



中华人民共和国国家标准

GB/T 24768—2009

工业用 1,4-丁二醇

1,4-Butanediol for industrial use

2009-12-15 发布

2010-07-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位：山西三维集团股份有限公司。

本标准参加起草单位：四川天华富邦化工有限责任公司、东营胜利中亚化工有限公司、新疆美克化工有限责任公司、南京蓝星化工新材料有限公司。

本标准主要起草人：孙自瑾、张建平、梁小元、杨玉梅、马秀东、贾亚丽、徐良辉、杜海燕。

工业用 1,4-丁二醇

1 范围

本标准规定了工业用 1,4-丁二醇的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于工业用 1,4-丁二醇的生产、检验和销售。

化学式: $C_4H_{10}O_2$

相对分子质量: 90.15 (按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 325.1 包装容器 钢桶 第 1 部分:通用技术要求

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)(ISO 760—1978, NEQ)

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观:无色透明液体,无可见杂质。

3.2 工业用 1,4-丁二醇应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标	
		优等品	合格品
1,4-丁二醇, $w/\%$	$\geq$	99.70	99.50
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	$\leq$	10	10
水, $w/\%$	$\leq$	0.03	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—2008 中规定的三级水。

4.3 外观

取适量实验室样品于比色管中,在自然光下目视观察。

4.4 1,4-丁二醇含量的测定

4.4.1 方法提要

在选定的色谱操作条件下,使样品汽化后经色谱柱分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,校正面积归一化法定量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气:体积分数大于 99.999%。

4.4.2.2 氢气:体积分数大于 99.999%。

4.4.2.3 空气:经活性炭、蓝色硅胶和 4A 分子筛净化、干燥。

4.4.2.4 甲醇:色谱纯。

4.4.2.5 四氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.6 γ -丁内酯:色谱纯。

4.4.2.7 琥珀酸二甲酯:色谱纯。

4.4.2.8 1,4-戊二醇:色谱纯。

4.4.2.9 2-甲基-1,4-丁二醇:色谱纯。

4.4.2.10 1,6-己二醇:色谱纯。

4.4.2.11 正丁醇:色谱纯。

4.4.2.12 2-甲基-四氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.13 3-羟基-四氢呋喃:色谱纯。

4.4.2.14 二甲苯:色谱纯。

4.4.2.15 1,4-丁二醇:质量分数不小于 99.8%。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中有关规定。

4.4.3.2 数据处理系统:色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.3.3 进样器:10 μ L 微量注射器或自动进样器。

4.4.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分保留时间见附录 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使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	$40\text{ m} \times 0.32\text{ mm} \times 1.0\text{ }\mu\text{m}$, (柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度)
固定相	4%二苯基, 94%二甲基聚硅氧烷
柱温	初始 100 $^{\circ}\text{C}$, 保持 4 min; 升温速度 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 升温至 160 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min; 升温速度 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 升温到 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3 min。
气化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	240
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
载气(N_2 或 He)流量/(mL/min)	1.4(N_2)
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
尾吹气(N_2)流量/(mL/min)	28
进样量/ μL	0.2
分流比	30 : 1

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 校正因子的测定

4.4.5.1.1 标准溶液的配制

用称量法配制 1,4-丁二醇加欲测杂质的标准溶液,各组分的称量精确至 0.000 1 g,组分含量的质量分数计算精确至 0.001%。所配制的标准溶液中杂质含量应与待测试样相近。

4.4.5.1.2 相对校正因子的测定

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,将未加欲测杂质的 1,4-丁二醇和配制的标准溶液依次注入气相色谱仪,各平行测定 3 次,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。依据所得的峰面积及杂质组分含量,计算各组分的相对校正因子 f_i 。

试样中未知组分或得不到标准物质的组分的相对校正因子取值为 1。

4.4.5.1.3 相对校正因子的计算

组分 i 相对 1,4-丁二醇的相对校正因子 f_i ,按式(1)计算:

$$f_i = \frac{A_B w_i}{(A'_i - A_i) w_B} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_B ——标准溶液中 1,4-丁二醇的峰面积;

A_i ——1,4-丁二醇未加入欲测杂质时组分 i 的峰面积;

A'_i ——标准溶液中组分 i 的峰面积;

w_B ——标准溶液中 1,4-丁二醇的质量分数的数值;

w_i ——标准溶液中组分 i 的质量分数的数值。

4.4.5.2 试样的测定

根据表 2 所示的仪器操作条件测定样品,采用校正面积归一化法定量。

4.4.5.3 结果计算

1,4-丁二醇的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = (100 - w_K) \times \frac{A_B}{\sum f_i A_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_K ——根据 4.5 测得 1,4-丁二醇中的水的质量分数的数值;

A_B ——试样中 1,4-丁二醇的色谱峰面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的色谱峰面积。

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不大于 0.03%。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 的规定进行测定。

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不大于 0.003%。

4.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中外观和表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批进行。

5.2 工业用 1,4-丁二醇以一贮槽或槽车(船)的量为一批,或以同等质量的产品为一批。

5.3 工业用 1,4-丁二醇的采样按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定进行。采取具有代表性的样品,采样量不少于 400 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、生产企业名

