

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5717—2020

工业用混合二元酸

Dicarboxylic acid mixture for industrial use

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：唐山中浩化工有限公司、重庆华峰化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：赵艳红、谢毅、杨建新、邓亚丽、李继宁、范炎生、唐跃兵、赵晓玲、谢云峰、赵风轩。

工业用混合二元酸

1 范围

本标准规定了工业用混合二元酸（别称：混合二元羧酸）的产品分型、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于己二酸生产过程中副产品丁二酸、戊二酸、己二酸混合物，也适用于采用环己烷空气氧化法生产环己醇、环己酮过程中副产的丁二酸、戊二酸、己二酸混合物。

	分子式	结构式	相对分子质量 (按 2018 年国际相对原子质量)
丁二酸	$C_4H_6O_4$	$\begin{array}{c} CH_2-COOH \\ \\ CH_2-COOH \end{array}$	118.09
戊二酸	$C_5H_8O_4$	$\begin{array}{c} CH_2-CH_2-COOH \\ \\ CH_2-COOH \end{array}$	132.11
己二酸	$C_6H_{10}O_4$	$\begin{array}{c} CH_2-CH_2-COOH \\ \\ CH_2-CH_2-COOH \end{array}$	146.14

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 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固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 16631 高效液相色谱法通则

3 产品分型

工业用混合二元酸按二元酸的不同含量分为 3 个规格：Ⅰ型；Ⅱ型；Ⅲ型。

4 要求

4.1 外观：片状固体，无可见机械杂质。

4.2 工业用混合二元酸应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	I 型	II 型	III 型
混合二元酸， $w/\%$	≥ 95.0	≥ 90.0	≥ 80.0
丁二酸， $w/\%$	报告		
戊二酸， $w/\%$	报告		
己二酸， $w/\%$	报告		
硝酸， $w/\%$	≤ 3.0		
水分， $w/\%$	≤ 1.0	≤ 3.0	≤ 5.0
注：混合二元酸的含量为丁二酸的质量分数、戊二酸的质量分数、己二酸的质量分数之和。			

5 试验方法

5.1 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。

5.2 一般规定

除有特殊说明外，本标准试验方法所用的试剂均指分析纯试剂，水为符合 GB/T 6682 的一级水。

5.3 外观的测定

取适量实验室样品于白瓷盘上，在自然光或日光灯下目视观察。

5.4 混合二元酸含量和硝酸含量的测定

5.4.1 方法提要

用液相色谱法。样品中丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸组分经色谱柱分离，示差检测器检测，外标法定量，计算各组分的质量分数以及混合二元酸总的质量分数。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硝酸。

5.4.2.2 丁二酸：纯度 99% 以上。

5.4.2.3 戊二酸：纯度 99% 以上。

5.4.2.4 己二酸：纯度 99% 以上。

5.4.2.5 高氯酸溶液：1+4。

5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 高效液相色谱仪：配有示差检测器，整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 16631 的规定，仪器

线性范围满足试验要求。

5.4.3.2 天平：精度 0.1 mg。

5.4.3.3 酸度计：精度 0.05 pH 单位，配有饱和甘汞参比电极、玻璃电极或复合电极。

5.4.3.4 超声波清洗器。

5.4.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2，混合二元酸的典型色谱图见附录 A 中图 A.1，各组分相对保留值见附录 A 中表 A.1，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 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	有机酸分析柱，氢型磺化聚苯乙烯填料
柱长×柱内径×粒径	300 mm×7.9 mm×10 μm
流动相	向水中缓慢加入适量高氯酸水溶液（1+4），调节 pH 在 3.0~3.5 范围内，用 pH 计检测，混合均匀，通过 0.45 μm 水相滤膜过滤后，超声脱气 15 min
流速/(mL/min)	0.8
柱温/℃	40
检测器温度/℃	38~42
进样量/μL	20

5.4.5 分析步骤

5.4.5.1 标准溶液的配制

称取适量丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸试剂，精确至 0.1 mg，溶于水，超声使其完全溶解。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸标准溶液的配制浓度应尽量与试样溶液（5.4.5.2）各组分的浓度接近。

标准溶液冷藏放置，有效期 15 天。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取 10 g 试样，精确至 0.1 mg。溶于水，超声使其完全溶解。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.4.5.3 定量测定

在规定的色谱操作条件下，将标准溶液（5.4.5.1）和试样溶液（5.4.5.2）依次进样分析，得到丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸的色谱峰面积响应值，外标法定量。

5.4.6 结果计算

5.4.6.1 试样中丁二酸的质量分数 w_1 、戊二酸的质量分数 w_2 、己二酸的质量分数 w_3 、硝酸的质量分数 w_4 ，分别按公式（1）计算：

（7）

3

$$w_i = \frac{m_{si} A_i}{A_{si} m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_i ——试样中丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸的质量分数；

m_{si} ——丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸标准溶液中各组分的质量的数值，单位为克（g）；

