

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—2023

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇

2,2,4,4-Tetramethyl-1,3-cyclobutanediol

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：苏州亚科科技股份有限公司、中国科学院宁波材料技术与工程研究所、宁波长阳科技股份有限公司、万凯新材料股份有限公司、中国科学院化学研究所、东华大学、新疆蓝山屯河聚酯有限公司

本文件主要起草人：苏州亚科科技股份有限公司

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇

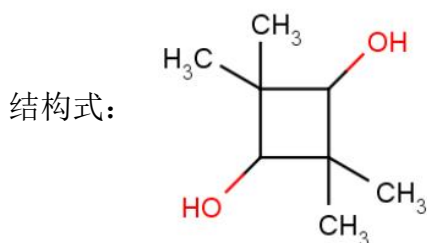
1 范围

本文件规定了对 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存和安全。

本文件适用于以 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮通过催化加氢还原反应生成的 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇。

注：该产品主要应用于共聚酯材料、涂料、抑菌剂等领域。

分子式：C₈H₁₆O₂



CAS 号：3010-96-6

相对分子质量：178.23

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位-铂 2-钴色号）

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇为白色粉末。

4.2 技术要求

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项目	聚酯级 指标	普货 指标
外观	白色粉末	白色粉末
纯度/%	≥99.0	≥ 98.0
熔点/℃	126.0-129.0	126.0-129.0
色度	≤25 APHA	/
Na/ppm	≤20	/
Fe/ppm	≤20	/
Ni/ppm	≤20	/
Ru/ppm	≤20	/
水分%	≤0.15	/
2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮 /%	≤0.1	/

5 试验方法

安全提示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并没有指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律的规定。

5.1 一般规定

本文件中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备与标定。

5.2 外观的判定

取适量试样在自然光或日光灯下目视观察。

5.3. 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇纯度测定

本拟定标准中，2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的纯度测定推荐采用气相色谱法测定。

5.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解，用 0.45 μm 的滤膜过滤，溶液注入气相色谱仪检测，用面积归一法定量。

5.3.2 仪器设备

气相色谱仪应符合 GB/T 30431-2020 实验要求。

分析天平：感量 0.1 mg。

超声振荡器。

10ml 容量瓶。

5.3.3 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯。

甲醇：色谱纯。

5.3.4 色谱柱及操作条件

本文件推荐的色谱管柱及典型操作条件见下表。其他能达到同等分离效果的

色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

推荐色谱柱

项 目	参 数
色谱柱型号	HP-5
色谱柱规格	30m×0.32 mm×0.25 μm
检测器	FID

色谱操作条件

检测器/°C	项 目
检测器/°C	HP-5
线速	24.1cm/sec
分流比	50: 1
载气	N ₂
柱温/°C	150°C, 保持 1min, 以 15°C/min 升至 280°C, 保持 5min
进样量/μL	1
运行时间/min	14.67

5.3.5 测定步骤

5.3.5.1 样品的制备

取 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇供试品适量,精密称定,用甲醇配制成含量约为 20mg/ml 的溶液,用 0.45 μm 的滤膜过滤后,进样。

5.3.5.2 色谱测定

启动气相色谱仪,仪器稳定后,进样。待各组分出峰完毕,由色谱工作站记录峰面积,采用面积归一化法计算结果。2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇色谱图参见附录 A。

5.3.5.3 结果计算

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量 w_i , 单位为%, 按公式 (2) 计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \cdots \cdots (2)$$

式中: A_i ——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和;

5.3.5.4 允许差

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 0.2%。

5.4 熔点的测定

①仪器

WRS-3 型微机熔点仪。

毛细管。

②测定步骤

将样品研成细粉,将毛细管开口的一端插入样品中,反转毛细管,使供试品落入管底,轻击,直到样品紧密集结于管底,高度约 3mm。

熔点仪起始温度设为 110℃,升温速率 2℃/min,机器达到设定温度并稳定后,插入样品毛细管,同时测定 3 个样品,结果应在 126-129℃。

5.5 色度

按 GB/T 605-2006 的规定进行测定。

5.6 Na

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.7 Fe

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.8 Ni

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.9 Ru

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.10 水分测定

①仪器

AKF-1 全自动卡尔费休水分测定仪。

②测定步骤

于滴定杯中加入适量的无水甲醇，先打空白将系统中的水份除去，取供试品 200mg，精密称定，迅速转移至滴定杯中，开始测量。测量结束后读取机器上的数值。

5.11 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮测定

本拟定标准中，2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮的纯度测定推荐采用气相色谱法测定。

5.11.1 方法提要

试样用甲醇溶解，用 0.45 μm 的滤膜过滤，溶液注入气相色谱仪检测，用面积归一法定量。

5.11.2 仪器设备

气相色谱仪应符合 GB/T30431-2020 实验要求。

分析天平：感量 0.1 mg。

超声振荡器。

10ml 容量瓶。

5.11.3 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯。

甲醇：色谱纯。

5.11.4 色谱柱及操作条件

本文件推荐的色谱管柱及典型操作条件见下表。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

推荐色谱柱

项 目	参 数
色谱柱型号	HP-5

色谱柱规格	30m×0.32 mm×0.25 μm
检测器	FID

色谱操作条件

进样口/℃	280
检测器/℃	280
线速	24.1cm/sec
分流比	50: 1
载气	N ₂
柱温	150℃, 保持 1min, 以 15℃/min 升至 280℃, 保持 5min
进样量/ μL	1
运行时间/min	14.67

