定了外观、甲缩醛含量、水分、密度、甲醇含量、甲醛含量，对甲缩醛产品质量进行系统的控制，分析方法选择现行有效的国家和行业标准方法。指标项目及参数的确定（指标项目及参数见附表）具体说明如下：

（1）外观

外观用于对产品是否正常、是否有其它机械杂质混入进行直观和定性的考察。生产工艺不同，生产出的产品颜色存在差异。大部分企业标准中均设置外观指标。本标准规定为“无色透明液体，无可见杂质”。方法规定用目测法判定，对观测条件作出如下规定“取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观测”。

（2）产品的主要成分

产品的主要成分为甲缩醛。产品纯度用来确定产品等级；产品分级主要是考虑下游客户的要求，对于使用甲缩醛作为生产原料进行合成其他物质时，对甲缩醛含量要求较高，一般在 99% 以

上，而作为溶剂使用时，对甲缩醛含量要求相对较低，一般要求在 86%以上。本标准规定含量不小于 86.00%。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了 I 型产品的含量 $\geq 99.5\%$ ，II 型产品的含量 $\geq 99.00\%$ ，III 型产品的含量 88.00%–92.00%，IV 型产品的含量 86.00%–88.00%。

（3）甲醛含量

甲醛和甲醇合成甲缩醛过程中，未反应的甲醛可能会进入产品中，甲醛具有高毒性，会对甲缩醛的使用者造成一定的健康危害，并且有刺激性气味，因此必须控制甲缩醛中甲醛的含量。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了 I 型产品的甲醛的含量 $\leq 0.005\%$ ，II 型产品甲醛的含量 $\leq 0.005\%$ ，III 型产品甲醛的含量 $\leq 0.005\%$ ，IV 型产品甲醛的含量 $\leq 0.005\%$ 。

（4）水分

甲缩醛中对于水分的要求一般在 0.05%以下。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了 I 型产品水分的含量 $\leq 0.05\%$ ，II 型产品水分的含量 $\leq 0.05\%$ ，III 型产品水分的含量 $\leq 0.05\%$ ，IV 型产品水分的含量 $\leq 0.05\%$ 。

（5）甲醇含量

此指标为产品气相检测时给出的结果。甲醛和甲醇合成甲缩醛，通过不同摩尔配比，可以得到不同浓度的甲缩醛，由于甲醇过量导致甲缩醛中含有一定量的甲醇。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了 I 型产品的甲醇的含量 $\leq 0.5\%$ ，II 型产品甲醇的含量 $\leq 1.00\%$ ，III 型产品甲醇的含量 $\leq 12.00\%$ ，IV 型产品甲醇的含量 $\leq 14.00\%$ 。

（6）密度

甲缩醛的密度范围一般在 0.854–0.870 之间，随甲缩醛、甲醇及其他物质含量变化而变化。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了产品的密度单位为 $\rho_{20}(\text{g}/\text{cm}^3)$ ，I 型产品的密度 0.858–0.870，II 型产品的密度 0.858–0.870，III 型产品的密度 0.854–0.865，IV 型产品的密度 0.852–0.862。

产品性能指标包括：甲缩醛含量、甲醛含量、水分、甲醇含量、密度，这些指标是考核产品应用效果的重要指标。

4. 试验方法

甲缩醛产品在本标准中的甲缩醛含量、甲醛含量、水分、甲醇含量、密度的测定法，基本采用相关标准中的试验原理。

（1）甲缩醛含量的测定

标准中规定，甲缩醛纯度的测定采用气相色谱法，其测定原理为：在选定的色谱操作条件下使样品气化后经毛细管色谱柱分离，使用热导池检测器（TCD）或氢火焰离子化检测器（FID）检测，用带校正因子的面积归一化法定量。

（2）甲醛含量的测定

按 HJ 601 中规定的方法进行测定。

（3）水分的测定

按 GB/T 6283 中规定的方法进行测定。

（4）甲醇含量的测定

标准中规定，甲醇含量的测定采用气相色谱法，其测定原理为：在选定的色谱操作条件下使样品气化后经毛细管色谱柱分离，使用热导池检测器（TCD）或氢火焰离子化检测器（FID）检测，用面积归一化法定量。

(5) 密度的测定

按 GB/T 4472 中规定的方法进行测定。其中，试样密度在 15℃-25℃ 范围内的温度校正系数 k 为 $0.00113\text{g}/(\text{cm}^3 \cdot ^\circ\text{C})$ 。也可采用其他能满足分析要求的试验方法。

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 $0.0005\text{g}/\text{cm}^3$ 。

5. 检验规则

本部分规定了甲缩醛产品检验型式，产品批量、样品的采样、留样及合格产品的判定要求。

6. 标志、标签及包装、运输、贮存及安全

本部分规定了甲缩醛产品标志、标签及包装、运输、贮存及安全的要求均应符合相关规定。

七、标准属性

根据我国对标准属性的划分原则，本标准为您推荐性标准。

八、标准水平分析

本标准适应目前国内实际生产及使用的要求，对产品进行分类，标准的指标项目设置、技术要求及试验方法方面均能满足使用的要求。试验方法方面，产品主含量、甲醇含量的测定采用气相色谱仪进行测定，水分、密度的测定采用仪器分析法进行测定，甲醛含量的测定采用分光光度法进行测定。这些方法可操作性强，结果可靠。促进了环境保护及保障了分析人员的健康安全。综合分析，本标准在各项指标项目设置方面适应了目前企业的使用要求，保证了产品的使用安全，分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。

