

ICS 71.080.20; 71.080.60; 71.080.70

G 17

备案号: 65316~65319—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5381~5384—2018

工业用氯代正丁烷、工业用双三羟 甲基丙烷、工业用原丁酸三甲酯 和工业用原碳酸四乙酯 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5381—2018	工业用氯代正丁烷	(1)
HG/T 5382—2018	工业用双三羟甲基丙烷	(13)
HG/T 5383—2018	工业用原丁酸三甲酯	(25)
HG/T 5384—2018	工业用原碳酸四乙酯	(37)

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 65317—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5382—2018

工业用双三羟甲基丙烷

Di-trimethylolpropane for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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：南通百川新材料有限公司、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：郑铁江、蒋国强、苗小培、薛建军、吕坚、吴晓明、陈明雷。

工业用双三羟甲基丙烷

1 范围

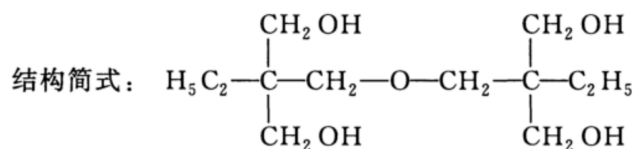
本标准规定了工业用双三羟甲基丙烷的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业化生产的工业用双三羟甲基丙烷。

化学名称：二缩（1,1,1-三羟甲基丙烷）

化学文摘社（CAS）登记号：23235-61-2

分子式： $C_{12}H_{26}O_5$



别名：二-三羟甲基丙烷

相对分子质量：250.34（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 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 6324.7—2014 有机化工产品试验方法 第 7 部分：熔融色度的测定

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 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定

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

工业用双三羟甲基丙烷的指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	白色或微带色固体	
双三羟甲基丙烷, $w/\%$	≥ 95.0	
水, $w/\%$	≤ 0.5	≤ 1.0
羟值 (以 KOH 计) / (mg/g)	880~910	870~910
熔融色度/Hazen 单位 (铂-钴色号)	≤ 30	≤ 120
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.05	

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 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

在日光灯或自然光下目测。

4.4 双三羟甲基丙烷含量的测定

4.4.1 方法提要

试样中的双三羟甲基丙烷及杂质组分与乙酸酐反应生成相应的沸点较低的酯化物。在选定的色谱工作条件下, 酯化物经汽化后通过色谱柱, 其中的各组分分离, 被火焰离子化检测器检测。用面积归一化法进行定量, 得到的双三羟甲基丙烷酯化物的质量分数即可近似作为双三羟甲基丙烷的质量分数。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气: 体积分数大于 99.99 %, CAS 号为 7727-37-9。

4.4.2.2 氢气: 体积分数大于 99.99 %, CAS 号为 1333-74-0。

4.4.2.3 空气: 经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.4.2.4 乙酸酐: 质量分数不小于 98.5 %, CAS 号为 108-24-7。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪: 配有火焰离子化检测器。以苯为样品, 整机灵敏度符合 GB/T 9722 的要求。

4.4.3.2 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.3.3 电热铝浴熔融仪：可插入装有试料的试管进行加热。

4.4.3.4 进样器：自动进样器或 10 μL 玻璃注射器。

4.4.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2，典型气相色谱图参见附录 A 图 A.1，各组分的保留时间参见附录 A 表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱	石英毛细管柱，30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm （柱长 \times 柱内径 \times 膜厚）
色谱柱固定相	5 %二苯基-95 %二甲基聚硅氧烷
柱箱温度	初始温度 150 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min，以 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 290 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 6 min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
载气 (N_2) 流量/ (mL/min)	1.5
尾吹 (N_2) 流量/ (mL/min)	28
分流比	60 : 1
空气流量/ (mL/min)	300
氢气流量/ (mL/min)	30

4.4.5 分析步骤

按表 2 所列的色谱操作条件调试仪器，使仪器稳定。

称取 0.2 g 试样于 15 mL 试管中，加入 2.0 mL 乙酸酐。将试管插入预先加热到 150 $^{\circ}\text{C}$ 的电热铝浴熔融仪中，使试管底部的液体能被恒温加热，进行酯化反应。1 h 后，取出试管，冷却。用 10 μL 玻璃注射器取 0.2 μL 已酯化的试料，注入色谱仪。启动升温程序，采集数据并进行处理。对已酯化的试料积分时，应扣除乙酸、乙酸酐及由原料乙酸酐带入的杂质峰（在推荐的色谱操作条件下是指保留时间 1.8 min 以前的峰），然后以面积归一化法定量。

4.4.6 结果计算

双三羟甲基丙烷酯化物的质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{A_1 + \sum A_i} \times (100\% - w_{\text{H}_2\text{O}}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——双三羟甲基丙烷酯化物的色谱峰面积；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——4.5 测定的试样中水分的数值；