5.11.5 测定步骤

5.11.5.1 样品的制备

取 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇供试品适量,精密称定,用甲醇配制成含量约为 20mg/ml 的溶液,用 0.45 μm 的滤膜过滤后,进样。

5.11.5.2 色谱测定

启动气相色谱仪,仪器稳定后,进样。待各组分出峰完毕,由色谱工作站记录峰面积,采用面积归一化法计算结果。2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮色谱图参见示例图 2。

5.11.5.3 结果计算

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮的含量 w_i , 单位为%, 按式 (2) 计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_i ——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮的峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和;

6 检验规则

6.1 第 4 章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 产品在原材料、工艺不变的条件下，以同等质量、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。

6.3 按 GB/T 3723、GB/T6678、GB/T 6679 中的规定确定采样单元数和采样方法。所采试样总量不少于 30g。将所采的试样充分混合均匀后，分装于两个清洁、干燥的样品袋中，并贴上标签，注明产品名称、批号、取样日期、采样者姓名等。一份作分析检验用；另 2 份密封保存，留样备查。

6.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件第 4 章的要求为合格。若检验结果如有指标不符合本文件的要求，应重新自该批次产品中加倍采样进行复验，复检结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品应做降等或不合格处理。

7 标志、标签和随行文件

7.1 标志和标签

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇包装容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、产品型号、批号或生产日期、净含量、本文件编号。标志和标签的规定应符合 GB/T 191。

7.2 随行文件

每批生产的 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇都应附有质量证明书和化学品安全技术说明书。

质量证明书上应注明生产企业名称、详细地址、产品名称、批号或生产日期、净含量、本文件编号。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

外包装为纸板桶，内附两层白色聚乙烯袋包装，25kg/桶。用户对包装规格有特殊要求时，可供需协商。

8.2 运输

产品应遵守化学品运输的相关规定，采用专用运输工具运输。

运输过程中应轻搬、轻放，避免碰撞，防止雨淋、日晒，防止包装污染和破损，应按标识要求操作。

8.3 贮存

产品应遵守化学品贮存的相关规定，贮存于阴凉、通风、干燥处，避免烈日暴晒、雨淋，隔绝热源和火种。

9 安全

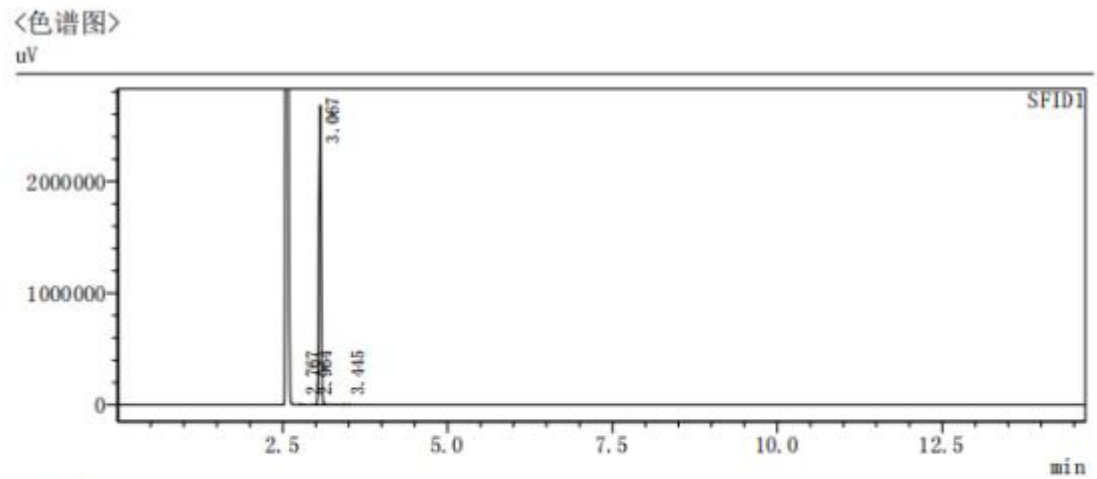
本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附 录 A

(资料性)

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇纯度测定的典型色谱图和各组分的保留时间

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇典型色谱图



<峰表>

SFID1

峰号	保留时间	化合物名	拖尾因子	分离度(JP)	面积	面积%
1	2.77		1.5	—	1206	0.02
2	2.96		1.2	4.4	387	0.01
3	3.07		0.9	2.1	6090318	99.97
4	3.45		1.1	5.6	504	0.01
总计					6092415	100.00

附录 B

(资料性)

安全

B.1 危害信息

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇为粉末易燃固体。可能会造成皮肤刺激，造成严重眼刺激，可能造成呼吸道刺激。

B.2 安全措施

如果不慎吸入本产品，请将人移到新鲜空气处。如果呼吸停止，进行人工呼吸。严重者应立即就医。

如果皮肤接触本产品，用肥皂和大量的水清洗。严重者应立即就医。

如果眼睛接触本产品，用大量的水彻底冲洗至少 15 分钟，严重者应立即就医。

如误吞食本产品，切勿催吐。不要给昏迷的人口服任何东西。用清水漱口。严重者应立即就医。

中国石油和化学工业联合会团体标准

《2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇》

编制说明

(征求意见稿)