甲缩醛
验证实验报告

1. 甲缩醛及其杂质含量的测定

T/CPCIF XXXX.X-XXXX 甲缩醛团体标准，以下简称本标准。按本标准拟定方法中 4.3 对四批甲缩醛进行测定，根据本产品的特点，甲缩醛、甲醇含量的测定采用气相色谱法，按照 GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》的规定进行测定。本品选用了毛细管色谱柱进行了试验。色谱图见图 1、图 2、图 3、图 4、图 5、图 6、图 7、图 8、试验结果见表 1。

甲缩醛及杂质含量测定的典型色谱图及保留时间、峰面积、相对峰面积见下图。

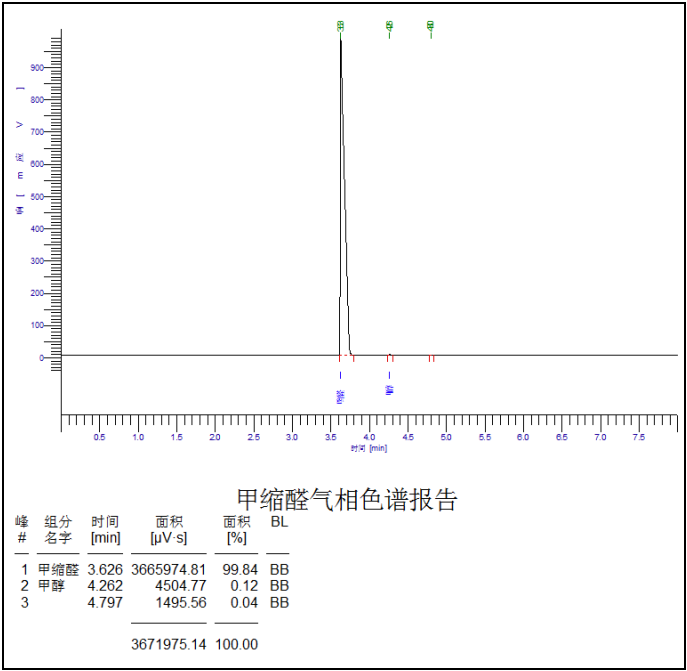


图 1 1#样品第一次测试色谱图

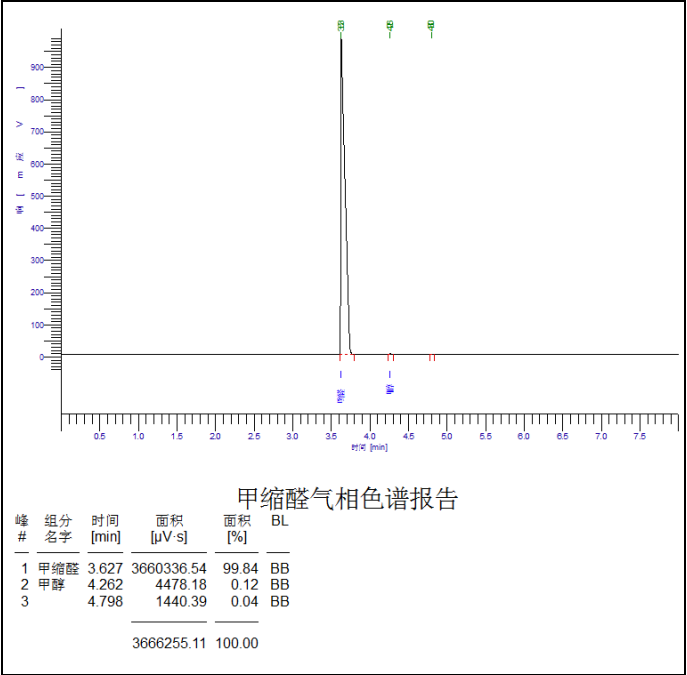


图 2 1#样品第二次测试色谱图

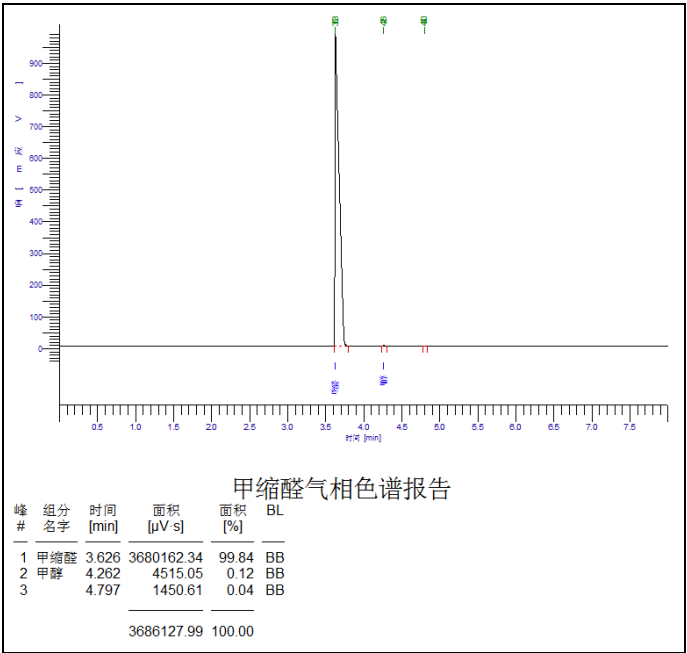


图 3 1#样品第三次测试色谱图

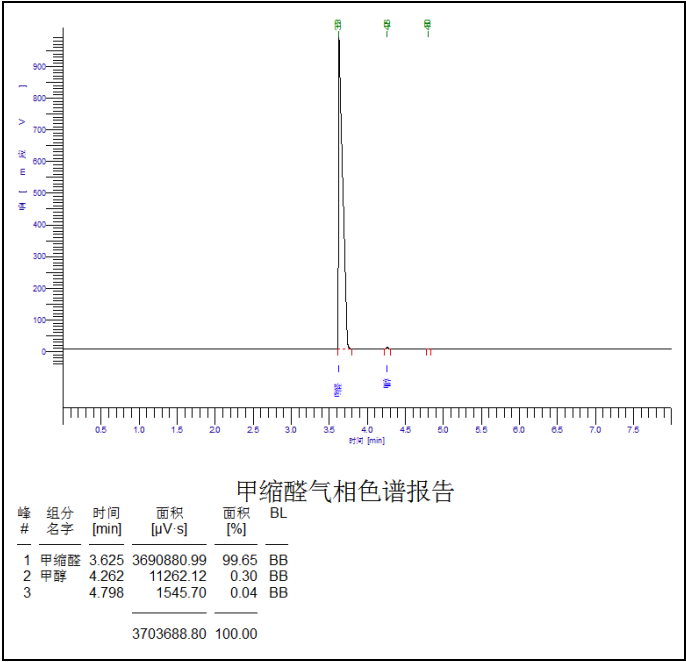


图 4 2#样品第一次测试色谱图

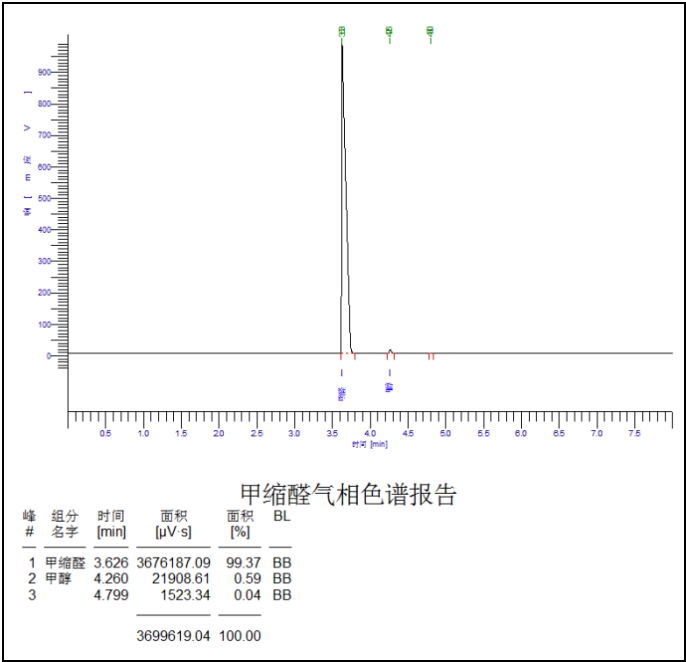


图 5 2#样品第二次测试色谱图

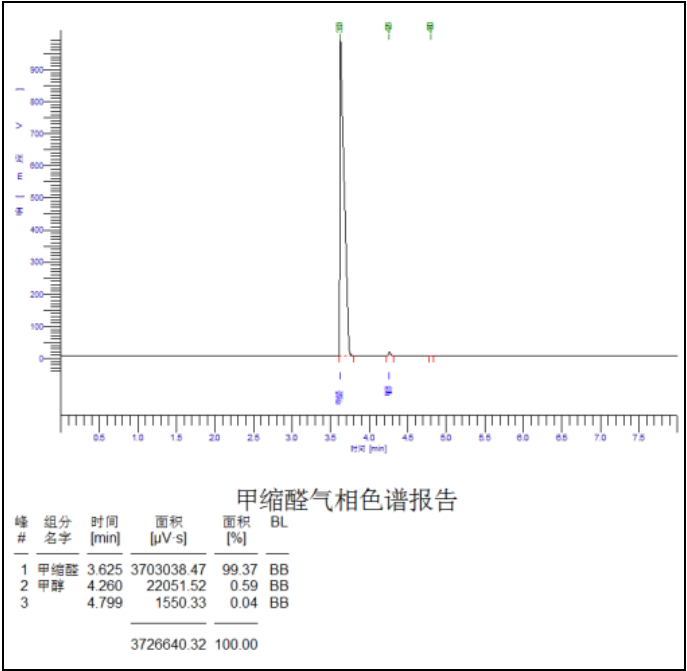


