

ICS 71.080.60
G 17
备案号: 54440—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4980—2016

工业用 1,3-丙二醇

1,3-Propanediol for industrial use

2016-04-05 发布

2016-09-01 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：张家港美景荣化学工业有限公司。

本标准主要起草人：朱敏英、夏前芳。

工业用 1,3-丙二醇

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

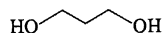
1 范围

本标准规定了工业用 1,3-丙二醇的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以甘油为原料生物法生产的工业用 1,3-丙二醇。

分子式： $C_3H_8O_2$

结构式：



相对分子质量：76.10（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 325.1 包装容器 钢桶 第 1 部分：通用技术要求
- 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 3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（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 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 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
- GB/T 14571.4—2008 工业用乙二醇紫外透光率的测定 紫外分光光度法

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 工业用 1,3-丙二醇应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
1,3-丙二醇, $w/\%$	≥ 99.50
水, $w/\%$	≤ 0.50
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10
紫外吸光度(270 nm)	≤ 0.250
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.0010
铁含量, $w/\%$	≤ 0.00050

4 试验方法

警告：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。

4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

分析中所用标准溶液、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。

4.2 外观的测定

取适量样品于比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 1,3-丙二醇含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱操作条件下使样品汽化后经毛细管色谱柱分离，用火焰离子化检测器检测，用面积归一化法定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气：体积分数大于 99.99 %。

4.3.2.2 氢气：体积分数大于 99.99 %。

4.3.2.3 空气：经活性炭、蓝色硅胶和 5A 分子筛净化、干燥。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪：配有毛细管柱和火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定，仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.3.3.2 色谱工作站。

4.3.3.3 进样器：10 μL 微量注射器。

4.3.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可采用。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	聚乙二醇(PEG20M)毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱温度/℃	初温 50℃，保持 2 min，升温速率 10℃/min，终温 250℃，保持 10 min
汽化室温度/℃	270
检测器温度/℃	280
载气线速/(mL/min)	2.89
分流比	40：1
进样量/μL	0.8

4.3.5 分析步骤

根据仪器说明书，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。用色谱工作站处理计算结果。采用面积归一化法定量分析。

4.3.6 结果计算

1,3-丙二醇的质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100\% - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_{\text{水}}$ ——本标准 4.4 中测得的水的质量分数；

A_1 ——1,3-丙二醇的色谱峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

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 0.05 %。

4.4 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

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这两个测定值的算术平均值的 15 %。

4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.6 紫外吸光度的测定

4.6.1 试剂

参比水：吸光度值满足 GB/T 14571.4—2008 附录 B.1 的规定。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 紫外分光光度计：测定波长 200 nm~400 nm。在 270 nm 处，带宽不大于 2.0 nm，波长准确度为±0.5 nm，波长重复性为±0.3 nm。

HG/T 4980—2016

4.6.2.2 1 cm 石英比色皿。

4.6.3 分析步骤

样品与水 1 : 1 稀释后，以参比水作为参比溶液，采用 1 cm 石英比色皿，在 270 nm 处测试样品的紫外吸光度。

以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不大于其平均值的 15 %。

4.7 灼烧残渣的测定

4.7.1 试剂

盐酸溶液：3+2。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 分析天平：分度值为 0.000 01 g。

4.7.2.2 高温炉：可控制温度 500 ℃~1 000 ℃，温控精度±25 ℃。

4.7.2.3 坩埚：100 mL 瓷坩埚。

4.7.3 分析步骤

按 GB/T 7531 的规定进行。采用盐酸溶液处理过的 100 mL 瓷坩埚，取样量约为 50 g，采取一次称样多次加样方式进行处理，即将盛有样品的瓷坩埚放在电炉上缓慢加热至试样全部炭化，将坩埚移入高温炉中 650 ℃灼烧 10 min，取出坩埚，在空气中冷却 2 min 后转移至干燥皿中冷却至室温，称量。

以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其平均值的 15 %。

4.8 铁含量的测定

按 GB/T 3049 的规定进行。

绘制标准曲线和样品测定时，均需采用 100 mL 容量瓶或 100 mL 比色管，并采用 3 cm 或 5 cm 比色皿，取样量为 60 g 左右。

以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其平均值的 15 %。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中外观和表 1 中的所有指标项目均为型式检验项目，除紫外吸光度、灼烧残渣、铁含量外均为出厂检验项目。在正常情况下，每月至少进行一次型式检验。

5.2 工业用 1,3-丙二醇以一储罐或一槽车的量为一批，或以同等质量的产品为一批。

5.3 工业用 1,3-丙二醇的采样按 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定进行。采取具有代表性的样品，采样量不少于 500 mL。分装在一个清洁、干燥的玻璃瓶中，密封。贴上标签，注明产品名称、取样日期、取样地点、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 中修约值比较法进行。检验结果如有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检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求

求，则整批产品应做不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用 1,3-丙二醇的包装容器上应有明显、牢固的标志，内容包括：

