

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 60624—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2309—2017

代替 HG/T 2309—1992

工业用新戊二醇

Neopentyl glycol for industrial use

2017-11-07 发布

2018-04-01 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。

本标准代替 HG/T 2309—1992《工业新戊二醇》。与 HG/T 2309—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准名称由《工业新戊二醇》修改为《工业用新戊二醇》（见封面和首页，1992 年版的封面和首页）；
- 标准的适用范围由“以异丁醛和甲醛在碱性条件下进行缩合制得的新戊二醇”修改为“以异丁醛、甲醛为原料，经歧化工艺或加氢工艺制得的工业用新戊二醇”（见 1，1992 年版的 1）；
- 增加了 90 % 溶液产品规格（见 3.2）；
- 删除了指标等级分类，只设一个等级（见 3.2，1992 年版的 3.2）；
- 删除了羟基含量指标及测试方法（见 1992 年版的 3.2、4.2）；
- 删除了熔点指标及测定方法（见 1992 年版的 3.2、4.4）；
- 增加了新戊二醇纯度的要求及测定方法（见 3.2、4.5）；
- 固体水分含量指标值由一等品 $<1.0\%$ 、合格品 $<1.2\%$ 修改为 $\leq 0.3\%$ （见 3.2，1992 年版的 3.2）；
- 色度指标修改了水溶液浓度及色号（见 3.2、4.8，1992 年版的 3.2、4.1）；
- 酸含量修改为酸值，指标值由一等品 $\leq 0.05\%$ 、合格品 $\leq 0.20\%$ （以乙酸计）修改为 $\leq 0.1\text{ mgKOH/g}$ （见 3.2，1992 年版的 3.2）。

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。

本标准负责起草单位：青岛科技大学、巴斯夫吉化新戊二醇有限公司。

本标准参加起草单位：山东富丰柏斯托化工有限公司。

本标准主要起草人：于朋玲、赵玉美、李世慧、陈菊、曲鹏飞、肖国芽、张桂英、何海林、刘园园、张金岭、徐志林。

本标准于 1992 年首次发布。

工业用新戊二醇

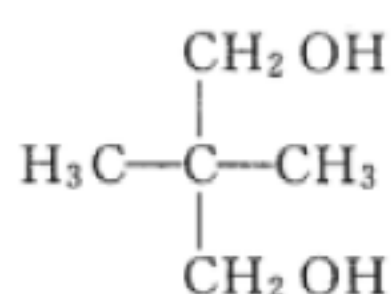
1 范围

本标准规定了工业用新戊二醇的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以异丁醛、甲醛为原料，经歧化工艺或加氢工艺制得的工业用新戊二醇。

分子式：C₅H₁₂O₂

结构式：



相对分子质量：104.15（按 2016 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法（Hazen 单位——铂-钴色号）

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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 要求

3.1 外观：固体为白色片状结晶，无可见机械杂质；90 %溶液为无色透明液体，无可见机械杂质。

3.2 工业用新戊二醇应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	固体	90 %溶液
新戊二醇纯度 (GC), w/%	≥99.0	≥99.0
酸值/(mgKOH/g)	≤0.1	≤0.1
水分, w/%	≤0.3	10±0.5
色度 (50 %水溶液)/Hazen 单位 (铂-钴色号)	≤15	≤15

4 试验方法

4.1 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。

4.2 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 的规定制备。

4.3 试样 (90 %溶液) 的制备

将 90 %溶液样品放入预先恒温在 50 ℃的加热器中加热，使其熔化为均匀的透明液体。

4.4 外观的测定

固体：取 10 g 样品置于白纸上，在自然光线或日光灯下目视观察。
90 %溶液：取 20 mL 试样 (4.3) 于比色管中，在自然光线或日光灯下目视观察。

4.5 新戊二醇纯度 (GC) 的测定

4.5.1 方法提要

在选定的工作条件下，样品溶液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。采用面积归一化法进行定量，得出新戊二醇纯度。

4.5.2 试剂和材料

- 4.5.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.5.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.5.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.5.2.4 甲醇：色谱纯。