图 6 2#样品第三次测试色谱图

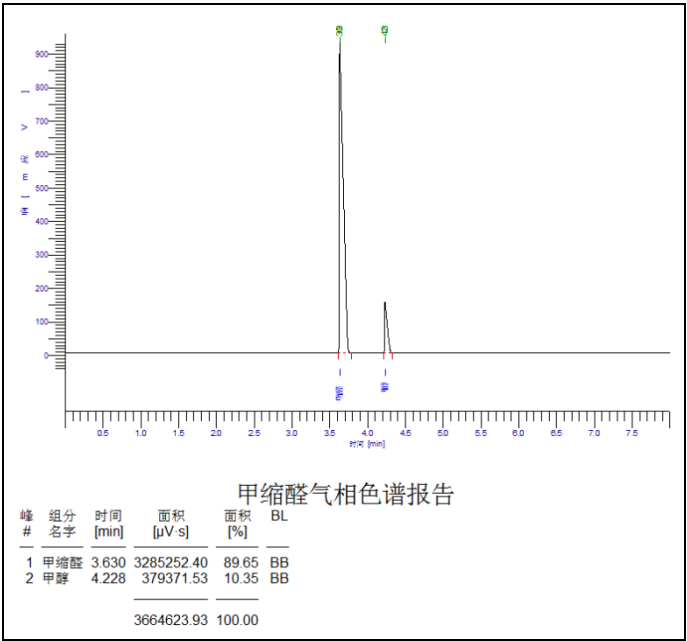


图 7 3#样品第一次测试色谱图

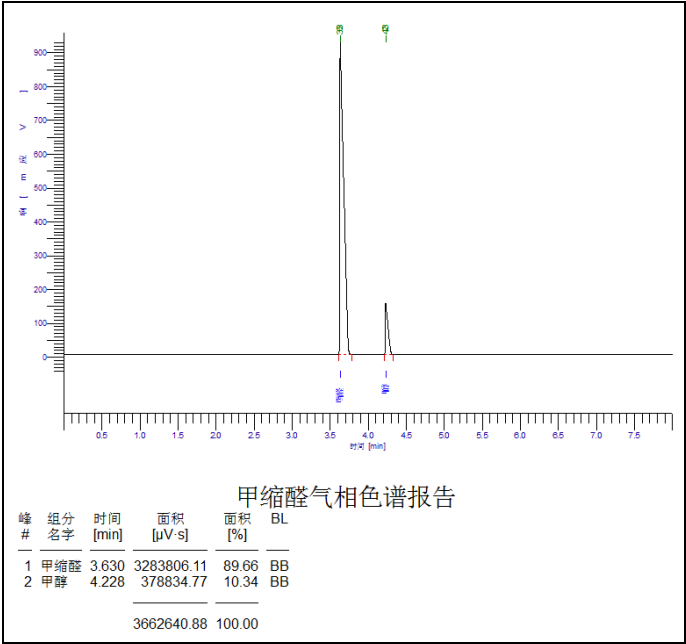


图 8 3#样品第二次测试色谱图

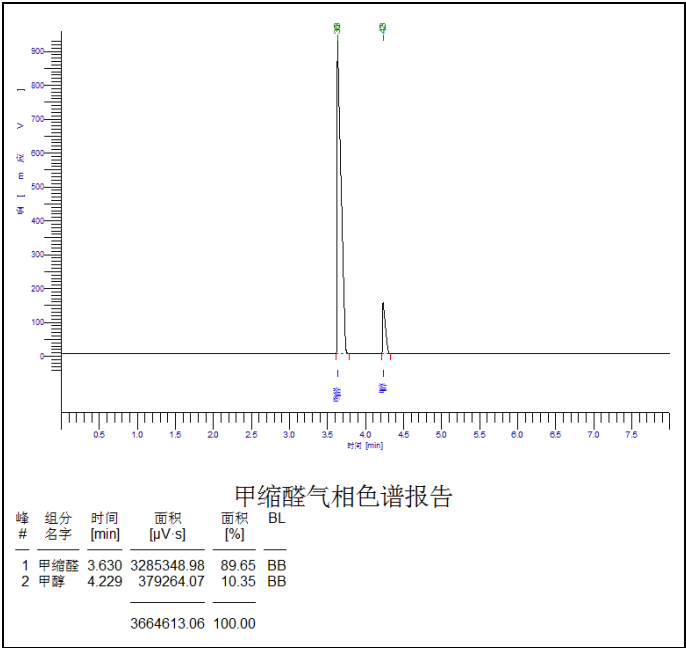


图 9 3#样品第三次测试色谱图

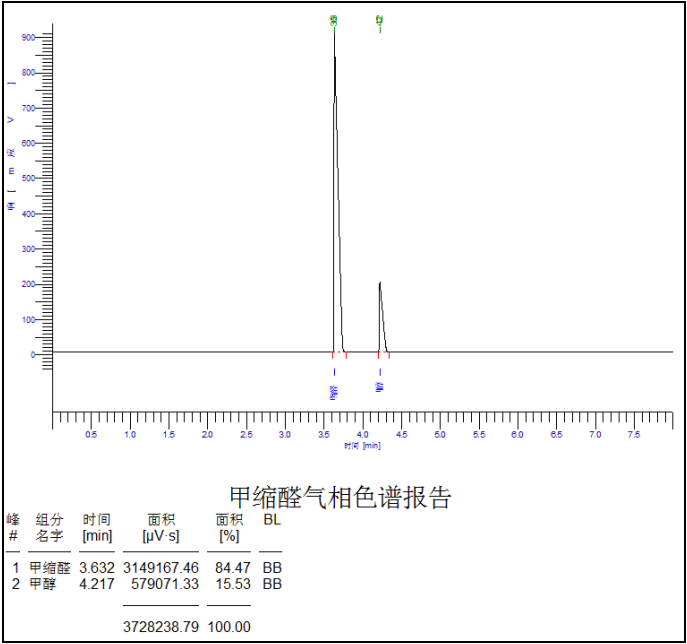


图 10 4#样品第一次测试色谱图

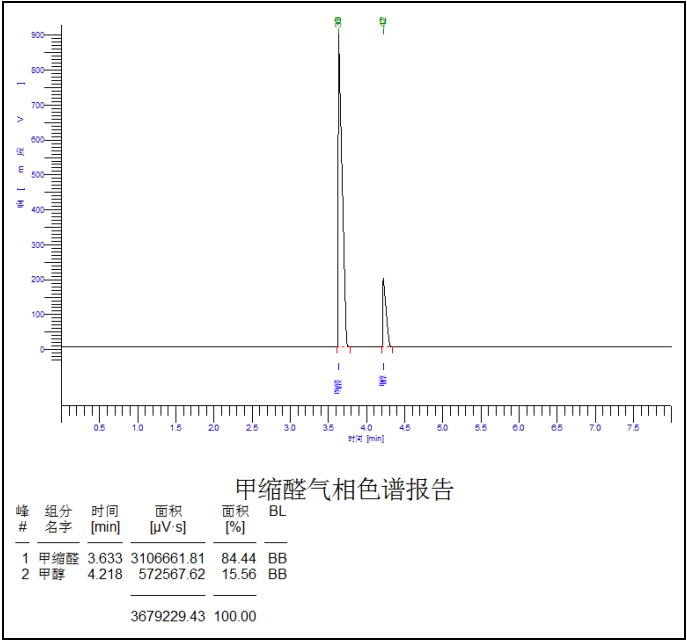


图 11 4#样品第二次测试色谱图

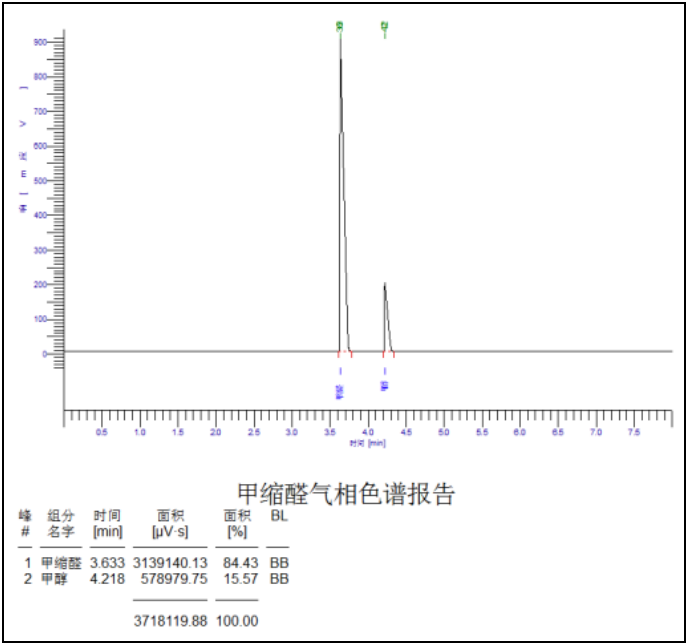


图 12 4#样品第三次测试色谱图

表 1 实验数据汇总

分析次数		1#		2#		3#		4#	
		甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇
含量, %	1	99.84	0.10	99.69	0.24	91.42	8.55	87.02	12.96
	2	99.84	0.10	99.46	0.48	91.43	8.54	86.99	12.99
	3	99.84	0.10	99.46	0.48	91.42	8.55	86.99	13.00