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

6.1.2 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

6.2 包装

工业用 1,3-丙二醇应采用符合 GB/T 325.1 要求的钢桶或专用槽车包装。钢桶包装的每桶净含量 200 kg，或在符合安全要求的条件下根据用户要求包装。工业用 1,3-丙二醇遇空气易吸潮，应充入干燥氮气密封。

6.3 运输

工业用 1,3-丙二醇运输过程中应确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。搬运时应轻装、轻卸，防止包装容器损坏。不应与有毒、腐蚀性物品混运。运输过程中应防止日晒、雨淋和防火。

6.4 贮存

工业用 1,3-丙二醇应充入干燥氮气密封贮存。钢桶包装的产品应在干燥、通风的环境中贮存。

7 安全

7.1 危险警告

7.1.1 1,3-丙二醇沸点 214 ℃，闪点 131 ℃。

7.1.2 1,3-丙二醇透明、无气味。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

- a) 眼睛接触：用流水冲洗眼睛至少 15 min，严重者应就医。
- b) 皮肤接触：用流水冲洗，清洗污染的衣着。

HG/T 4980—2016

- c) 吸入：脱离现场至空气新鲜处。
- d) 食入：立即漱口，饮足量水，催吐，就医。

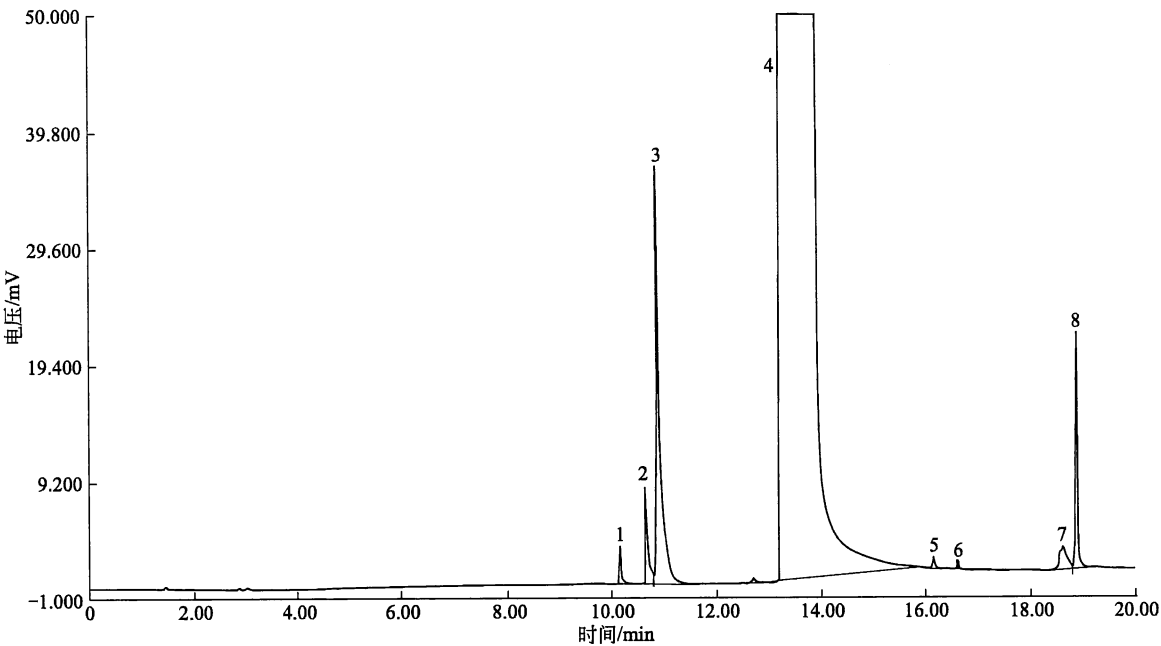
7.2.2 消防措施

可用二氧化碳、干粉或水。使用水或抗酒精泡沫灭火器扑灭较大的火种。

附 录 A
(规范性附录)
1,3-丙二醇含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A. 1 典型色谱图

1,3-丙二醇含量测定的典型色谱图见图 A. 1。



- 说明：
- 1——2,3-丁二醇 (1)；
 - 2——2,3-丁二醇 (2)；
 - 3——1,2-丙二醇；
 - 4——1,3-丙二醇；
 - 5——未知物；
 - 6——未知物；
 - 7——未知物；
 - 8——甘油。

图 A. 1 1,3-丙二醇含量测定的典型色谱图

A. 2 相对保留值

各组分相对保留值见表 A. 1。

HG/T 4980—2016

表 A.1 各组分相对保留值

序号	组分名称	相对保留值
1	2,3-丁二醇(1)	0.73
2	2,3-丁二醇(2)	0.77
3	1,2-丙二醇	0.78
4	1,3-丙二醇	1.00
5	未知物	1.16
6	未知物	1.20
7	未知物	1.34
8	甘油	1.36