A_i ——试样中丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸的峰面积；

A_{si} ——标准溶液中丁二酸、戊二酸、己二酸、硝酸的峰面积；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.4.6.2 混合二元酸含量 w ，为丁二酸的质量分数、戊二酸的质量分数、己二酸的质量分数之和，按公式（2）计算：

$$w = w_1 + w_2 + w_3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w ——混合二元酸含量；

w_1 ——丁二酸的质量分数；

w_2 ——戊二酸的质量分数；

w_3 ——己二酸的质量分数。

5.4.6.3 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。试样中组分丁二酸、戊二酸、己二酸的两平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%，硝酸的两平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

5.5 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 第 8 章规定的直接电量滴定法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。水分测定结果小于 1.0% 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%；水分测定结果小于 3.0% 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%；水分测定结果小于 5.0% 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 4 章要求中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 组批规则

可按生产周期、生产班次或产品贮存料仓组批。

6.3 取样方式

按 GB/T 6678、GB/T 6679 规定的技术要求进行取样。取样量不少于 200 g。将样品混合均匀，分装于两个塑料袋中，密封并粘贴标签，注明样品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一袋供检验用；另一袋保存备查，留样保存期为半年。

6.4 判定规则

产品由生产厂的质量检验部门按照本标准进行检验，检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。

6.5 复验规则

如果检验结果不符合本标准要求，应按 GB/T 6679 的规定重新抽取双倍量样品进行复验。如果复验结果仍有指标不符合本标准要求，则判定该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用混合二元酸产品包装袋上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 净含量；
- d) 生产日期或批号。

7.1.2 每批出厂的混合二元酸产品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

7.2 包装

工业用混合二元酸应装于防水包装袋中，或根据用户要求包装。包装袋应密闭、干燥、清洁。

7.3 运输

工业用混合二元酸在运输过程中应保持包装袋密闭性完好，严防破损，放置干燥处，不应与碱类、腐蚀性物品混运，运输过程中防止日晒、雨淋，远离火种、热源、高温区域。

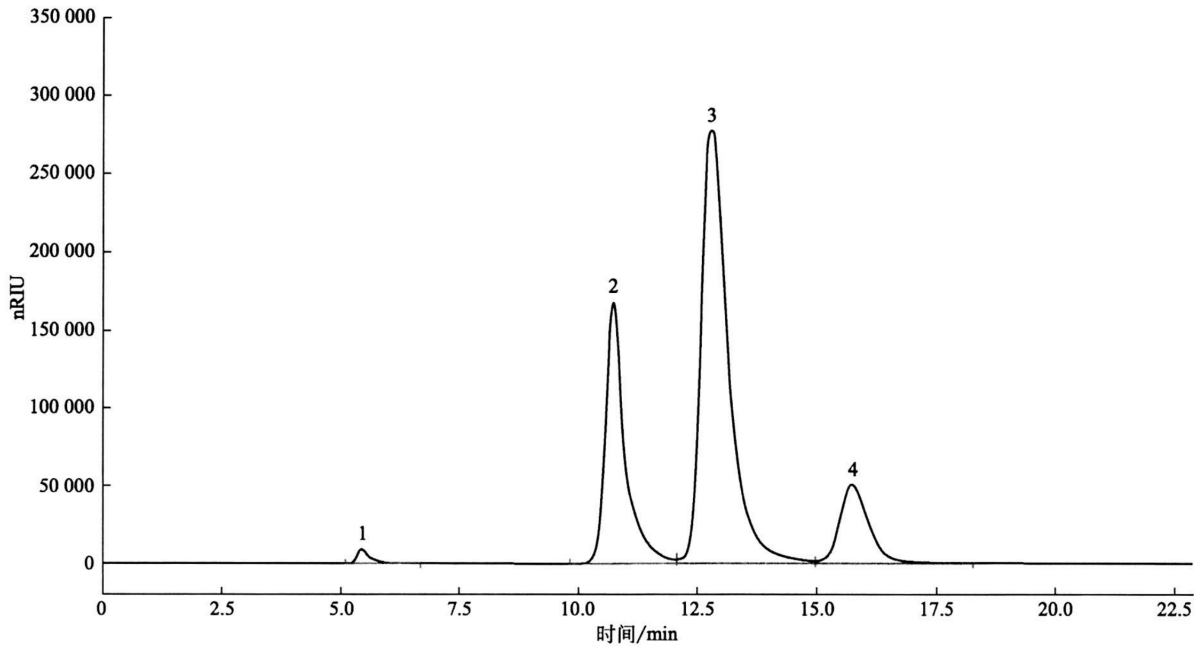
7.4 贮存

工业用混合二元酸贮存地点应阴凉、干燥、通风，不受日光直接照射，远离火源和热源，防止吸潮和雨淋，不应与碱类一起贮存。

附 录 A
(规范性附录)
工业用混合二元酸的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 工业用混合二元酸的典型色谱图

工业用混合二元酸的典型色谱图见图 A.1。



说明：
1——硝酸；
2——丁二酸；
3——戊二酸；
4——己二酸。

图 A.1 工业用混合二元酸的典型色谱图

A.2 工业用混合二元酸各组分相对保留值

工业用混合二元酸各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 工业用混合二元酸各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	硝 酸	0.422
2	丁二酸	0.840
3	戊二酸	1.000
4	己二酸	1.232