团体标准起草小组

2023 年 9 月

目 录

1 任务来源	1
2 目的和意义	1
2.1 产品及行业概况.....	1
2.2 制定标准的目的、意义及必要性.....	1
3 标准编制过程	3
4 标准编制原则及依据	5
5 主要条款的说明	5
1 标准适用范围	6
2 规范性引用文件.....	6
3 要求	6
4 指标项目的确定.....	5
6 主要试验验证情况分析	12
7 知识产权说明	13
8 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况.....	13
9 采用国际标准和国外先进标准情况.....	13
10 与现有法律法规的协调性.....	13
10 重大分歧意见的处理经过和依据.....	13
11 标准性质的建议说明	13
12 废止现行相关标准的建议.....	13
14 标准水平分析	13
附录一 产品验证试验报告.....	15

制定《2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇》石油和化学工业联合会 (CFCIF) 团体标准编制说明（征求意见稿）

一、任务来源

根据中国石油和化学工业联合会中石化联质发(2023)07号《关于印发2022年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求,《2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇》被列入中国石油和化学工业联合会团体标准制定计划。

本标准是由中国石油和化学工业联合会提出,中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。标准由苏州亚科科技股份有限公司组织编制,苏州亚科科技股份有限公司、中国科学院宁波材料技术与工程有限公司,宁波长阳科技股份有限公司,万凯新材料股份有限公司,中国科学院化学研究所,东华大学,新疆蓝山屯河聚酯有限公司为主要标准起草单位。

二、目的和意义

1. 产品概述及行业概况

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇(简称:CBDO)外观为白色结晶粉末,分子式为 $C_8H_{16}O_2$,相对分子质量为144.21,熔点为126~129℃,闪点为52℃,是重要的聚酯合成原料,以CBDO为原料合成的共聚酯具有熔体黏度高、玻璃化转变温度高、良好的耐候性和热力学稳定性,抗冲击强度高,水解稳定性良好,透明度高等特点。

CBDO生产方法主要是采用2, 2, 4, 4-四甲基环丁二酮催化加氢还原反应得到关键聚酯单体四甲基环丁二醇。

CBDO主要用于共聚酯的合成,含有CBDO的共聚酯的具体应用领域如下:

1) 可用于制备婴幼儿用品,如乳瓶,安抚奶嘴,婴儿餐具等。含有CBDO的共聚酯材料玻璃化转变温度可达到100-130℃,不含双酚A,具有良好的耐化学性,透明性好。

2) 由于含有CBDO的共聚酯具有高冲击强度,较高的玻璃化转变温度,长的半结晶期,韧性好,易于热成型等特点,可以在标准的工业设备上加工成膜、片材,用于制造洗衣机的平面装饰板,冰箱上的平面接触面板,汽车的内装饰、仪

表盘，电子设备的显示屏、键盘等。

3) 含有 CBD0 的聚酯可用于制备热固性涂料，相对于热固性丙烯酸酯涂料，具有良好的耐化学性、挠性、耐候性和水解稳定性。

4) CBD0 可以作为抑菌剂应用于水基涂料领域，以限制产品中细菌、酵母或霉菌的生长，也可用于个人护理、医用、家用护理等领域的含有水或可以从环境中吸收水分的产品，抑制此类产品中微生物的生长。

目前，除亚科股份外，我国暂未有生产 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的量产生产厂家，亚科股份年规划产能 1000 吨，且原料全部实现国产，质量稳定，供应稳定。

表 1 亚科股份指标与拟定标准指标对比表

序号	项目	聚酯级指标	普货指标	检测方法
1	外观	白色粉末	白色粉末	目测
2	纯度/%	≥ 99.0	≥ 98.0	GC
3	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	126.0-129.0	126.0-129.0	熔点仪
4	色度	≤ 25 APHA	/	目视比色法（溶剂甲醇，建议浓度 10%）
5	Na/ppm	≤ 20	/	ICP
6	Fe/ppm	≤ 20	/	ICP
7	Ni/ppm	≤ 20	/	ICP
8	Ru/ppm	≤ 20	/	ICP
9	水分%	≤ 0.15	/	卡尔费休法
10	2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮/%	≤ 0.1	/	GC

2. 制定标准的目的、意义、必要性

目前，中国高耐热聚酯被国外垄断，CBD0 单体及其聚酯整体处于严重紧缺的状态，因此，科技部在 2021 年 5 月发布“十四五”国家重点研发计划，其中“先进结构与复合材料”重点专项项目申报指南中 1.3 条中明确表示支持开发 CBD0 的国产化制备技术，并将 CBD0 单体应用于聚酯的开发，精细调控产品结构，研究产品的耐温性能、力学性能、阻隔性能等，开发不低于 8 种高性能聚酯和聚碳酸酯产品，实现聚酯、聚碳酸酯的千吨级稳定生产，并在包装领域得到应用。

该计划的出台进一步表明国家想要打破国外企业聚酯技术垄断,实现进口替代的决心。

在此背景下,由中科院宁波材料所生物基高分子团队牵头,共联合国内 10 家优势科研单位、高校和企业共同参与“先进结构与复合材料”重点专项“低成本高性能生物基聚酯和聚碳酸酯的制备与产业化”项目攻关。该项目已于 2021 年获批立项,项目名称:低成本高性能生物基聚酯和聚碳酸酯的制备与产业化,项目编号:2021YFB3700300,我司在该项目中主要参与“低成本 CBDO 及高 Tg 高抗冲击透明聚酯产业化示范与应用”这一子课题。

