

ICS 59.060.20  
W 52

# 团 体 标 准

T/CCFA 01052-2021

---

## 乙醛 聚酯酯化废水提取

acetaldehyde polyester esterification wastewater extraction

2021-08-25 发布

2021-09-01 实施

---

中国化学纤维工业协会 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。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。

本文件由中国化学纤维工业协会提出。

本文件由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：新凤鸣集团湖州中石科技有限公司、桐昆集团股份有限公司、江苏索力得新材料集团有限公司、浙江理工大学上虞工业技术研究院有限公司、福建经纬新纤科技实业有限公司、江苏国望高科纤维有限公司、浙江盛元化纤有限公司、江苏嘉通能源有限公司、江苏桐昆恒阳化纤有限公司、新凤鸣集团股份有限公司、浙江理工大学科技与艺术学院、中国化学纤维工业协会

本文件主要起草人：周龙、马建平、沈建松、王刚强、杨炯、林景、郭治、姚宏伟、赵刚强、单兴刚、沈良华、董智勇、沈建伦、张丽琼、束官莹、付晶、刘世扬、张子昕、万雷



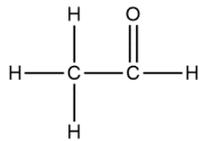
# 乙醛 聚酯酯化废水提取

## 1 范围

本文件规定了聚酯（PET）酯化废水中提取的乙醛的术语定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全危险警告和安全措施。

本文件适用于在对苯二甲酸和乙二醇为原料生产聚酯（PET）过程产生的酯化废水中提取的乙醛。产品主要用于吡啶、季戊四醇、巴豆醇、农药等领域。

分子式： $C_2H_4O$



结构式：

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 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 3143 液体化学产品颜色测定（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 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
- HG/T 5149 工业用乙醛

## 3 术语和定义

### 3.1

乙醛 聚酯酯化废水提取 acetaldehyde polyester esterification wastewater extraction

以对苯二甲酸和乙二醇为原料生产聚酯（PET）过程中产生的酯化废水，经汽提、精馏而提取的乙醛。

#### 4 技术要求

4.1 外观：无色透明液体。

4.2 产品技术要求：

表1 乙醛（聚酯酯化废水提取）技术要求

序号	项目	指标		
		优等品	一等品	合格品
1	色度色(铂-钴色号)/Hazen 单位	≤ 10	15	15
2	乙醛的质量分数/%	≥ 99.6	99.2	98.0
3	酸的质量分数（以乙酸计）/%	≤ 0.10	0.20	0.30
4	不挥发物的质量分数/%	≤ 0.10	0.10	0.10
5	2-甲基-1,3-二氧环戊烷的质量分数/%	≤ 0.06	0.10	0.20
6	乙二醇的质量分数/%	≤ 0.05	0.05	0.05

4.3 三聚乙醛的质量分数，由供需双方协商确定。

#### 5 试验方法

##### 5.1 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。

##### 5.2 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。

##### 5.3 色度的测定

将试样降温至 0℃~5℃，试样的颜色与标准铂-钴比色液的颜色目测比较，并以 Hazen（铂-钴）颜色单位表示结果，具体操作步骤按 GB/T 3143 的规定进行。

##### 5.4 乙醛、三聚乙醛、2-甲基-1,3-二氧环戊烷和乙二醇含量的测定

###### 5.4.1 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，得出乙醛、三聚乙醛、2-甲基-1,3-二氧环戊烷和乙二醇的含量。

###### 5.4.2 试剂或材料

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

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

5.4.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

#### 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，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。

5.4.3.2 记录装置：色谱工作站。

5.4.3.3 进样器：微量注射器，2  $\mu\text{L}$ 。

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

#### 5.4.4 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，各组分保留时间参见附录 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（50%-苯基）-甲基聚硅氧烷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 $\mu\text{m}$
升温程序	70 $^{\circ}\text{C}$ 保持 4 分钟，以 30 $^{\circ}\text{C}$ /分钟升至 220 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 10 分钟
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	260
载气( $\text{N}_2$ )流速/(mL/min)	1.0
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	30:1
进样量/ $\mu\text{L}$	2

#### 5.4.5 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 2  $\mu\text{L}$ ，进样分析，用色谱工作站处理计算结果。

#### 5.4.6 试验数据处理

各组分的质量分数  $\omega_i$ ，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A} \times (100 - \omega_{\text{酸}} - \omega_{\text{不挥发}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_i$ ——各组分的面积；

$\sum A$ ——所有组分面积总和；

$\omega_{\text{酸}}$ ——酸的质量分数；

$\omega_{\text{不挥发}}$ ——不挥发物的质量分数。

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%。

## 5.5 酸含量的测定

按 HG/T 5149 规定进行检测。

## 5.6 不挥发物质量分数的测定

按 HG/T 5149 规定进行检测。

## 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、乙醛的质量分数、三聚乙醛的质量分数和 2-甲基-1,3-二氧环戊烷的质量分数，型式检验项目为：外观、色度、乙醛的质量分数、酸的质量分数（以乙酸计）、不挥发物的质量分数、三聚乙醛的质量分数、2-甲基-1,3-二氧环戊烷的质量分数和乙二醇的质量分数。当发生下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变换；
- 停产后重新恢复生产；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- 合同规定。

6.2 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文件的要求。每批出厂的乙醛都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- 生产厂名和厂址；
- 产品名称；
- 生产日期或批号；
- 产品检验结果或检验结论；
- 本文件编号等。

6.3 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。

6.4 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 1000 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。

6.5 为保证检测结果的准确性，样品应在 5℃以下避光密闭保存，取样后应于 24 h 内完成检测。

6.6 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文件要求，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

