

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 59439—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5159—2017

工业用 1,5-戊二醇

1,5-Pentanediol for industrial use

2017-07-07 发布

2018-01-01 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。

本标准负责起草单位：丽水市南明化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：中国石油天然气股份有限公司辽阳石化分公司研究院。

本标准主要起草人：周明何、周邦福、周兆昌、唐跃兵、周俊、张金全、周志军、张元礼。

工业用 1,5-戊二醇

1 范围

本标准规定了工业用 1,5-戊二醇的要求、试验方法、检验规则以及标识、包装、运输和贮存。
本标准适用于以混合二元酸、酸类为原料，经酯化、加氢、精馏制得的工业用 1,5-戊二醇。
分子式： $C_5H_{12}O_2$
结构式： $HOCH_2CH_2CH_2CH_2CH_2OH$
相对分子质量：104.15（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/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 6365 表面活性剂 游离碱度或游离酸度的测定 滴定法
- 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

3 要求

- 3.1 外观：无色透明液体。
- 3.2 工业用 1,5-戊二醇指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
1,5-戊二醇， $w/\%$	≥ 99.0	≥ 98.0
水分， $w/\%$	≤ 0.20	
酸值/（ $mgKOH/g$ ）	≤ 0.10	
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤ 20	

4 试验方法

4.1 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。

4.2 一般规定

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，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 外观的测定

于具塞比色管中加入试样，在自然光或日光灯下目视观察。

4.4 1,5-戊二醇含量的测定

4.4.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下使试样汽化后通过毛细管色谱柱，使各组分得到分离。用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

4.4.2 试剂或材料

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

4.4.2.2 氮气：体积分数不低于 99.999 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.4.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 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 中的有关规定，线性范围满足分析要求。

4.4.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.4.3.3 微量进样器：1 μ L。

4.4.4 色谱操作条件

根据不同仪器及本试验要求选择最佳操作条件，本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 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 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱	固定相为 100 %聚乙二醇的石英毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱温	程序升温：起始 100 ℃，以 10 ℃/min 的速率升温至 230 ℃，保持 13 min
汽化室温度/℃	260
检测器温度/℃	280
载气（N ₂ ）平均线速/（cm/s）	30
尾吹辅助气平均线速/（cm/s）	25
空气流量/（mL/min）	400
氢气流量/（mL/min）	40
分流比	50：1
进样量/μL	0.5

4.4.5 试验步骤

按照仪器说明书，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。

4.4.6 试验数据处理

1,5-戊二醇的质量分数 w_1 ，数值以 %表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100 - w_2) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——试样中 1,5-戊二醇的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和；

w_2 ——4.5 中测得的水的质量分数的数值，以 %表示。

取两次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 0.1 %。

4.5 水分的测定

称取 2 g 试样，精确至 0.000 1 g。按 GB/T 6283 规定的直接电量滴定法进行。

取两次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 0.02 %。

4.6 酸值的测定

称取 20 g 试样，精确至 0.000 1 g。按 GB/T 6365 规定的方法进行。根据取样量和样品酸值，采用 2 mL 微量滴定管滴定。

取两次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 0.002 mgKOH/g。

4.7 色度的测定

取适量样品于 100 mL 比色管中，其余按 GB/T 3143 的规定进行。

5 检验规则

5.1 第3章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 以同一批次灌装的均匀产品为一批。

5.3 取样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总量应保证检验的要求。采样时，样品分装于两个清洁、干燥的样品瓶中，密封后贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、取样时间和取样人姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果中如有任何一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品应降等或按不合格处理。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 产品标识

产品的包装容器上应有牢固、清晰的标识，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称；
- c) 厂址；
- d) 批号或生产日期；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号。

6.1.2 产品质量证书的内容

生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求，并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) 产品名称；
- c) 生产日期和批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