4.5.3 仪器设备

- 4.5.3.1 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。

4.5.3.2 记录装置：色谱工作站。

4.5.3.3 进样器：1 μL 微量注射器或自动进样器。

4.5.4 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。典型色谱图见附录 A 图 A.1，相对保留时间见附录 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
色谱柱		DB-1 (固定相为 100 % 二甲基硅氧烷)
柱长 \times 柱内径 \times 膜厚		30 m \times 0.32 mm \times 1.0 μm
进样口温度/ $^{\circ}\text{C}$		300
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$		320
柱温	起始温度/ $^{\circ}\text{C}$	120
	保持时间/min	3
	升温速率/($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)	10
	最终温度/ $^{\circ}\text{C}$	290
	保持时间/min	5
空气流量/(mL/min)		300
氢气流量/(mL/min)		30
柱流量/(mL/min)		2.0
分流比		30 : 1
进样量/ μL		0.8

4.5.5 分析步骤

4.5.5.1 试样溶液的制备

固体：称取 5 g (精确至 0.01 g) 样品于洁净带塞玻璃瓶中，加入 5 mL 甲醇溶解并摇匀。

90 % 溶液：移取 5 mL 试样 (4.3) 于洁净带塞玻璃瓶中，加入 5 mL 甲醇溶解，冷却至室温后摇匀。

4.5.5.2 测定

根据仪器操作说明书，在色谱仪中安装并老化色谱柱。然后调节仪器至表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用微量注射器吸取 0.8 μL 试样溶液 (4.5.5.1)，按表 2 规定的条件进行分析，用色谱工作站处理计算结果。

4.5.6 结果计算

新戊二醇纯度的质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——新戊二醇的峰面积;

$\sum A_i$ ——组分 i 的峰面积 (扣除甲醇的峰面积) 之和。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.6 酸值的测定

4.6.1 方法提要

样品用水溶解稀释后, 以酚酞为指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。临用前配制。

4.6.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

4.6.3 仪器设备

滴定管: 10 mL, 分刻度为 0.05 mL。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 试样溶液的制备

固体: 称取约 56 g (精确至 0.01 g) 样品于 250 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 水稀释溶解。

90 % 溶液: 量取 50 mL 试样 (4.3) 于已知质量的装有 100 mL 水的锥形瓶中, 冷却至室温后称量 (精确至 0.01 g)。

4.6.4.2 测定

向试样溶液 (4.6.4.1) 中加入 2 滴~3 滴酚酞指示液, 用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色, 并保持 15 s 不变色。同时进行空白试验。

4.6.5 结果计算

样品的酸值 X , 数值以每克样品中所含氢氧化钾的毫克数 (mgKOH/g) 表示, 按公式 (2) 计算:

$$X = \frac{(V - V_0)c \times 56.1}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

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);

V_0 ——空白试验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);

56.1——氢氧化钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol);

m ——称取样品的质量的数值, 单位为克 (g)。

4.6.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 mgKOH/g, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 水分的测定

4.7.1 固体样品中水分的测定

按 GB/T 6283 规定的直接电量法进行。称样量为 1 g (精确至 0.1 mg)(或根据实验室样品水含量调整)。

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.04 %, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7.2 90 % 溶液样品中水分的测定

4.7.2.1 卡尔·费休法(仲裁法)

4.7.2.1.1 方法提要

用卡尔·费休法测定试样溶液中水分质量, 减去所用甲醇试剂中水分质量, 通过计算得到 90 % 溶液样品中水的质量分数。

4.7.2.1.2 试剂

甲醇: 色谱纯。

4.7.2.1.3 仪器设备

注射器: 2 mL。

4.7.2.1.4 分析步骤

4.7.2.1.4.1 试样溶液的制备

用预热到 50 °C 的玻璃滴管快速吸取约 1 mL 试样 (4.3) 于已知质量的干燥、洁净的带塞玻璃瓶中, 冷却至室温后称量得到加入的试样的质量, 然后称取约 100 g 甲醇加入其中稀释溶解, 以上称量均精确至 0.1 mg。通过计算得到试样溶液中试样的质量分数。

4.7.2.1.4.2 测定

按 GB/T 6283 规定的直接电量法进行。进样量为 0.5 g~1 g (精确至 0.1 mg), 用带密封垫的注射器称取。同时同样测定甲醇试剂中水的质量分数。

