

# CCFA

## 中国化学纤维工业协会标准

T/CCFA 01028-2017

---

### 纤维用聚合级 1,3-丙二醇

Fibers used polymer grade 1,3-propanediol

2017-08-30 发布

2017-10-01 实施

---

中国化学纤维工业协会 发布



## 前 言

本标准由中国化学纤维工业协会提出；

本标准由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会归口；

本标准起草单位：苏州苏震生物工程有限公司 江苏盛虹科技股份有限公司 中国化学纤维工业协会

本标准主要起草人： 杨德华、罗吉安、方建军、石国柱、张赟、钱娟娟、高国洪、万蕾



# 纤维用聚合级 1,3-丙二醇

## 1 范围

本标准规定了纤维用聚合级 1,3-丙二醇产品的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存和安全的要 求。

分子式：C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

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，仅所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 第一部分：通用技术要求
- GB/T 3049 工业用化工产品铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定方法（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 6682 液体化工产品采样通则
- GB/T 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定
- GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则
- GB/T 9729 化学试剂氯化物测定通用方法
- GB/T 14827 有机化工产品酸度、碱度的测量方法——容量法
- 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 纤维用聚合级 1,3-丙二醇应符合表 1 的规定。

表 1 纤维用聚合级 1,3-丙二醇的技术要求

序号	项目	指标
1	含量/ wt %	≥99.9
2	色度/Hazen 单位（铂-钴色号）	≤10
3	水分/ wt %	≤0.05
4	酸度（以乙酸计 wt %）	≤0.013
5	铁含量/ppm	≤0.5
6	氯化物/ppm	≤0.5
7	灼烧残渣/wt %	≤0.001
8	紫外吸光度（270nm）	≤0.1

## 4 试验方法

### 4.1 外观的测定

取 50~60m L 纤维用聚合级 1,3-丙二醇试样，至于清洁、干燥的 100mL 比色管中，在日光或者日光灯透射下，直接目测。

### 4.2 纤维用聚合级 1,3-丙二醇含量的测定

#### 4.2.1 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。

#### 4.2.2 试剂

4.2.2.1 氮气：体积分数大于 99.999%。

4.2.2.2 氢气：体积分数大于 99.999%。

4.2.2.3 空气：经活性炭、蓝色硅胶和 5A 分子筛净化、干燥。

#### 4.2.3 仪器

4.2.3.1 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/T9722 的有关规定，仪器的线性应满足分析的要求。

4.2.3.2 色谱工作站。

4.2.3.3 进样器：10 μL 微量注射器。

#### 4.2.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱条件见表 2。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	CP-FFAP-CB
柱长×柱内径×膜厚度	25m×0.32mm×0.3 μm
进样口温度/℃	260
检测器温度/℃	260
色谱柱升温程序	初温 60℃，保持 3min，以 10℃/min 的升温速度升至 160℃，保持 1min，以 8℃/min 的升温速度升至 260℃，保持 7min。
分流比	12: 1
进样量/ μL	1
色谱柱流量/(mL/min)	3

#### 4.2.5 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。样品用色谱纯乙醇稀释 10 倍后进样。用色谱工作站处理计算结果。采用面积归一法定量分析。

#### 4.2.6 结果计算

1,3-丙二醇质量分数 CP 按式 (1) 计算

$$C_P = \frac{A_P}{\sum A_i} (100\% - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_{\text{水}}$  —— 本标准 4.3 中测得水的质量分数；

$A_b$ ——1, 3-丙二醇的色谱峰面积;

$\Sigma A_i$ ——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量结果, 两次平行测量结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

#### 4.3 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为: 当水分质量分数在 0.02%~0.1%范围时, 两次重复测定结果的差值应不大于其平均估值的 15%。

#### 4.4 酸度的测定

按 GB/T 14827 的规定进行。

#### 4.5 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 100mL 容量瓶或 100mL 比色管, 并采用 3cm 或 5cm 比色皿。取样量为 60g 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%。

#### 4.6 灼烧残渣的测定

按 GB/T 7531 的规定进行。取样量按照规定量执行, 确保获得的残渣量不少于 3mg 为准, 称样采取一次称样多次加样方式进行处理, 直到试样全部炭化或挥发完全为止。

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 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

#### 4.8 氯化物的测定

按 GB/T 9729 的规定进行。

#### 4.9 紫外吸光度的测定

按 GB/T 14571.4-2008 的规定进行。

### 5 检验规则

5.1 本标准表 1 中的所有指标均为型式检验项目, 除铁含量、灼烧残渣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 组批: 同等质量的、均匀的产品为一批, 可按生产周期、生产班次或产品储罐进行组批。