本产品应用 200 L 干燥、清洁的镀锌桶包装。也可根据用户需求采用其他包装形式，具体要求与用户协商。

6.3 运输

本产品稍有吸湿性，在装卸及运输过程中应做好密封措施，以免吸水和泄漏。

6.4 贮存

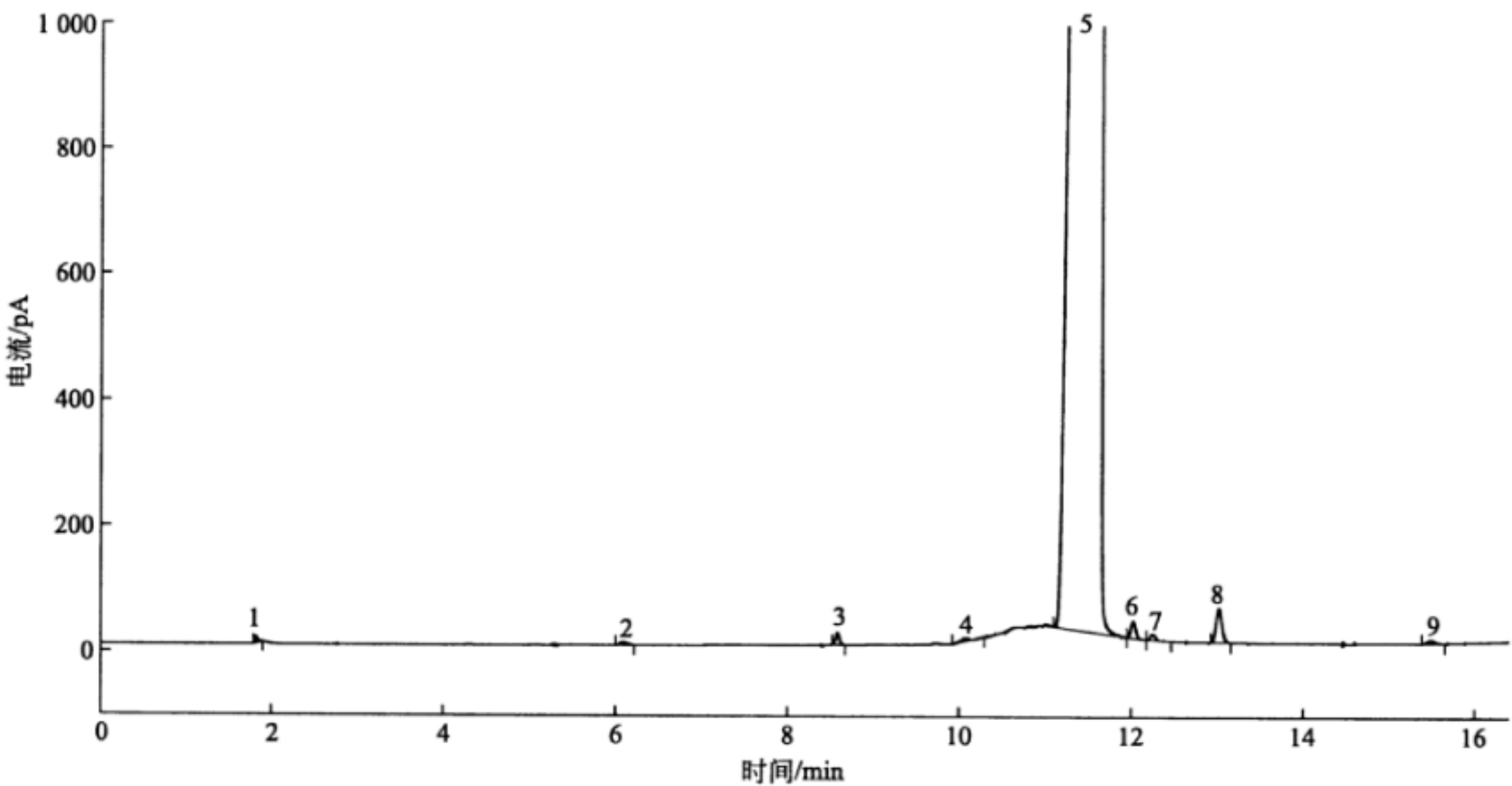
本产品应贮于干燥、通风的库房内，密闭保存。不得与易燃物品堆放一处。应与氧化剂、还原剂、酸类、碱类分开存放，切忌混储。

附录 A
(规范性附录)

1,5-戊二醇含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 1,5-戊二醇含量测定的典型色谱图

1,5-戊二醇及主要杂质的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- | | |
|-------------|---------------------------|
| 1——甲醇； | 6——四氢-2 <i>H</i> -吡喃-2-醇； |
| 2——四氢吡喃； | 7——未知物 2； |
| 3——戊二酸二甲酯； | 8——1,6-己二醇； |
| 4——未知物 1； | 9——未知物 3。 |
| 5——1,5-戊二醇； | |

图 A.1 1,5-戊二醇及主要杂质的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	甲醇	0.16
2	四氢吡喃	0.52
3	戊二酸二甲酯	0.74
4	未知物 1	0.87
5	1,5-戊二醇	1.00
6	四氢-2 <i>H</i> -吡喃-2-醇	1.03
7	未知物 2	1.05
8	1,6-己二醇	1.12
9	未知物 3	1.41