由于 CBDO 的技术长期被国外企业所垄断,下游新材料企业利润水平及使用需求受到诸多限制。对 CBDO 从投放市场伊始至今,尚未形成统一的质量及检测标准。为了促进行业的发展,保证产品各项技术要求指标能很好的控制产品质量,防止伪劣产品流入市场,需要制定统一的团体标准。

建立和规范对 CBDO 产品标准,将对产品技术要求、相应的检测方法及包装、运输、贮存等提出要求,有助于有效规范国内市场,指导工艺生产控制、产品检测、贮存、运输,促进产品市场推广,推动产品在国内外市场的应用。同时提高相关部门对生产企业进行监督检查的水平:可使相关部门对 CBDO 产品生产企业的监督检查工作更具科学性和针对性,提高对行业企业的监督管理水平。标准的制定将促进 CBDO 生产企业的公平竞争,提高产品的质量,从而带来良好的市场信誉和经济效益,同时也能起到样板作用,调动企业执行 CBDO 产品团体标准的积极性。通过加强 CBDO 产品的质量规范,还可淘汰一些不具备生产条件的企业,起到扶优劣汰的作用。

三、标准编制过程

为了切实做好《2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇》标准的编制工作,我们在接到任务时,成立了标准起草工作组,制定工作方案,主要工作过程如下:

(1) 2022 年 10 月 28 日,石化联合会发布《关于征集 2022 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准计划项目的通知》。苏州亚科科技股份有限公司开展了对国内外相关标准、生产现状及下游应用等方面的调研工作,就 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的产品的主要产品指标、管理、运输、验收、贮存、使用、处置等环节进行了详细的研究,最终确定 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇产品团

体标准的内容，在此基础上提交了《2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇》团体标准的项目建议书。

(2) 2022 年 12 月 28 日，中国石油和化学工业联合会通过腾讯会议召开团体标准立项审查会，起草单位重点就标准编制的背景意义、必要性及可行性进行了汇报。评审专家要求标准起草单位在设置产品指标时需进行调研，并综合考虑行业实际情况进行制定。

(3) 2023 年 01 月 16 日，石化联合会发布《关于印发 2022 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》，《2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇》等 70 项团体标准顺利通过立项审查。

(4) 立项审查通过后，标准起草工作组和技术小组人员根据 GB/T 602《化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备》、GB/T 603《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》、GB/T 605《化学试剂 色度测定通用方法》、GB/T 617《化学试剂 熔点范围测定通用方法》等国家标准开展研究工作，结合下游行业对 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的性能要求等，完成初稿撰写工作。

(5) 2023 年 5 月 12 日，编制组以视频方式召开第一次工作会议，会议邀请了中国科学院宁波材料技术与工程有限公司、宁波长阳科技股份有限公司、万凯新材料股份有限公司、中国科学院化学研究所、东华大学、新疆蓝山屯河聚酯有限公司，与会代表就技术内容进行深入交流，初步确定了该产标准品的指标项目，相应的试验方法等内容。根据讨论结果，标准起草工作组按照工作方案及工作进度安排，依据“基于科学、基于数据、基于最佳实践”的标准编制原则，组织生产企业共同开展检验验证工作，以验证标准规定的试验方法的有效性和可操作性。亚科股份安排两名质检人员，对 CBD0 的 2 种规格各 5 批次样品按拟定标准技术要求的指标项目-外观、纯度、熔点、色度、Na、Fe、Ni、Ru、水含量进行 5 组平行验证试验，以确认试验方法的可行性。

(6) 2023 年 9 月，根据讨论会的相关意见，标准起草工作组制定了本标准的征求意见稿及编制说明，并进行公示。

(7) 2023 年 XX 月，根据专家反馈意见，对标准文本和编制说明征求意见稿进行认真细致的修改完善，形成送审稿。

(8) 2023 年 XX 月，组织相关专家进行标准的现评审，根据评审专家的意见

见，再次对标准进行完善和修改，形成报批稿报送中国石油和化学工业联合会。

四、标准编制原则及依据

本拟定标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》起草。参照国内对 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇生产、使用的相关资料，同时参考国内企业的相关要求，引进生产的先进理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1. 编制原则

(1) 确保 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇产品使用安全；随着人们生活水平的提高，以及近年来安全的事件时有发生，人们越来越重视安全生产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故，对人员造成危害，消除生产安全隐患。因此，生产安全是首要的原则。

(2) 标准要具有科学性、先进性和可操作性；标准的指标值确定应有充分依据，有利于新产品开发，有利于产品质量的提高；标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；标准不能脱离我国国情，有 70% 企业能做到，30% 企业需要经过努力才能做到。

(3) 与相关标准法规协调一致；与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法律法规要相一致。

(4) 促进行业健康发展与技术进步。制定 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇团体标准，是我国 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇行业以及使用单位一项重大举措，是从对最终产品的被动管控转向对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

2. 制定标准依据

(1) 国内生产企业及用户要求，调查阶段收到的建议。

(2) 编制过程中的试验验证数据（参见附录一）。

五、主要条款的说明

对 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇团体标准包括范围、规范性引用文件、要求、试验方法以及检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存和安全。

1. 标准适用范围

本文件规定了 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存和安全。

本文件适用于以丁酸为原料生产的 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇。

2. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位-铂-钴色号）

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 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

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项目	聚酯级 指标	普货 指标
外观	白色粉末	白色粉末
纯度/%	≥99.0	≥ 98.0