4.7.2.1.5 结果计算

90 % 溶液样品中水分含量的质量分数 w_3 , 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{[m_1 - m(100\% - w_s)w_0] \times 10^{-6}}{mw_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——测得试样溶液中水分质量的数值, 单位为微克 (μg);

w_s ——试样溶液中试样的质量分数;

w_0 ——测得甲醇试剂中水的质量分数；

m ——试样溶液的质量的数值，单位为克（g）。

4.7.2.1.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.7.2.2 折光指数法

4.7.2.2.1 方法提要

在一定温度下，不同浓度的溶液对应不同的折射率。在规定温度下，通过测定不同浓度新戊二醇水溶液的折射率得到新戊二醇水溶液的水分含量。

4.7.2.2.2 试剂

新戊二醇： $\geq 99.5\%$ （质量分数）。

4.7.2.2.3 仪器设备

4.7.2.2.3.1 阿贝折射仪：测量范围为 1.300~1.700。

4.7.2.2.3.2 超级恒温水浴：温度可以控制在 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.7.2.2.4 分析步骤

4.7.2.2.4.1 工作曲线的绘制

称取一定量的新戊二醇（按 4.7.1 的规定测定水分）和水于洁净的带塞玻璃瓶中，配制成 89.0 %、89.5 %、90.0 %、90.5 %、91.0 % 的新戊二醇水溶液，对应的水分含量为 11.0 %、10.5 %、10.0 %、9.5 %、9.0 %。将配制的标准溶液放入预先加热至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的加热器中加热，使其熔化为均匀的透明液体。然后将折光仪恒温在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后，用二次蒸馏水校正， $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水折射率为 1.3289，然后测量所配制新戊二醇水溶液的折射率。以测得的折射率为横坐标、对应的水分含量为纵坐标，绘制标准曲线。

4.7.2.2.4.2 测定

在同样条件下测定试样（4.3）的折射率，然后从标准曲线查得对应的水分含量。

4.7.2.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

4.8 色度的测定

4.8.1 试样溶液的制备

固体：取 50 g 样品溶于 50 g 水中；90 % 溶液：取 56 g 试样（4.3）溶于 44 g 水中。以上称量均精确至 0.1 g。

4.8.2 测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5 检验规则

- 5.1 本标准中第3章规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 5.2 在原材料、工艺不变的条件下，以每天产品为一批或产品连续生产的实际批为一组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过1 d。
- 5.3 采样按 GB/T 6678、GB/T 6679 和 GB/T 6680 的规定进行，所采固体试样总量不得少于1 kg，液体试样不得少于1 L。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥的广口瓶或细口瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者，一瓶供分析检验用，另一瓶保存2个月备查。
- 5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求，袋装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检测，罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 产品包装容器上应涂有牢固的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 生产厂址；
- c) 产品名称；
- d) 规格型号；
- e) 生产日期和/或批号；
- f) 净含量；
- g) 本标准编号；
- h) 符合 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 生产厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期和/或批号；
- e) 产品质量检验结果和检验结论；
- f) 本标准编号等。

