

中华人民共和国国家标准

GB/T 23962—2009

工业用一乙胺

Ethylamine for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 一 乙 胺
GB/T 23962—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 17 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38639

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

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。

本标准起草单位：浙江建德建业有机化工有限公司。

本标准参加起草单位：德州市德化化工有限公司、浙江新化化工股份有限公司。

本标准主要起草人：郑丰平、周红英、张有忠、方祖祥、胡孙清。

工业用一乙胺

1 范围

本标准规定了工业用一乙胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全等。

本标准适用于在氢气存在下,以乙醇为原料通过触媒氨化法制得的工业用一乙胺的生产、检验和销售。

分子式: C_2H_7N

结构式: $CH_3-CH_2-NH_2$

相对分子质量:45.08(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 190 危险货物包装标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位—铂-钴色号)

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)(ISO 760:1978,NEQ)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 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 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 23961—2009 低碳脂肪胺含量的测定 气相色谱法

3 分类和命名

工业用一乙胺按产品纯度分型,命名为一乙胺(无水)和一乙胺(70%水溶液)。

4 要求

4.1 工业用一乙胺的外观为透明液体,无机械杂质。

4.2 工业用一乙胺应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标			
	一乙胺(无水)		一乙胺(70%水溶液)	
	优等品	合格品	优等品	合格品
一乙胺, w/%	≥ 99.5	99.2	70.0	

表 1 (续)

项 目	指 标				
	一乙胺(无水)		一乙胺(70%水溶液)		
	优等品	合格品	优等品	合格品	
二乙胺, w/%	≤	0.15	0.20	0.10	0.15
三乙胺, w/%	≤	0.10	0.15	0.05	0.10
乙醇, w/%	≤	0.1	0.2	0.07	0.15
氨, w/%	≤	0.1	0.2	0.07	0.15
水, w/%	≤	0.1		—	—
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤	15	30	15	30

5 试验方法

5.1 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。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水, 在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

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—2002 和 GB/T 603—2002 之规定制备。

5.3 外观的测定

取适量实验室样品, 加入具塞比色管, 在足够的光线下目视观察。

5.4 一乙胺(无水)样品的制备

5.4.1 试剂

正丙醇: 已知水的质量分数 w_A , %。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 双阀型钢瓶: 体积约 500 mL, 工作压力大于 3.0 MPa, 双阀型钢瓶示意图见图 1。

5.4.2.2 不锈钢管: 内径 6 mm。

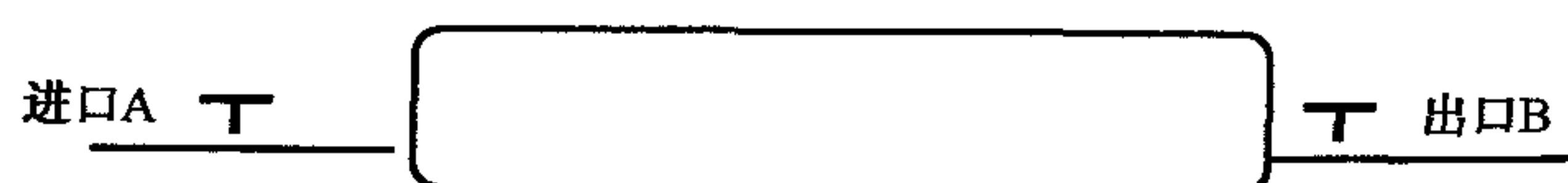


图 1 双阀型钢瓶示意图

5.4.3 操作步骤

5.4.3.1 将双阀型钢瓶进口 A 用不锈钢管与一乙胺钢瓶出口连接, 出口 B 连接聚乙烯软管并通入收集桶内, 抬高出口 B, 打开一乙胺钢瓶出口阀门、双阀型钢瓶进口 A 阀门、出口 B 阀门, 一乙胺采样量约为双阀型钢瓶容积的 2/3 时, 关闭一乙胺钢瓶出口阀门、双阀型钢瓶进口 A 和出口 B 阀门。卸下双阀型钢瓶, 冷却至 10 °C 以下。