熔点/℃	126.0-129.0	126.0-129.0
色度	≤25 APHA	/
Na/ppm	≤20	/
Fe/ppm	≤20	/
Ni/ppm	≤20	/
Ru/ppm	≤20	/
水分%	≤0.15	/
2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮 /%	≤0.1	/

4. 指标项目的确定

检验项目的设定参照国内企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的验证实验数据（参加附录一）和多批次检测数据（参见附录二）等资源，确定了聚酯级以及普货级 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的外观、纯度、熔点以及聚酯级产品的色度、Na、Fe、Ni、Ru、水含量，2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮，对产品质量进行系统的控制，分析方法选择现行有效的国家和行业标准方法。指标项目及参数的确定具体说明如下：

（1）外观

外观用于对产品是否正常、是否有其它机械杂质混入进行直观和定性的考察。本产品的企业标准中均设置外观指标。本拟定标准规定聚酯级以及普货级均为“白色粉末”。方法规定用目测法判定，对观测条件作出如下规定“取适量试样在自然光或日光灯下目视观察”。

（2）产品的主要成分

产品的主要成分为 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇，根据下游用户的需求，本标准规定了 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量：聚酯级≥99.0%，普货级≥98.0%。

（3）熔点范围

通过对企业实物质量进行统计分析以及下游用户的需求，本标准规定了聚酯级以及普货级产品的熔点范围为 126.0℃-129.0℃。

（4）色度

色度反映了反应的完成程度，及杂质含量的高低。通过对实物质量进行统计

分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的色度 $\leq 25\text{APHA}$ （铂-钴色号）。

（5）水分

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了产品的水分 $\leq 0.15\%$ 。

（6）铁（Fe）含量

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的铁（Fe） $\leq 20\text{ppm}$ 。

（7）钠（Na）含量

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的钠（Na） $\leq 20\text{ppm}$ 。

（8）镍（Ni）含量

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的镍（Ni） $\leq 20\text{ppm}$ 。

（9）钌（Ru）含量

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的钌（Ru） $\leq 20\text{ppm}$ 。

（10）2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮

通过对实物质量进行统计分析，下游用户的需求，本标准规定了聚酯级产品的2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮 $\leq 0.1\%$ 。

5. 试验方法的确定

2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇产品在本拟定标准中的外观、纯度、熔点、色度、Na、Fe、Ni、Ru、水含量以及2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮的测定方法，基本采用相关标准中的试验原理。实验数据参见附录实验报告。

5.1 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇气相色谱法

本拟定标准中，2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的纯度测定推荐采用气相色谱法测定。

5.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，用 $0.45\mu\text{m}$ 的滤膜过滤，溶液注入气相色谱仪检测，用

面积归一法定量。

5.1.2 仪器设备

5.1.2.1 气相色谱仪应符合 GB/T30431-2020 实验要求。

5.1.2.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5.1.2.3 超声振荡器。

5.1.2.4 10ml 容量瓶。

5.1.3 试剂

5.1.3.1 除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯。

5.1.3.2 甲醇：色谱纯。

5.1.4 色谱柱及操作条件

本文件推荐的色谱管柱及典型操作条件见下表。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

推荐色谱柱

项 目	项 目
色谱柱型号	HP-5
色谱柱规格	30m×0.32 mm×0.25 μm
检测器	FID

色谱操作条件

检测器℃	项 目
检测器℃	HP-5
线速	24.1cm/sec
分流比	50: 1
载气	N ₂
柱温	150℃，保持 1min，以 15℃/min 升至 280℃，保持 5min
进样量 μL	1
运行时间 min	14.67

5.1.5 测定步骤

5.1.5.1 样品的制备

取 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇供试品适量，精密称定，用甲醇配制成含量约为 20mg/ml 的溶液，用 0.45 μm 的滤膜过滤后，进样。

5.1.5.2 色谱测定

启动气相色谱仪，仪器稳定后，进样。待各组分出峰完毕，由色谱工作站记录峰面积，采用面积归一化法计算结果。2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇色谱图参见附录 A。

5.1.6 结果计算

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量 w_i ，单位为%，按式（2）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： A_i ——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和；