称、批号或生产日期、取样日期、取样地点、取样人姓名等,一瓶供检验用,一瓶备查。

5.4 工业用 1,4-丁二醇应由生产企业的质量监督检验部门进行检验。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:生产厂名称和厂址、产品名称、产品等级、生产日期或批号、净含量和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,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,则整批产品应作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用 1,4-丁二醇的包装容器上应有明显牢固的标志,内容包括:产品名称、生产厂名称和地址、生产批号或日期、净含量、合格证明、产品标准号等,并随运输工具携带安全技术说明书。

6.2 包装

工业用 1,4-丁二醇应采用符合 GB/T 325.1 要求的钢桶或专用槽车(船)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 1,4-丁二醇遇空气易吸潮,应充入干燥氮气密封。

6.3 运输

工业用 1,4-丁二醇运输过程中应确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。槽车(船)装产品应保持温度不低于 20℃,利于装卸。搬运时应轻装轻卸,防止包装容器损坏。禁止与有毒、腐蚀性物品混运。运输过程中应防止日晒雨淋,远离火种、热源、高温区域。

6.4 贮存

工业用 1,4-丁二醇贮存温度不低于 20℃,以免结晶,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。

6.5 保质期

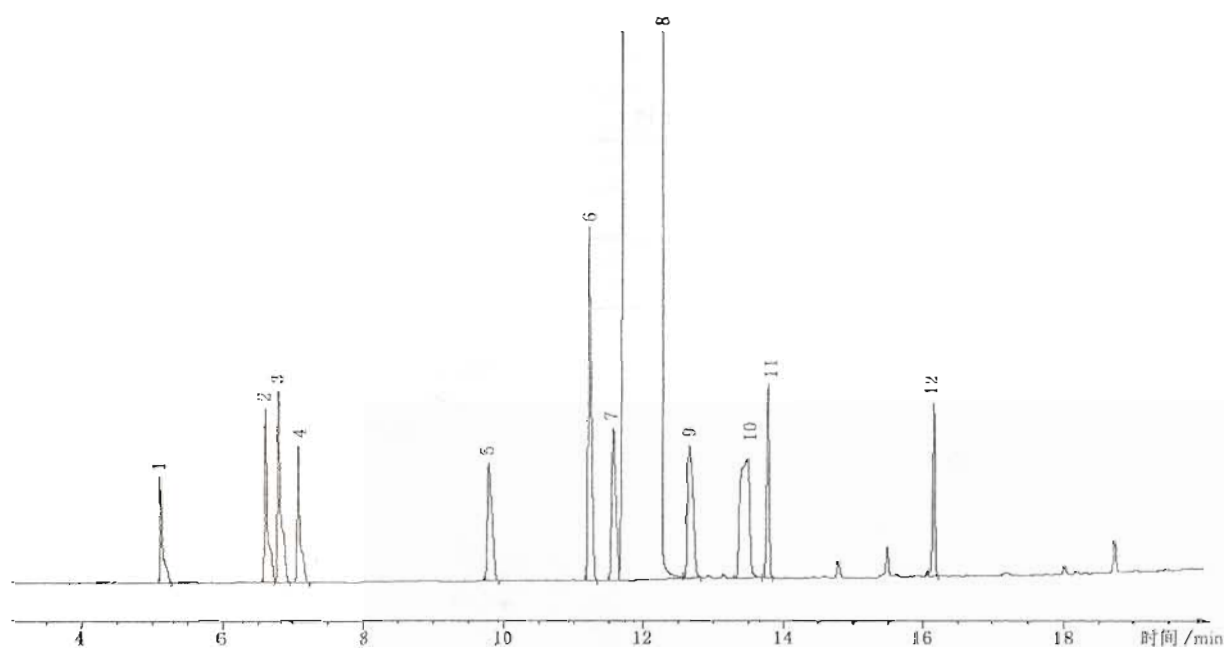
在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自出厂之日起,工业用 1,4-丁二醇保质期至少 6 个月。

附录 A (规范性附录)

1,4-丁二醇含量测定的典型色谱图、相对保留值、相对校正因子

A.1 1,4-丁二醇含量测定的典型色谱图。

典型色谱图见图 A.1。



- 1——甲醇；
- 2——四氢呋喃；
- 3——正丁醇；
- 4——2-甲基四氢呋喃；
- 4——3-羟基四氢呋喃；
- 6——二甲醚；
- 7—— γ -丁内酯；
- 8——1,4-丁二醇；
- 9——1,4-戊二醇；
- 10——2-甲基-1,4-丁二醇+未知物；
- 11——琥珀酸二甲酯；
- 12——1,6-己二醇。

图 A.1 1,4-丁二醇毛细管柱典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子

序 号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	甲醇	1.00	—
2	四氢呋喃	1.44	—
3	正丁醇	1.61	—
4	2-甲基四氢呋喃	1.72	—
5	3-羟基四氢呋喃	2.72	—
6	二甲苯	3.24	—
7	γ -丁内酯	3.38	1.12
8	1,4-丁二醇	3.63	1.00
9	1,4-戊二醇	3.78	1.04
10	2-甲基-1,4-丁二醇+未知物	4.08	0.88
11	琥珀酸二甲酯	4.19	1.42
12	1,6-己二醇	4.07	0.84

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用 1,4-丁二醇
GB/T 24768—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2010年2月第一版 2010年2月第一次印刷

书号: 155066·1-40032 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24768—2009