$\sum A_i$ ——双三羟甲基丙烷酯化物和乙酸、乙酸酐及由原料乙酸酐带入的杂质峰以外的其他组分的色谱峰面积之和。

试验结果表示到小数点后第 2 位。

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应不大于 0.30 %。

4.5 水分的测定

称取 2 g 试样，精确至 0.000 1 g。按 GB/T 6283—2008 第 8 章中规定的卡尔·费休直接电量滴定法进行。

试验结果表示到小数点后第 2 位。

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应不大于 0.03 %。

4.6 羟值的测定

4.6.1 原理

在吡啶溶液中，双三羟甲基丙烷的羟基与过量的乙酸酐进行乙酰化反应，消耗掉与试样中的羟基量相当的乙酸酐，同时生成等当量的乙酸；接着加入适量的水，使过量的乙酸酐水解为乙酸；然后以酚酞作指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定乙酰化和水解反应生成的乙酸，通过与空白试验进行对比，可以计算出以氢氧化钾的毫克数表示的实验室样品的羟值。

当实验室样品的水分 > 1 % 时，应将适量的试样置于 100 mL 烧杯中，在 102 °C ± 2 °C 下烘干 2 h，在干燥器中冷却到常温后，再用本方法进行测定，并进行烘干失重的校正。

4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。氢氧化钠的 CAS 号为 1310-73-2。

4.6.2.2 酚酞指示液：10 g/L。酚酞的 CAS 号为 77-09-8。

4.6.2.3 乙酰化试剂：乙酸酐：吡啶 = 1 : 9 (V/V)。装于密闭瓶中避光保存。测定时宜使用新鲜配制的溶液。吡啶的 CAS 号为 110-86-1。

4.6.3 仪器和设备

4.6.3.1 乙酰化装置：250 mL 带磨口的锥形瓶，以及能与锥形瓶接合的带磨口的玻璃冷凝管。

4.6.3.2 水浴：能保持 95 °C ~ 100 °C。

4.6.4 测定步骤

称取 0.5 g 试样于磨口锥形瓶中，精确至 0.000 1 g。用移液管准确加入 20.00 mL 乙酰化试剂，搅拌混合，安装上事先用电风吹干内壁的冷凝管，用 1 滴 ~ 2 滴吡啶将连接处密封，将锥形瓶半浸入 95 °C ~ 100 °C 的水浴中，在经常摇动的情况下加热回流 1 h。将 2 mL 水从冷凝管顶部加入，摇匀锥形瓶中的溶液，在水浴中继续加热锥形瓶中的物料 5 min，使锥形瓶中过量的乙酸酐水解为乙酸。

从水浴中取出锥形瓶，在 25 °C 以下的冷水浴中冷却。从冷凝管顶部加入 20 mL 水，充分冲洗冷凝管壁后，移去冷凝管，用少量水冲洗磨口处。等锥形瓶中的物料冷却至室温后，滴加 3 滴 ~ 5 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液将试料滴定至刚出现粉红色并保持 15 s 不褪色为终点，记录所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

同时做空白试验。

4.6.5 结果计算

羟值（以 KOH 计） $I(\text{OH})$ ，数值以毫克每克 (mg/g) 表示，按公式 (2) 计算：

$$I(\text{OH}) = \frac{(V_0 - V_1)c \times 56.11}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试料消耗的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);

56.11——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

试验结果表示到小数点后第2位。

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应不大于5.00 mg/g。

4.7 熔融色度的测定

称取50 g \pm 0.5 g实验室样品(其熔融后的体积相当于50 mL),置于50 mL纳氏比色管中。按GB/T 6324.7—2014中3.2规定的目视比色法,将纳氏比色管放在预先加热到200℃的电热铝浴熔融仪中,保持18 min~20 min,使试料完全熔融。取出装有熔融后的试料的纳氏比色管,尽快将熔融的试料同标准铂-钴比色溶液进行比色。

4.8 灼烧残渣的测定

称取50 g试样,精确到0.000 1 g。放在电炉上,于500℃左右进行灼烧,防止颗粒物溅出,使其中的有机物分解炭化。然后用坩埚钳将坩埚和炭化物转移入高温炉中,按GB/T 7531中规定的方法,选取灼烧温度为750℃ \pm 25℃,灼烧时间为40 min。

试验结果表示到小数点后第3位。

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应不大于0.002%。

5 检验规则

5.1 出厂检验和型式检验

表1所列的外观、双三羟甲基丙烷、水、羟值和熔融色度项目为出厂检验项目,应逐批进行检验。工业用双三羟甲基丙烷由生产厂的质量检验部门进行检验。

表1所列的所有项目为型式检验项目。

在正常情况下每3个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原材料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.2 检验批的构成