5.1.7 允许差

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 0.2%。

5.2 熔点的测定

①仪器

WRS-3 型微机熔点仪。

毛细管。

②测定步骤

将样品研成细粉，将毛细管开口的一端插入样品中，反转毛细管，使供试品落入管底，轻击，直到样品紧密集结于管底，高度约 3mm。

熔点仪起始温度设为 110℃，升温速率 2℃/min，机器达到设定温度并稳定后，插入样品毛细管，同时测定 3 个样品，结果应在 126-129℃。

5.3 色度

按 GB/T 605-2006 的规定进行测定。

5.4 Na

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.5 Fe

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.6 Ni

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.7 Ru

按 JY / T 0568-2020 的规定进行测定。

5.8 水分测定

①仪器

AKF-1 全自动卡尔费休水分测定仪。

②测定步骤

于滴定杯中加入适量的无水甲醇，先打空白将系统中的水份除去，取供试品 200mg，精密称定，迅速转移至滴定杯中，开始测量。测量结束后读取机器上的数值。

5.9 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮测定气相色谱法

本拟定标准中，2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮的纯度测定推荐采用气相色谱法测定。

5.9.1 方法提要

试样用甲醇溶解，用 0.45 μm 的滤膜过滤，溶液注入气相色谱仪检测，用面积归一法定量。

5.9.2 仪器设备

5.9.2.1 气相色谱仪应符合 GB/T30431-2020 实验要求。

5.9.2.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5.9.2.3 超声振荡器。

5.9.2.4 10ml 容量瓶。

5.9.3 试剂

5.9.3.1 除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯。

5.9.3.2 甲醇：色谱纯。

5.9.4 色谱柱及操作条件

本文件推荐的色谱管柱及典型操作条件见下表。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

推荐色谱柱

项 目	项 目
色谱柱型号	HP-5
色谱柱规格	30m×0.32 mm×0.25 μm

检测器	FID
-----	-----

色谱操作条件

检测器℃	项 目
检测器℃	HP-5
线速	24.1cm/sec
分流比	50: 1
载气	N ₂
柱温	150℃, 保持 1min, 以 15℃/min 升至 280℃, 保持 5min
进样量 μL	1
运行时间 min	14.67

5.9.5 测定步骤

5.9.5.1 样品的制备

取 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇供试品适量,精密称定,用甲醇配制成含量约为 20mg/ml 的溶液,用 0.45 μm 的滤膜过滤后,进样。

5.9.5.2 色谱测定

启动气相色谱仪,仪器稳定后,进样。待各组分出峰完毕,由色谱工作站记录峰面积,采用面积归一化法计算结果。2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮色谱图参见示例图 2。

5.9.6 结果计算

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮的含量 w_i , 单位为%, 按式 (2) 计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中: A_i ——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮的峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和;

六、主要试验验证情况分析

本次制定主要按拟定的标准方法,对聚酯级以及普货级 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的外观、纯度、熔点,以及对聚酯级 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的色度、水分、Na、Fe、Ni、Ru、2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二酮进行实验,实验结果均符合要求,拟订方法可行,验证数据见实验报告。

七、知识产权说明

本标准不涉及知识产权问题。

八、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

随着 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇合成工艺的不断研究与成熟, 应用开发的不断深入, 其应用范围不断扩大, 市场需求量逐步上升, 预估市场需求量万吨级, 预估未来 3 年可实现 2000 吨产品销售, 销售额 2 亿以上, 利润 5000 万以上。

九、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准不涉及国际国外标准。

十、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的国家标准及行业标准。本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

十一、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

十二、标准性质的建议说明

本文件在各项指标项目设置方面适应了目前国内聚酯、涂料等行业使用 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇的要求, 保证了产品的使用安全, 分析方法准确、适用。根据我国对标准属性的划分原则, 本标准为产品标准, 本标准的性质为推荐性标准。

十三、废止现行相关标准的建议

无。 本标准为新制定标准。

十四、标准水平分析

本标准为适应目前国内实际生产及使用的要求, 标准的指标项目设置、技术要求及试验方法方面均能满足使用的要求。试验方法可操作性强, 结果准确可靠。综合分析, 本标准在各项指标项目设置方面满足了国内外用户的使用要求, 保证了产品的使用安全, 分析方法适用、可行。

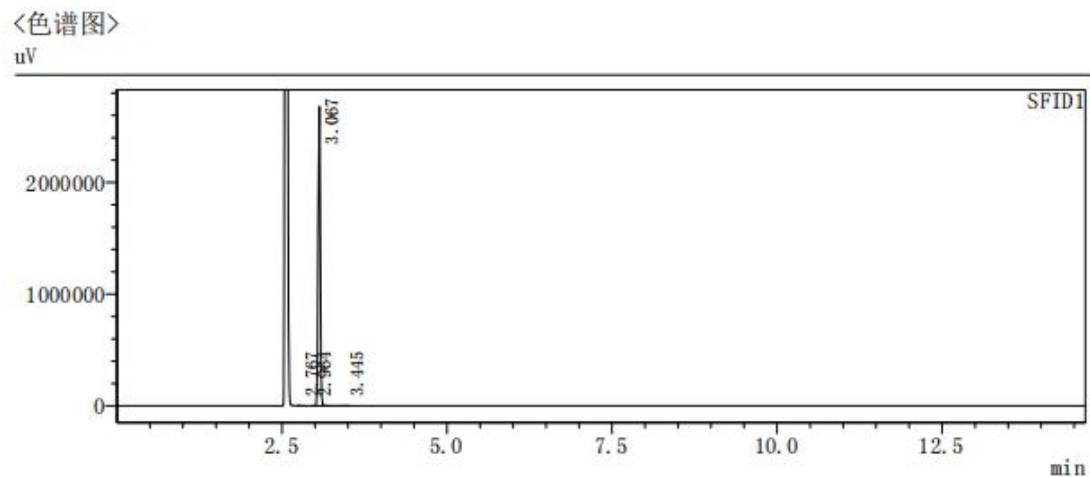
综合分析，本标准达到国内先进水平。

征求意见稿

附录一 产品验证试验报告

由苏州亚科科技股份有限公司按照本标准规定的试验方法,对其生产的聚酯级以及普货级 CBD0, 分别进行 5 批次 5 平行试验。

按本拟定标准中 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇含量溶液经 0.45 μm 滤膜过滤,注入气相色谱仪检测,用面积归一法计算,色谱图示例见图 1:



<峰表>

峰号	保留时间	化合物名	拖尾因子	分离度(JP)	面积	面积%
1	2.77		1.5	—	1206	0.02
2	2.96		1.2	4.4	387	0.01
3	3.07		0.9	2.1	6090318	99.97
4	3.45		1.1	5.6	504	0.01
总计					6092415	100.00