	平均值	99.84	0.10	99.54	0.40	91.42	8.55	87.00	12.99
绝对偏差, %		0.00	0.00	0.10	0.11	0.00	0.00	0.01	0.02

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法中 4.4 对本公司四批甲缩醛进行测定，结果见表 2。

表 2 水分试验验证数据

指标	试验编号			
	1#	2#	3#	4#
水分, w/%	0.023	0.018	0.020	0.015
	0.026	0.018	0.022	0.014
	0.025	0.017	0.023	0.016
平均值, w/%	0.025	0.018	0.022	0.015

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

3. 密度的测定

按本标准拟定方法中 4.5 对本公司四批甲缩醛进行测定，结果见表 3。

表 3 密度试验验证数据

指标	产品型号			
	1#	2#	3#	4#
密度， ρ_{20} (g/cm ³)	0.8665	0.8661	0.8596	0.8581
	0.8664	0.8659	0.8594	0.8582
	0.8665	0.8660	0.8596	0.8582
平均值， ρ_{20} (g/cm ³)	0.8665	0.8660	0.8595	0.8582

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

4. 甲醛的测定

按本标准拟定方法中 4.6 对本公司四批甲缩醛进行测定，结果见表 4。

表 4 甲醛的含量试验验证数据

指标	产品型号			
	1#	2#	3#	4#
甲醛，w/%	0.0006	0.0003	0.0004	0.0007
	0.0006	0.0003	0.0005	0.0009
	0.0005	0.0003	0.0004	0.0007
平均值，w/%	0.0006	0.0003	0.0004	0.0008

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

表 5 产品试验数据汇总

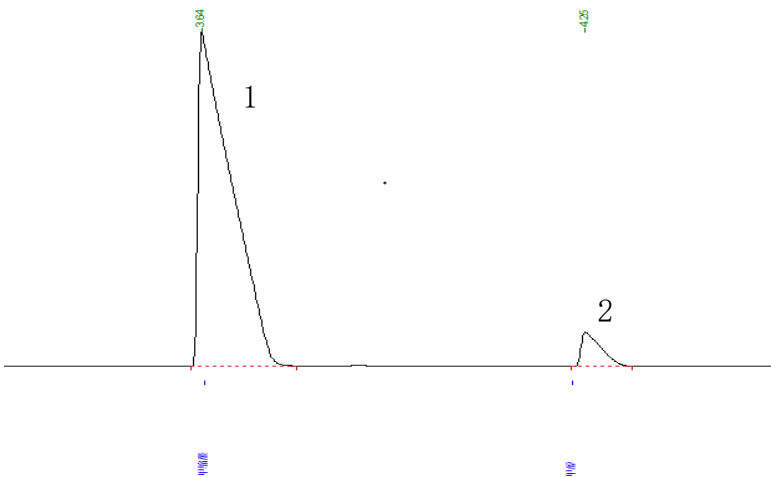
项 目	指 标			
	1#	2#	3#	4#
甲缩醛含量，w/% \geq	99.84	99.46	91.42	86.99
水（质量分数），w/% \leq	0.026	0.018	0.023	0.016
密度， ρ_{20} (g/cm ³)	0.8664-0.8665	0.8659-0.8661	0.8594-0.8596	0.8581-0.8582
甲醇含量（质量分数），w/% \leq	0.10	0.40	8.55	12.99
甲醛含量（质量分数），w/% \leq	0.0006	0.0003	0.0005	0.0009