5.4.3.2 开启双阀型钢瓶, 将一乙胺缓慢通入盛有冷水(已知质量, 精确至 0.5 g)的玻璃样品瓶中, 通入过程中称量一乙胺, 精确至 0.5 g, 直至制备成一乙胺质量分数约为 70% 的一乙胺水溶液。

5.4.3.3 重复上述步骤对 6.4 所确定的各一乙胺钢瓶进行采样, 按等体积混合得到样品溶液 A, 并取各质量分数的平均值为样品溶液 A 的一乙胺质量分数 w_B , 样品溶液 A 供 5.5、5.8 和 5.10 分析用。

5.4.3.4 开启双阀型钢瓶, 将一乙胺缓慢通入盛有约 100 g 正丙醇(精确至 0.5 g)的玻璃样品瓶中, 通

入过程中称量一乙胺,精确至 0.5 g,直至制备成一乙胺质量分数约为 50%的一乙胺正丙醇溶液。

5.4.3.5 重复上述步骤对 6.4 所确定的各一乙胺钢瓶进行采样,按等体积混合得到样品溶液 B,并取各质量分数的平均值为样品溶液 B 的一乙胺质量分数 w_c ,样品溶液 B 供 5.9 分析用。

5.5 一乙胺(无水)中一乙胺含量、二乙胺含量、三乙胺含量和乙醇含量的测定

试料为 5.4.3.3 样品溶液 A。其他按 GB/T 23961—2009 的规定进行。

5.6 一乙胺(70%水溶液)中一乙胺含量的测定

5.6.1 方法提要

用盐酸标准滴定溶液滴定样品中的总碱度(以一乙胺计),用气相色谱法分别测定样品中二乙胺、三乙胺和氨并换算为以一乙胺计的含量,用总碱度减去这些杂质含量为样品一乙胺含量。

5.6.2 总碱度的测定

5.6.2.1 试剂

5.6.2.1.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

5.6.2.1.2 甲基红指示液:2 g/L。

5.6.2.2 分析步骤

用配有 5 号封闭针头的 1 mL 注射器,吸取约 0.5 g 实验室样品,擦干针头,立即用硅橡胶垫堵住,称量,精确至 0.000 2 g,取下硅橡胶垫,立即插入盛有约 25 mL 水的锥形瓶中,缓慢注入样品,注入后立即用硅橡胶垫堵住针头,称量,精确至 0.000 2 g,两次称量之差为样品质量。在锥形瓶中加入甲基红指示液(2~3)滴,用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色即为终点。

5.6.2.3 结果计算

总碱度的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试料消耗盐酸标准滴定溶液(5.6.2.1.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——一乙胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=45.08$)。

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%。

5.6.3 一乙胺(70%水溶液)中一乙胺含量的计算

一乙胺的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = w_1 - w_3 \frac{M_a}{M_b} - w_4 \frac{M_a}{M_c} - w_5 \frac{M_a}{M_d} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_1 ——5.6.2 测得的总碱度的质量分数,%;

w_3 ——5.8 测得的氨的质量分数,%;

w_4 ——5.7 测得的二乙胺的质量分数,%;

w_5 ——5.7 测得的三乙胺的质量分数,%;

M_a ——一乙胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=45.08$);

M_b ——氨的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.0$);

M_c ——二乙胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=73.14$);

M_d ——三乙胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.19$)。

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%。

5.7 一乙胺(70%水溶液)中二乙胺含量、三乙胺含量和乙醇含量的测定

按 GB/T 23961—2009 的规定进行。

5.8 氨含量的测定

5.8.1 方法提要

在选定的工作条件下,使样品气化后经色谱柱分离,用热导检测器检测,采用外标法定量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 氨水:已知质量分数。

5.8.2.2 载气:体积分数不低于 99.99%,使用前经脱水、脱氧、除有机物等净化处理。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 气相色谱仪:配有热导检测器,整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中的有关规定。

5.8.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.8.3.3 进样器:自动进样器或微量注射器,5 μL 或 10 μL。