5.3 采样时应遵循 GB/T 6678 和 GB/T 6682 进行, 所采试样总量不得少于 0.5kg, 将所采样品充分混匀后, 分装于两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中, 贴上标签, 注明生产厂名称、产品名称、批号、取样日期和取样地点, 一瓶做检验分析, 另一瓶做留样备查。

5.4 检验结果如有任何一项不符合本标准的要求, 则应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果即使

只有一项指标不符合本标准规定的相应要求，则该批产品应做不合格处理。

## 6 标志、包装、运输、贮存。

### 6.1 标志

生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求，并应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、批号或生产日期、检验日期、符合本标准要求的的质量指标及本标准编号。

### 6.2 包装

纤维用聚合级 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，或在符合安全要求的条件下根据用户要求包装。纤维用聚合级 1,3-丙二醇遇空气易吸潮，应充入干燥氮气密封。在有残余液的槽车装入纤维用聚合级 1,3-丙二醇之前，必须按本标准的要求对残余液进行检验。若残余液符合本标准，可往槽车内装入纤维用聚合级 1,3-丙二醇；若不符合本标准，则应将残余液排出，清洗槽车，再用蒸汽处理，并使其干燥后方可装入纤维用聚合级 1,3-丙二醇产品。

### 6.3 运输

纤维用聚合级 1,3-丙二醇运输过程中应确保容器不泄露、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

纤维用聚合级 1,3-丙二醇为吸水性物质，贮存过程中应充入干燥氮气密封贮存。

## 7 安全要求

### 7.1 危险警告：

7.1.1 纤维用聚合级 1,3-丙二醇沸点 214℃，闪点 79℃。

7.1.2 纤维用聚合级 1,3-丙二醇为无色无味透明液体，低毒性。

### 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 15min，严重就医；
- b) 皮肤接触：用流水冲洗，清洗污染的衣着；
- c) 吸入：脱离现场值空气新鲜处；
- d) 食入：立即漱口，饮足量水，催吐，就医。

#### 7.2.2 消防及其它措施

- a) 消防措施：可用二氧化碳、干粉或水，使用水或者抗酒精泡沫灭火器扑灭较大的火种。
- b) 采样现场要求具有良好的通风条件。
- c) 洒在地上或设备上的纤维用聚合级 1,3-丙二醇应用大量水冲洗。



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

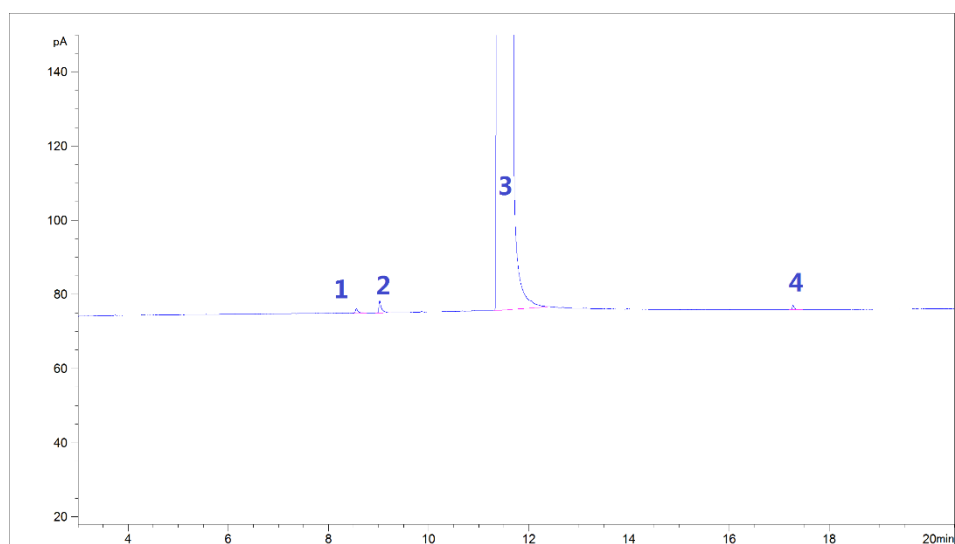


图 A.1 1,3-丙二醇含量测定的典型色谱图

说明:

1——2,3-丁二醇 (1);

2——2,3-丁二醇 (2);

3——1,3-丙二醇;

4——甘油。

A.2 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

序列	组分名称	相对保留值
1	2,3-丁二醇 (1)	0.744
2	2,3-丁二醇 (2)	0.784
3	1,3-丙二醇	1
4	甘油	1.502