图 1 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇典型色谱图

1. 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇纯度测定

按本拟定标准中 3.1 规定的方法进行测定,试验数据聚酯级见表 1, 普货级见表 2。

表 1 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇（聚酯级）纯度试验数据

实验项目	2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇≥99.0%				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602	YK2022110201	YK2022110202
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	99.97	99.98	99.97	99.98	99.98
2	99.98	99.97	99.98	99.95	99.96
3	99.97	99.96	99.98	99.96	99.95
4	99.97	99.98	99.98	99.98	99.97

5	99.98	99.97	99.98	99.97	99.96
最大值	99.98	99.98	99.98	99.98	99.98
最小值	99.97	99.96	99.97	99.95	99.95
平均值	99.97	99.97	99.98	99.97	99.96
绝对偏差	0.005	0.006	0.003	0.010	0.009

注：苏州亚科科技采用气相色谱仪器品牌：岛津 GC-2014。

本文件中规定了产品纯度 $\geq 99.0\%$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

表 2 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（普货级）纯度试验数据

实验项目	2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇 $\geq 98.0\%$				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2023032601	YK2023032602	YK2023033001	YK2023040201	YK2023040202
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	99.97	99.97	99.97	99.98	99.98
2	99.96	99.98	99.96	99.98	99.91
3	99.93	99.98	99.97	99.98	99.98
4	99.96	99.98	99.97	99.98	99.98
5	99.96	99.98	99.97	99.98	99.98
最大值	99.97	99.98	99.97	99.98	99.98
最小值	99.93	99.97	99.96	99.98	99.91
平均值	99.96	99.98	99.97	99.98	99.97
绝对偏差	0.010	0.003	0.003	0.000	0.022

注：苏州亚科科技采用气相色谱仪器品牌：岛津 GC-2014。

本文件中规定了产品纯度 $\geq 98.0\%$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

2. 熔点范围的测定

按本拟定标准中 3.2 规定的方法进行测定。

试验数据聚酯级见表 3，普货级见表 4。

表 3 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）熔点范围试验数据

实验项目	熔点范围 126-129℃				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	126.5-128.1	126.1-128.2	126.5-128.6	126.1-128.6	126.8-128.7
2	126.9-128.1	126.3-128.1	126.7-128.6	126.4-128.6	126.8-128.8
3	126.6-128.2	126.2-128.2	126.7-128.5	126.7-128.7	126.7-128.7

4	126.7-128.2	126.2-128.3	126.6-128.5	126.5-128.5	126.8-128.8
5	126.8-128.1	126.3-128.1	126.5-128.5	126.5-128.6	126.6-128.7
最大值	126.7-128.2	126.2-128.3	126.5-128.6	126.7-128.7	126.6-128.8
最小值	126.5-128.1	126.3-128.1	126.5-128.5	126.5-128.5	126.7-128.7
平均值	126.7	126.2	126.6	126.4	126.7
绝对偏差	/	/	/	/	/

注：苏州亚科科技采用熔点仪仪器品牌：仪电物光 WRS-3。

本文件中规定了产品熔点范围 126-129℃，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

表 4 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（普货级）熔点范围试验数据

实验项目	熔点范围 126-129℃				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2023040201	YK2023040202	YK2023033001	YK2023032601	YK2023032602
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	126.5-128.1	126.1-128.2	126.5-128.6	126.1-128.6	126.8-128.9
2	126.9-128.1	126.3-128.1	126.7-128.4	126.4-128.6	126.8-128.6
3	126.6-128.2	126.2-128.2	126.7-128.5	126.7-128.7	126.7-128.7
4	126.7-128.2	126.2-128.3	126.6-128.4	126.5-128.5	126.8-128.8
5	126.8-128.1	126.3-128.1	126.5-128.5	126.5-128.6	126.6-128.7
最大值	126.7-128.2	126.2-128.3	126.5-128.3	126.7-128.6	126.6-128.9
最小值	126.5-128.1	126.3-128.1	126.5-128.5	126.5-128.5	126.7-128.7
平均值	126.7	126.3	126.5	126.5	126.8
绝对偏差	/	/	/	/	/

注：苏州亚科科技采用熔点仪仪器品牌：仪电物光 WRS-3。

本文件中规定了产品熔点范围 126-129℃，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

3. 水分的测定

按本拟定标准中 3.8 规定的方法进行测定。

试验数据见表 5。

表 5 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）水分的试验数据

实验项目	水分，w/%				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	0.03	0.03	0.04	0.07	0.04
2	0.03	0.03	0.04	0.06	0.05

3	0.02	0.03	0.04	0.07	0.05
4	0.03	0.03	0.04	0.06	0.04
5	0.03	0.03	0.04	0.06	0.04
最大值	0.03	0.03	0.04	0.07	0.05
最小值	0.02	0.03	0.04	0.06	0.04
平均值	0.03	0.03	0.04	0.06	0.04
绝对偏差	0.003	0	0	0.005	0.005

注：苏州亚科科技采用水分仪品牌：禾工科仪。

本文件中规定了产品水分 $\leq 0.15\%$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

4. 色度的测定

按本拟定标准中 3.3 规定的方法进行测定。

试验数据见表 6。

表 6 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇（聚酯级）色度的试验数据

实验项目	色度，（铂-钴色号）/Hazen 单位				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	符合	符合	符合	符合	符合
2	符合	符合	符合	符合	符合
3	符合	符合	符合	符合	符合
4	符合	符合	符合	符合	符合
5	符合	符合	符合	符合	符合
最大值	/	/	/	/	/
最小值	/	/	/	/	/
平均值	/	/	/	/	/
绝对偏差	/	/	/	/	/