在原材料、工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批为一个组批,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 样品要求

采样按GB/T 3723、GB/T 6678和GB/T 6679的规定进行。所采样品总量应不少于500 g。将

样品充分混合后，分装于两个塑料袋或磨口玻璃瓶中，贴上标签。一份供分析检验用，另一份保存备查。

5.4 检验结果的判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 中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，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则应对整批产品做不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志和产品质量证明书

6.1.1 标志

工业用双三羟甲基丙烷产品的包装袋应有明显的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称和厂址；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号；
- f) 符合 GB/T 191 规定的“怕晒”“怕雨”图形。

6.1.2 产品质量证明书

生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 质量等级；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用双三羟甲基丙烷应采用防水的塑料袋包装，每袋净含量 25 kg。也可采用每袋净含量为 500 kg、1 000 kg 或顾客要求的其他符合安全规定的大复合包装袋。

6.3 运输

运输过程中应用带篷的运输工具，以防日晒、雨淋。

6.4 贮存

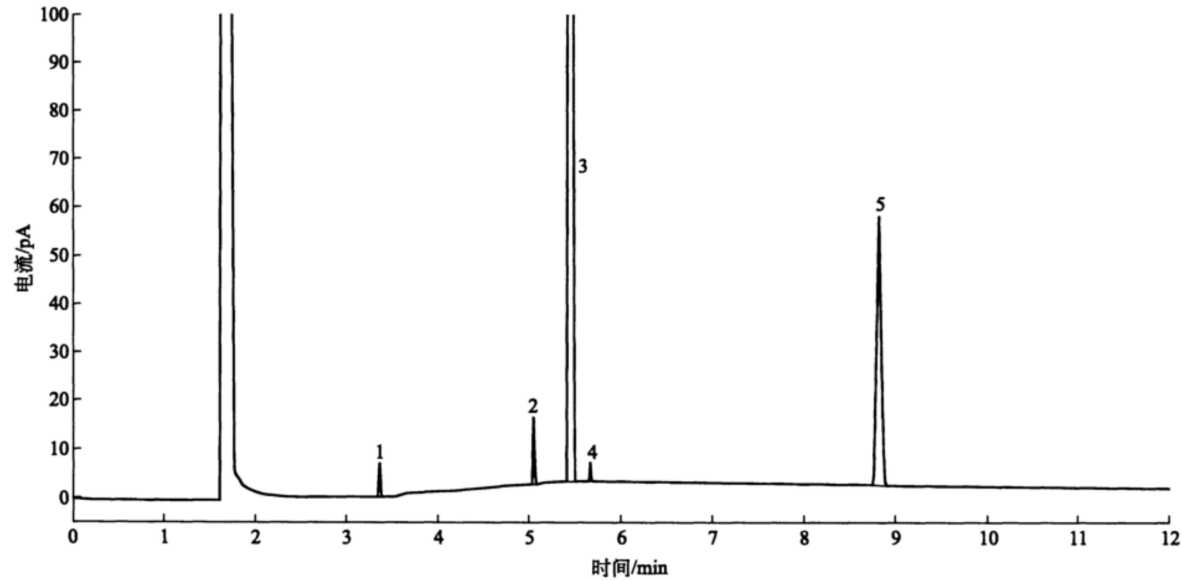
工业用双三羟甲基丙烷应贮存于阴凉、通风、干燥的场所，不宜露天堆放和靠近火源、热源。搬运和贮存时勿与酸、醛类混放，也勿接触腐蚀性物质，以免损坏包装或使产品变质。

附录 A
(资料性附录)

工业用双三羟甲基丙烷含量测定的典型气相色谱图及各组分的保留时间

A.1 工业用双三羟甲基丙烷含量测定的典型气相色谱图

工业用双三羟甲基丙烷含量测定的典型气相色谱图见图 A.1。



- 说明：
- 1——三羟甲基丙烷酯化物；
 - 2——未知物；
 - 3——双三羟甲基丙烷酯化物；
 - 4——未知物；
 - 5——三(三羟甲基)丙烷酯化物。

图 A.1 工业用双三羟甲基丙烷含量测定的典型气相色谱图

A.2 各组分的保留时间

各组分的保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分的保留时间

峰序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值（相对于双三羟甲基丙烷酯化物）
1	三羟甲基丙烷酯化物	3.370	0.615
2	未知物	5.054	0.922
3	双三羟甲基丙烷酯化物	5.479	1.000
4	未知物	5.666	1.034
5	三(三羟甲基)丙烷酯化物	8.828	1.611

中华人民共和国
化工行业标准
工业用氯代正丁烷、工业用双三羟
甲基丙烷、工业用原丁酸三甲酯
和工业用原碳酸四乙酯
(2018)

HG/T 5381~5384—2018

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 3½ 字数 79.4 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2535

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：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