甲缩醛实验报告

四川鑫达新能源科技有限公司

1. 甲缩醛及其杂质含量的测定

按本标准拟定方法，对本公司两批次产品进行测定，采用气相色谱法，按照 GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》的规定进行测定。本品选用了 DVB 毛细管柱(检测器:300℃;汽化室:180℃;柱箱: 90℃，保持 8min; 氢气: 45ml/min; 氮气: 2ml/min; 空气: 450ml/min。)进行了试验。色谱图见图 1，试验结果见表 2。



说明:

1-----甲缩醛

2-----甲醇

图 1 甲缩醛及甲醇含量测定的典型色谱图

各组分的保留时间和峰面积百分比见表 1。

表 1 各组分的保留时间和峰面积百分比

序号	组分名称	保留时间/min	峰面积百分比/%
1	甲缩醛	3. 64	87. 06
2	甲醇	4. 25	12. 94

表 2 产品含量试验数据

次数	I 型		II 型		III型		IV型	
	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇
1	99. 76	0. 23	99. 35	0. 64	88. 92	11. 07	87. 00	12. 99
2	99. 76	0. 23	99. 36	0. 63	89. 00	10. 99	86. 93	13. 06
3	99. 79	0. 20	99. 38	0. 61	88. 92	11. 07	87. 07	12. 92
4	99. 76	0. 23	99. 39	0. 60	88. 96	11. 03	87. 04	12. 95
5	99. 76	0. 23	99. 36	0. 63	88. 93	11. 06	87. 03	12. 96
6	99. 76	0. 23	99. 38	0. 61	88. 94	11. 05	86. 95	13. 04
7	99. 80	0. 19	99. 41	0. 58	88. 97	11. 02	87. 03	12. 96
8	99. 78	0. 21	99. 35	0. 64	88. 95	11. 04	86. 95	13. 04
9	99. 80	0. 19	99. 35	0. 64	88. 99	11. 00	87. 02	12. 97

次数	I 型		II 型		III型		IV型	
10	99.79	0.20	99.35	0.64	88.98	11.01	86.98	13.01
平均值	99.78	0.21	99.37	0.62	88.96	11.03	87.00	12.99
标准偏差	0.017	0.017	0.020	0.020	0.027	0.027	0.044	0.044

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 2。

表 2 水分试验数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
水分, w/%	0.012	0.014	0.013	0.021
	0.011	0.014	0.012	0.019
	0.012	0.014	0.012	0.019
平均值, w/%	0.012	0.014	0.012	0.020

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

3. 密度的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 3。

表 3 密度试验数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
密度, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8661	0.8660	0.8604	0.8587
	0.8661	0.8659	0.8602	0.8586
	0.8661	0.8660	0.8602	0.8586
平均值, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8661	0.8660	0.8603	0.8586
绝对差值, ρ_{20} (g/cm ³)	0	0.0001	0.0002	0.0001

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

4. 甲醛的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 4。。

表 4 甲醛的含量试验验证数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲醛, w/%	0.0004	0.0003	0.0008	0.0009
	0.0004	0.0003	0.0006	0.0008
	0.0003	0.0003	0.0006	0.0008
平均值, w/%	0.0004	0.0003	0.0007	0.0008

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常。

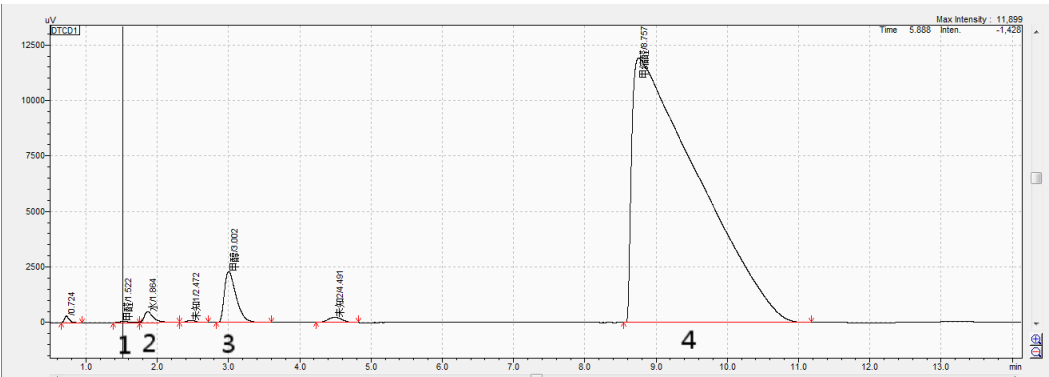
表 5 产品试验数据汇总

项 目	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲缩醛含量， $w/\%$ \geq	99.76	99.35	88.92	86.95
水（质量分数）， $w/\%$ \leq	0.012	0.014	0.013	0.021
密度， ρ_{20} （ g/cm^3 ）	0.8661-0.8661	0.8659-0.8660	0.8602-0.8604	0.8586-0.8587
甲醇含量（质量分数）， $w/\%$ \leq	0.23	0.64	11.07	13.06
甲醛含量（质量分数）， $w/\%$ \leq	0.0004	0.0003	0.0008	0.0009