6.2 包装

6.2.1 固体产品应用内衬聚乙烯膜的塑料编织袋包装。

6.2.2 90 %溶液产品应用专用罐车（船）盛装。

6.3 运输

6.3.1 固体产品运输时，应装在带盖的货车或船舱中，车厢或船舱应清洁、干燥。

6.3.2 90 %溶液产品应装于专用罐车（船）中运输，在运输过程中应有保温措施，容器内温度不应低于 50 ℃。

6.4 贮存

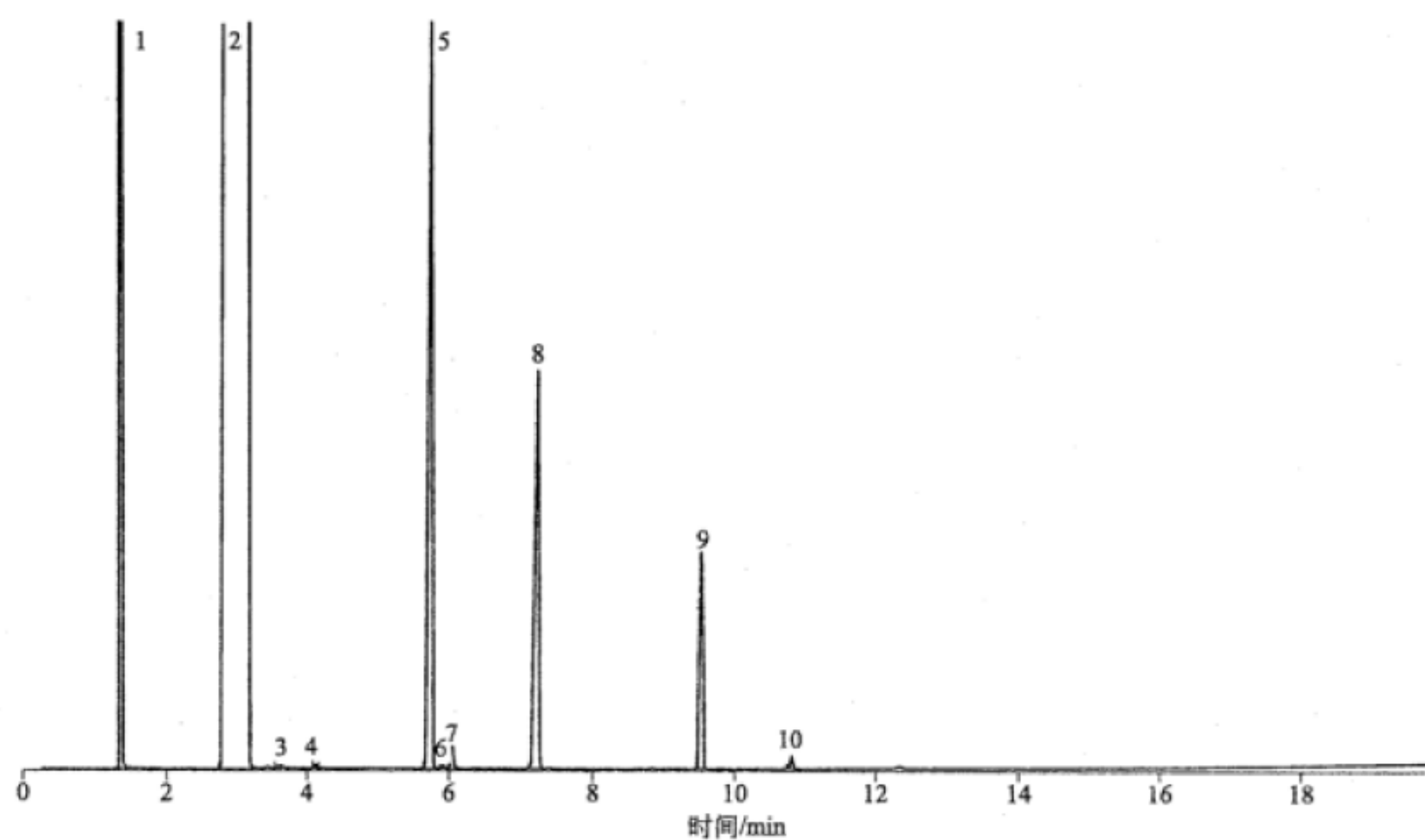
6.4.1 固体产品应贮存在遮光、干燥、清洁的仓库内，不得露天堆放。

6.4.2 90 %溶液产品应贮存在保温贮罐内，贮罐及其管道的温度应不低于 50 ℃。

附 录 A
(规范性附录)
新戊二醇典型色谱图及相对保留值

A.1 典型色谱图

新戊二醇典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——甲醇（溶剂）；
- 2——新戊二醇；
- 3——未知峰 1；
- 4——未知峰 2；
- 5——三甲基戊二醇；
- 6——未知峰 3；
- 7——未知峰 4；
- 8——三羟甲基丙烷；
- 9——羟基特戊酸新戊二醇单酯；
- 10——未知峰 5。

图 A.1 新戊二醇典型色谱图

A.2 相对保留时间

新戊二醇相对保留时间见表 A.1。

表 A.1 相对保留时间

出峰顺序	组分名称	相对保留时间
1	甲醇（溶剂）	0.42
2	新戊二醇	1.00
3	未知峰 1	1.14
4	未知峰 2	1.31
5	三甲基戊二醇	1.81
6	未知峰 3	1.87
7	未知峰 4	1.89
8	三羟甲基丙烷	2.50
9	羟基特戊酸新戊二醇单酯	3.00
10	未知峰 5	3.40

中华人民共和国

化工行业标准

工业用新戊二醇

HG/T 2309—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数24.5千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2454

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00元

版权所有 违者必究