合本文件要求，则整批产品判为不合格。

## 7 标志、包装、运输、贮存、安全危险警告和安全措施

### 7.1 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、本文件编号。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。

### 7.2 包装

乙醛用槽车（充装系数 0.626 吨/立方米）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。

### 7.3 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。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄露应急处理设备，夏季最好早晚运输，运输时所用的槽（罐）车应有接地链，槽内可设孔隔板减少震荡产生静电。严禁与氧化剂、还原剂、酸类、食用化学品等混装混运。运输途中应防爆晒、雨淋、防高温。中途停留时应远离火种、热源、高温区。装运该物品的车辆排气管必须配备阻火装置，禁止使用易产生火花的机械设备和工具装卸。公路运输时按规定路线行驶，勿在居民和人口稠密区停留。

### 7.4 贮存

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。

贮存于阴凉，通风的库房。远离火种、热源、库温不宜超过 25℃。包装要求密封，不可与空气接触。应与氧化剂、还原剂、酸类等分开存放，切忌混储。不宜大量储存或久存，采用防爆型照明，通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具，储区应备有泄露应急处理设备和合适的收容材料。

### 7.5 安全危险警告

乙醛是无色、易挥发、低闪点易燃液体，具强烈的刺激臭味、致敏性，沸点为 20.08℃，闪点为-39℃，乙醛蒸汽在空气中爆炸范围的体积分数为 4.0%~57.0%（V/V）：甚至其低温的蒸汽也能与空气形成爆炸性混合物。其蒸汽比空气重，可能沿地面移动，造成远处着火。低浓度引起眼、鼻上呼吸道刺激症状及支气管炎，高浓度吸入尚有麻醉作用。对环境有害，可对水体造成污染。对眼睛、皮肤和呼吸道有强烈的刺激作用。

### 7.6 安全措施

7.6.1 急救措施：皮肤接触，脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗；眼睛接触，提起眼睑，流动清水或生理盐水冲洗，就医；吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通

畅，如呼吸困难，给输氧，如停止呼吸进行人工呼吸，就医；食入，饮足量温水，催吐，就医。

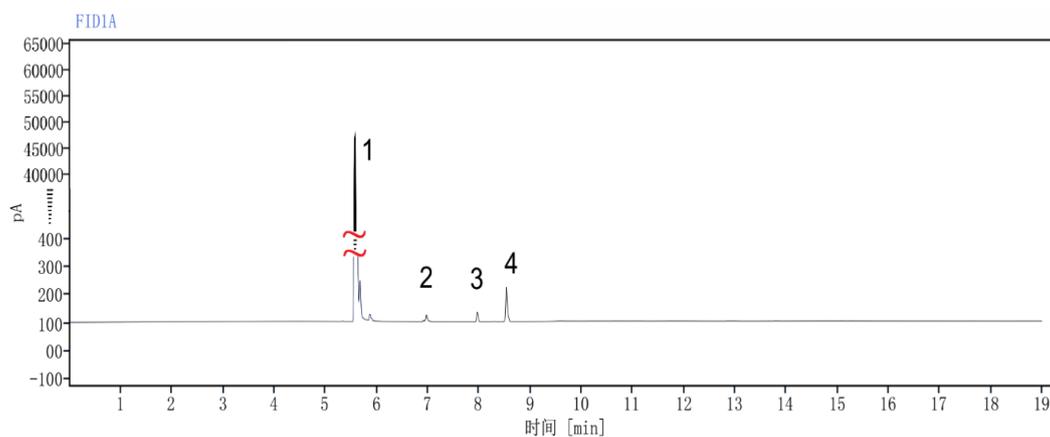
7.6.2 消防措施：极易燃，甚至在低温下的蒸汽也能与空气形成爆炸性混合物，遇火星、高温、易燃物、氨、硫化氢、卤素、磷、强碱、胺类、醇、酮、酐、酚等有燃烧爆炸危险。在空气中久置后能生成有爆炸性的过氧化物。受热可能发生剧烈的聚合反应，其蒸汽比空气重，能在降低处扩散到相当远的地方，遇火源会着火回燃。有害燃烧产物为：一氧化碳、二氧化碳。灭火方法：遇到大火，消防人员必须在有防爆掩蔽处操作，用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土。用水灭火无效。

7.6.3 泄露应急处理：迅速撤离泄露污染区人员至安全区，并进行隔离，严格限制出入。切断火源，应急处理人员戴自给正压式呼吸器，穿防静电工作服，尽可能切断泄露源。防止流入下水道，排洪沟等限制性空间。小量泄露，用砂土或其它不燃材料吸附或吸收，也可用大量水冲洗，洗水稀释后放入废水系统；大量泄露：构筑围堤或挖坑收容，喷雾状水冷却和稀释蒸汽，保护现场人员，把泄漏物稀释成不燃物，用防爆泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。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 15min，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，饮足温水、催吐，就医。

附录A  
(规范性附录)

乙醛、2-甲基-1,3-二氧环戊烷、乙二醇和三聚乙醛含量测定的典型色谱图

A.1 典型色谱图



图A.1 乙醛、2-甲基-1,3-二氧环戊烷、乙二醇和三聚乙醛含量测定的典型色谱图

说明:

1—乙醛;

2—2-甲基-1,3-二氧环戊烷;

3—乙二醇;

4—三聚乙醛。

A.2 各组分保留时间

见表 A.1

表 A.1 各组分保留时间

出峰顺序	组分名称	保留时间/min	峰面积	面积百分比/%
1	乙醛	5.861	654914612.5	99.85
2	2-甲基-1,3-二氧环戊烷	6.983	150856.6	0.02
3	乙二醇	7.932	183651.6	0.03
4	三聚乙醛	8.597	649339.5	0.10