甲缩醛实验报告
中信国安化工有限公司

1. 甲缩醛及其杂质含量的测定

按本标准拟定方法，对本公司两批次产品进行测定，采用气相色谱法，按照 GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》的规定进行测定。本品选用了 GDX-403 色谱柱（初始温度为 120℃，保持 5min，以 5℃/min 的升温速率升至 150℃，150℃保持 5min）进行了试验。色谱图见图 1，试验结果见表 2。



- 1-----水
- 2-----甲醇
- 3-----甲酸甲酯
- 4-----甲缩醛

图 1 甲缩醛及杂质含量测定的典型色谱图
各组分的保留时间和峰面积百分比见表 1。

表 1 各组分的保留时间和峰面积百分比（请按实测数据填写表格内容）

序号	组分名称	保留时间/min	峰面积百分比/%
1	水	1.863	0.075
2	甲醇	2.966	0.786
3	甲酸甲酯	4.352	0.042
4	甲缩醛	8.686	99.115

表 2 产品含量试验数据

次数	I 型		II 型		III型		IV型	
	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇
1	99.64	0.33	99.16	0.81	88.79	11.18	86.60	13.37
2	99.66	0.31	99.24	0.73	88.84	11.13	86.59	13.38
3	99.57	0.40	99.30	0.67	88.98	10.99	86.58	13.39
4	99.56	0.41	99.26	0.71	88.74	11.23	86.58	13.39
5	99.56	0.41	99.18	0.79	88.87	11.10	86.70	13.27

次数	I 型		II 型		III型		IV型	
6	99.59	0.38	99.22	0.75	88.89	11.08	86.56	13.41
7	99.68	0.29	99.30	0.67	88.86	11.11	86.65	13.32
8	99.54	0.43	99.29	0.68	88.80	11.17	86.55	13.42
9	99.70	0.27	99.18	0.79	88.79	11.18	86.39	13.58
10	99.67	0.30	99.22	0.75	88.80	11.17	86.47	13.50
平均值	99.62	0.35	99.24	0.73	88.84	11.13	86.57	13.40
标准偏差	0.056	0.056	0.049	0.049	0.064	0.064	0.082	0.082

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 2。

表 2 水分试验数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
水分, w/%	0.028	0.030	0.032	0.034
	0.026	0.031	0.032	0.031
	0.029	0.030	0.031	0.030
平均值, w/%	0.028	0.030	0.032	0.032

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

3. 密度的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 3。

表 3 密度试验数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
密度, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8635	0.8622	0.8589	0.8572
	0.8637	0.8623	0.8586	0.8572
	0.8637	0.8622	0.8588	0.8572
平均值, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8636	0.8622	0.8588	0.8572
绝对差, ρ_{20} (g/cm ³)	0.0002	0.0001	0.0003	0

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

4. 甲醛的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 4。。

表 4 甲醛的含量试验验证数据

指标	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲醛, w/%	0.0021	0.0018	0.0012	0.0014
	0.0020	0.0017	0.0010	0.0013

	0.0022	0.0018	0.0012	0.0013
平均值, w/%	0.0021	0.0018	0.0011	0.0013

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常。

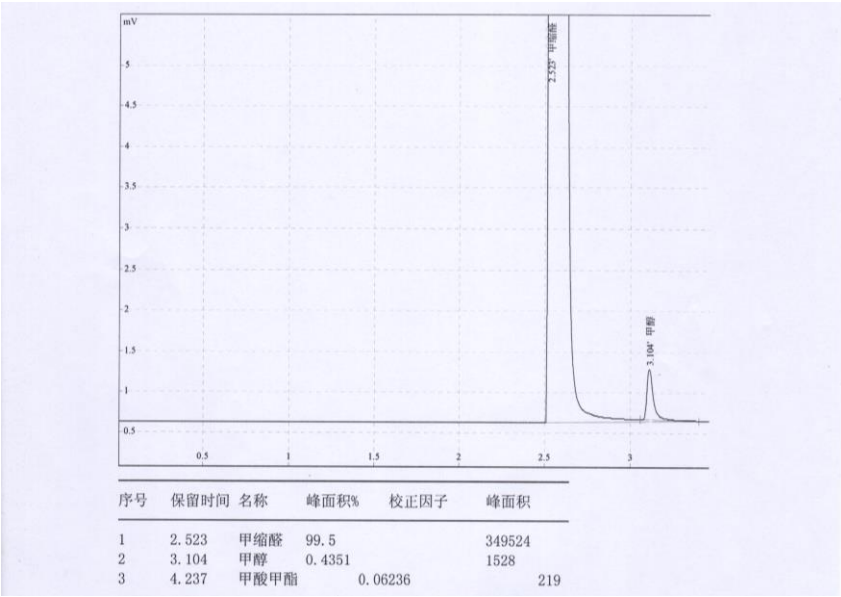
表 5 产品试验数据汇总

项 目	产品型号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲缩醛含量, w/% \geq	99.54	99.16	88.74	86.39
水（质量分数）, w/% \leq	0.029	0.031	0.032	0.034
密度, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8635-0.8637	0.8622-0.8623	0.8586-0.8589	0.8572-0.8572
甲醇含量（质量分数）, w/% \leq	0.43	0.79	11.18	13.50
甲醛含量（质量分数）, w/% \leq	0.0021	0.0018	0.0012	0.0014