本文件中规定了产品色度 ≤ 25 ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

5. Na(钠)的测定

按本拟定标准中 3.4 规定的方法进行测定。

试验数据见表 7。

表 7 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇（聚酯级）Na（钠）的试验数据

实验项目	Na/ppm
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司

批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
检测机构	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测
微谱	14.08	17.06	18.29	17.04	16.71

本文件中规定了产品中 $\text{Na} \leq 20\text{ppm}$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

6. Fe(铁)的测定

按本拟定标准中 3.5 规定的方法进行测定。

试验数据见表 8。

表 8 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）Fe（铁）的试验数据

实验项目	Fe/ppm				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
检测机构	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测
微谱	1.62	1.87	1.24	1.7	2.37

本文件中规定了产品中 $\text{Fe} \leq 20\text{ppm}$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

7. Ni(镍)的测定

按本拟定标准中 3.6 规定的方法进行测定。

试验数据见表 9。

表 9 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）Ni（镍）的试验数据

实验项目	Ni/ppm				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
检测机构	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测
微谱	0.96	2.46	0.71	3.23	3.21

本文件中规定了产品中 $\text{Ni} \leq 20\text{ppm}$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

8. Ru(钌)的测定

按本拟定标准中 3.6 规定的方法进行测定。

试验数据见表 10。

表 10 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）Ru（钌）的试验数据

实验项目	Ru/ppm				
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司				
实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022110201	YK2022110202	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602
检测机构	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测	委托第三方检测
微谱	0.68	1.78	0.59	1.98	1.87

本文件中规定了产品中 $Ru \leq 20ppm$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。

9. 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮测定

按本拟定标准中 3.9 规定的方法进行测定，示例图见图 2。

试验数据见表 11。

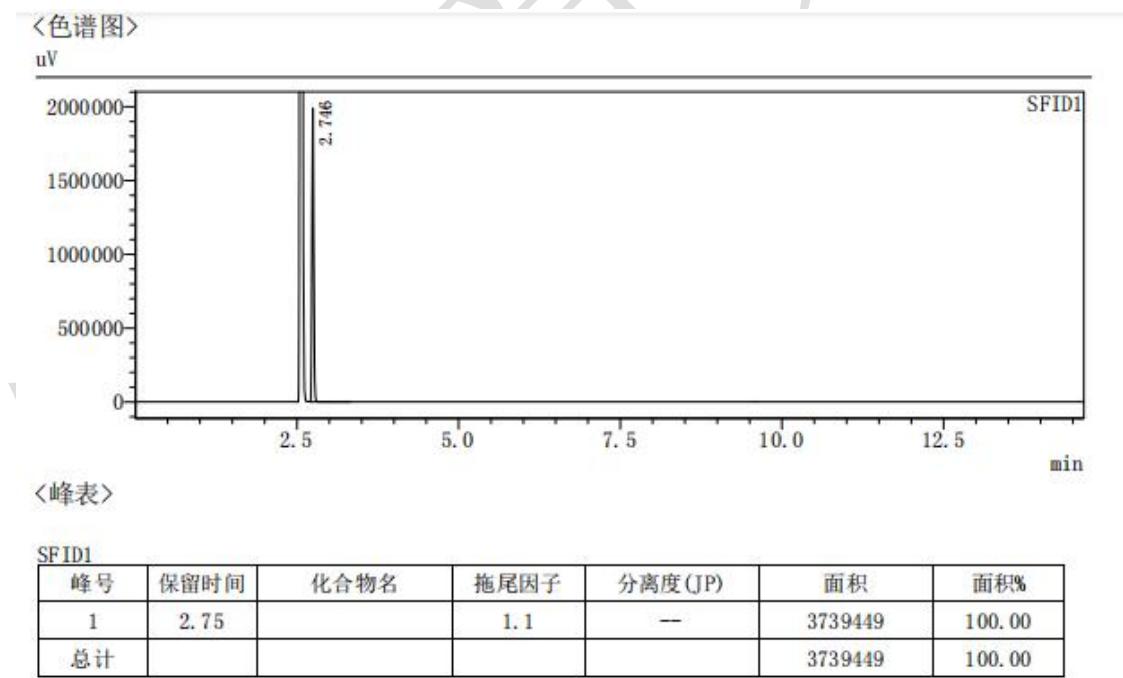


图 2 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮典型色谱图

表 11 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇（聚酯级）中 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮的试验数据

实验项目	2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮 $\leq 0.1\%$
样品来源	苏州亚科科技股份有限公司

实验单位	苏州亚科科技股份有限公司				
批次	YK2022083001	YK2022102601	YK2022102602	YK2022110201	YK2022110202
实验员	1#	2#	3#	4#	5#
1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
2	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
3	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
4	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
5	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
最大值	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
最小值	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
平均值	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
绝对偏差	0	0	0	0	0

注：苏州亚科科技采用气相色谱仪器品牌：岛津 GC-2014。

本文件中规定了产品中 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二酮 $\leq 0.1\%$ ，从企业检测结果来看，数据具有较好的重复性、再现性，产品检测方法可行。