甲缩醛实验报告
广东利而安利而安化工集团有限公司

1. 甲缩醛及其杂质含量的测定

按本标准拟定方法，对本公司两批次产品进行测定，采用气相色谱法，按照 GB/T 9722 《化学试剂 气相色谱法通则》的规定进行测定。本品选用了 GDX-103 色谱柱(规格 \varnothing 3*2m, 老化温度 180℃，Tmax250) 进行了试验。色谱图见图 1，试验结果见表 2。



说明：

- 1——甲缩醛
- 2——甲醇
- 3——甲酸甲酯

图 1 甲缩醛及杂质含量测定的典型色谱图

各组分的保留时间和峰面积百分比见表 1。

表 1 各组分的保留时间和峰面积百分比（请按实测数据填写表格内容）

序号	组分名称	保留时间/min	峰面积百分比/%
1	甲缩醛	2.523	99.5
2	甲醇	3.104	0.4351
3	甲酸甲酯	4.237	0.06236

表 2 产品含量试验数据

次数	I 型		II 型		III 型		IV 型	
	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇	甲缩醛	甲醇
1	99.88	0.115	99.67	0.298	91.52	8.47	86.00	13.70
2	99.84	0.155	99.68	0.269	89.95	10.03	87.10	12.68
3	99.81	0.191	99.66	0.278	90.42	9.57	87.36	12.38
4	99.77	0.133	99.68	0.272	90.41	9.57	86.41	13.44

次数	I 型		II 型		III型		IV型	
5	99.76	0.173	99.69	0.254	89.16	10.81	87.92	11.97
6	99.75	0.204	99.38	0.547	90.12	9.86	86.66	13.26
7	99.79	0.163	99.11	0.787	91.28	8.71	87.04	12.86
8	99.73	0.221	99.47	0.451	88.27	11.52	87.26	12.65
9	99.74	0.179	99.45	0.531	91.99	8.01	87.57	12.26
10	99.75	0.190	99.50	0.450	90.4	9.56	86.62	13.25
平均值	99.78	0.172	99.53	0.414	90.35	9.61	86.99	12.84
标准偏差	0.046	0.030	0.1459	0.165	1.044	1.000	0.547	0.530

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 2。

表 2 水分试验数据

指标	产品批号			
	I 型	II 型	III型	IV型
水分, w/%	0.026	0.011	0.042	0.040
	0.016	0.011	0.029	0.036
	0.012	0.013	0.032	0.030
平均值, w/%	0.018	0.012	0.034	0.035

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

3. 密度的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 3。

表 3 密度试验数据

指标	产品批号			
	I 型	II 型	III型	IV型
密度, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8626	0.8616	0.8574	0.8544
	0.8624	0.8615	0.8571	0.8547
	0.8620	0.8613	0.8571	0.8542
平均值, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8623	0.8615	0.8572	0.8544
绝对偏差, ρ_{20} (g/cm ³)	0.0004	0.0003	0.00013	0.00018

实验结果：实测数据符合指标，测定方法无异常。

4. 甲醛的测定

按本标准拟定方法，对本公司四批产品进行测定，结果见表 4。。

表 4 甲醛的含量试验验证数据

指标	产品批号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲醛, w/%	0.0016	0.0010	0.0023	0.0019
	0.0013	0.0012	0.0023	0.0019

	0.0015	0.0012	0.0022	0.0018
平均值, w/%	0.0015	0.0011	0.0023	0.0019

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常。

表 5 产品试验数据汇总

项 目	产品批号			
	I 型	II 型	III型	IV型
甲缩醛含量, w/% \geq	99.73	99.38	88.16	86.00
水(质量分数), w/% \leq	0.026	0.013	0.042	0.040
密度, ρ_{20} (g/cm ³)	0.8620-0.8626	0.8613-0.8616	0.8571-0.8574	0.8542-0.8547
甲醇含量(质量分数), w/% \leq	0.204	0.787	11.52	13.70
甲醛含量(质量分数), w/% \leq	0.0016	0.0012	0.0023	0.0019

附表 1 甲缩醛指标对比表——企业指标

名 称	企业指标（各企业填写企业标准指标值）					
	中信国安		利而安		四川鑫达	
	I 型号	III型号	I 型号	IV型号	型号 II	型号
甲缩醛含量， $w/\%$	≥ 99.5	≥ 88	99.5	86	≥ 99	/
水（质量分数）， $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.1	0.05	0.05	≤ 1	/
密度， $\rho_{20} \text{ (g/cm}^3\text{)}$	0.85-0.87	0.85-0.87	0.862	0.854	0.85-0.87	/
甲醇含量（质量分数）， $w/\%$	≤ 0.5	≤ 12	0.4	13.8	≤ 0.7	/
甲醛含量（质量分数）， $w/\%$	≤ 0.01	≤ 0.01	0.01	0.01	/	/

附表 2 甲缩醛指标对比表——拟定 T/CPCIF XXXXX -20XX 指标

项目	指标			
	I 型	II 型	III 型	IV 型
外观	无色透明液体，无可见杂质			
甲醛含量（质量分数）/%	≤ 0.005	≤ 0.005	≤ 0.005	≤ 0.005
水分（质量分数）/%	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.05
甲缩醛含量（质量分数）/%	≥ 99.5	≥ 99.0	88.0-92.0	86.0-88.0
甲醇含量（质量分数）/%	≤ 0.5	≤ 1.0	≤ 12.0	≤ 14.0
密度， $\rho_{20} \text{ (g/cm}^3\text{)}$	0.858-0.870	0.858-0.870	0.854-0.865	0.852-0.862