5.8.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图见附录 A 图 A.1,相对保留值见附录 A 表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 氨含量测定色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱	φ3 mm×1.5 m 不锈钢填充柱
载体	Porapak QS 0.18 mm~0.25 mm
固定液	四乙烯五胺+氢氧化钾
固定液质量比	Porapak QS:四乙烯五胺:氢氧化钾=90:9:1
桥流/mA	150
汽化室温度/℃	200
柱箱温度/℃	90
检测器温度/℃	180
载气(氢气)流量/(mL/min)	24
进样量/μL	1

5.8.5 分析步骤

5.8.5.1 氨标准样品溶液的配制

在各标样瓶中分别称取 100 g 水,称取适量氨水加入其中,以上称量均精确至 0.000 2 g,配制成与样品氨质量分数相近的氨标准样品溶液。氨标准样品溶液保存在冰箱中备用。

5.8.5.2 测定

启动气相色谱仪,按表 2 所列色谱操作条件或其他合适的条件调试仪器,基线稳定后在同样条件下对样品和氨标准样品溶液进行色谱分析。一乙胺(无水)试样为样品溶液 A(5.4.3.3)。一乙胺(70%水溶液)直接进样。用色谱数据处理机或色谱工作站计算结果。

5.8.6 结果计算

5.8.6.1 一乙胺(无水)中氨的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{c_s A}{A_s w_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A_s ——氨标准样品溶液中的氨峰面积;

A ——试样中的氨峰面积;

c_s ——氨标准样品溶液氨质量分数的准确数值,%;

w_B ——样品溶液 A(5.4.3.3)的一乙胺质量分数。

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 0.02%。

5.8.6.2 一乙胺(70%水溶液)中氨的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{c_s A}{A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A_s ——氨标准样品溶液中的氨峰面积;

A ——试料中的氨峰面积;

c_s ——氨标准样品溶液氨质量分数的准确数值,%。

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 0.02%。

5.9 一乙胺(无水)水含量的测定

5.9.1 方法提要

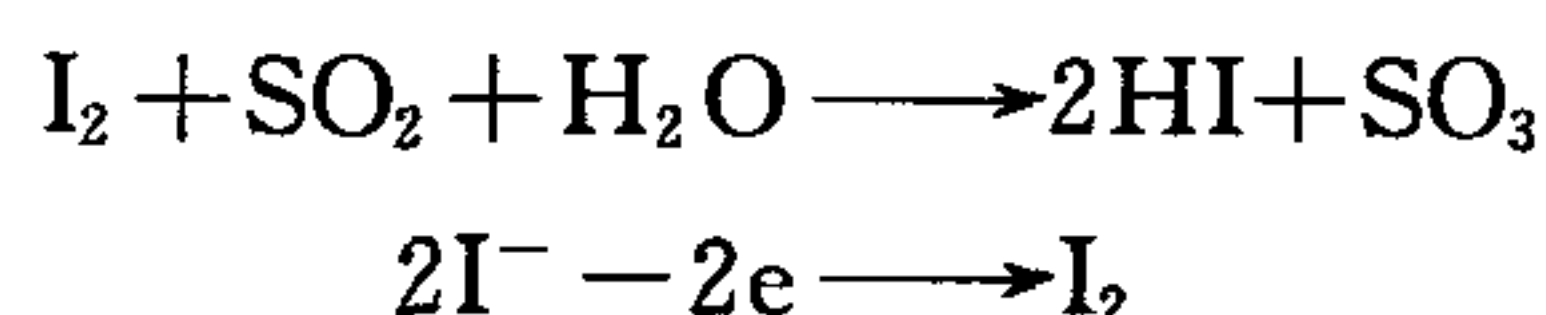
用卡尔·费休库仑法或卡尔·费休直接电量法测定一乙胺(无水)样品的正丙醇溶液中水的质量分数,减去正丙醇试剂中水的质量分数,计算得到一乙胺(无水)样品中水的质量分数。

5.9.2 一乙胺正丙醇溶液中水含量的测定

5.9.2.1 卡尔·费休库仑法(仲裁法)

5.9.2.1.1 方法提要

一乙胺正丙醇溶液中的水分与电解液中的碘和二氧化硫发生定量反应,反应式为:



参加反应的碘分子数等于水的分子数,而电解生成的碘与所消耗的电量成正比,依据法拉第定律,用测量消耗的电量得出一乙胺正丙醇溶液水的量。

5.9.2.1.2 试剂

电解液:卡尔·费休试剂或与卡尔·费休库仑法水分测定仪配套使用的电解液(市售试剂)。

5.9.2.1.3 仪器

5.9.2.1.3.1 卡尔·费休库仑法微量水分测定仪:配有电解电极和检测电极等。示值误差:10 μg ~1 000 μg 水,不大于 $\pm 3 \mu\text{g}$;大于1 000 μg 水,不大于 $\pm 0.3\%$ 。其他能满足分析要求的库仑法微量水分测定仪也可使用。

5.9.2.1.3.2 微量进样器:适宜容量的进样器。

5.9.2.1.4 操作步骤

加入电解液,按仪器说明书调节水分测定仪至工作状态后,按仪器说明书要求进行标定。

用注射器称取 50 μL 5.4.3.5 样品溶液 B,精确至 0.000 2 g,注入水分测定仪,待反应完毕后在显示屏上读取水的质量数值。

5.9.2.1.5 结果计算

一乙胺正丙醇溶液水的质量分数 w_6 ,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_6 = \frac{m_2}{m_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_2 ——读取的水的质量的数值,单位为微克(μg);

m_1 ——一乙胺正丙醇溶液试料质量的数值,单位为克(g)。

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 0.02%。

5.9.2.2 卡尔·费休直接电量法

按 GB/T 6283—2008 规定的直接电量法进行。

用注射器称取 1.5 g~3 g 样品溶液 B(5.4.3.5)为一乙胺正丙醇溶液试料 m_1 ,精确至 0.001 g,进行分析得到一乙胺正丙醇溶液水的质量分数为 w_6 。

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 0.02%。

5.9.3 一乙胺(无水)水含量的计算

一乙胺(无水)水的质量分数 w_7 ,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 w_6 - m_1 (1 - w_C) w_A}{m_1 w_C} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——一乙胺正丙醇溶液试料质量的数值,单位为克(g);

w_6 ——5.9.2 或 5.9.3 中测得的一乙胺正丙醇溶液水的质量分数,%;

w_A ——正丙醇(5.4.1)中水的质量分数,%;

w_C ——样品溶液 B(5.4.3.5)的一乙胺质量分数,%。

5.10 色度的测定

按 GB/T 3143—1982 的规定进行。一乙胺(无水)试料为样品溶液 A(5.4.3.3)。

6 检验规则

6.1 本标准采用出厂检验。第 4 章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 工业用一乙胺应由生产厂的质量检验部门进行检验。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。

6.3 工业用一乙胺产品以同等质量的均匀产品为一批。一乙胺桶装或钢瓶包装产品以不大于 100 t 为一批,或以一贮槽、一槽罐的产品量为一批。

6.4 工业用一乙胺(70%水溶液)按 GB/T 6678—2003 的规定确定采样单元数,按 GB/T 6680—2003 的规定进行采样。一乙胺(无水)采样单元数 100 瓶以上按总数的 2% 取样;(30~100)瓶不少于 2 瓶取样;30 瓶以下不少于 1 瓶取样。所采一乙胺(无水)钢瓶供 5.4 制备样品。采样的总量应保证检验的需要。

6.5 将所采样品分装于两个清洁、干燥的带内塞的试剂瓶中。瓶上粘贴标签,注明产品名称、生产日期、批号、等级、采样日期和采样人姓名。一瓶供质量检验用,另一瓶密封保存三个月,以备查验。一乙胺(无水)以 5.4 制得的样品水溶液保存。

6.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有任何一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍数量的采样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,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

工业用一乙胺包装容器应有牢固、清晰的标志,其内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、型号、商标、本标准编号、工业产品生产许可证编号、生产日期、批号和净含量。一乙胺(70%水溶液)还应有符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志。

7.2 包装

工业用一乙胺(70%水溶液)用闭口钢桶、槽车、罐车包装;工业用一乙胺(无水)用液化气钢瓶包装;或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

7.3 运输

工业用一乙胺在装卸、运输时应避免静电火花产生,搬运时不可与皮肤接触。

7.4 贮存

工业用一乙胺应贮存在清洁、阴凉、干燥、远离火源的库房内,防止日晒、雨淋。

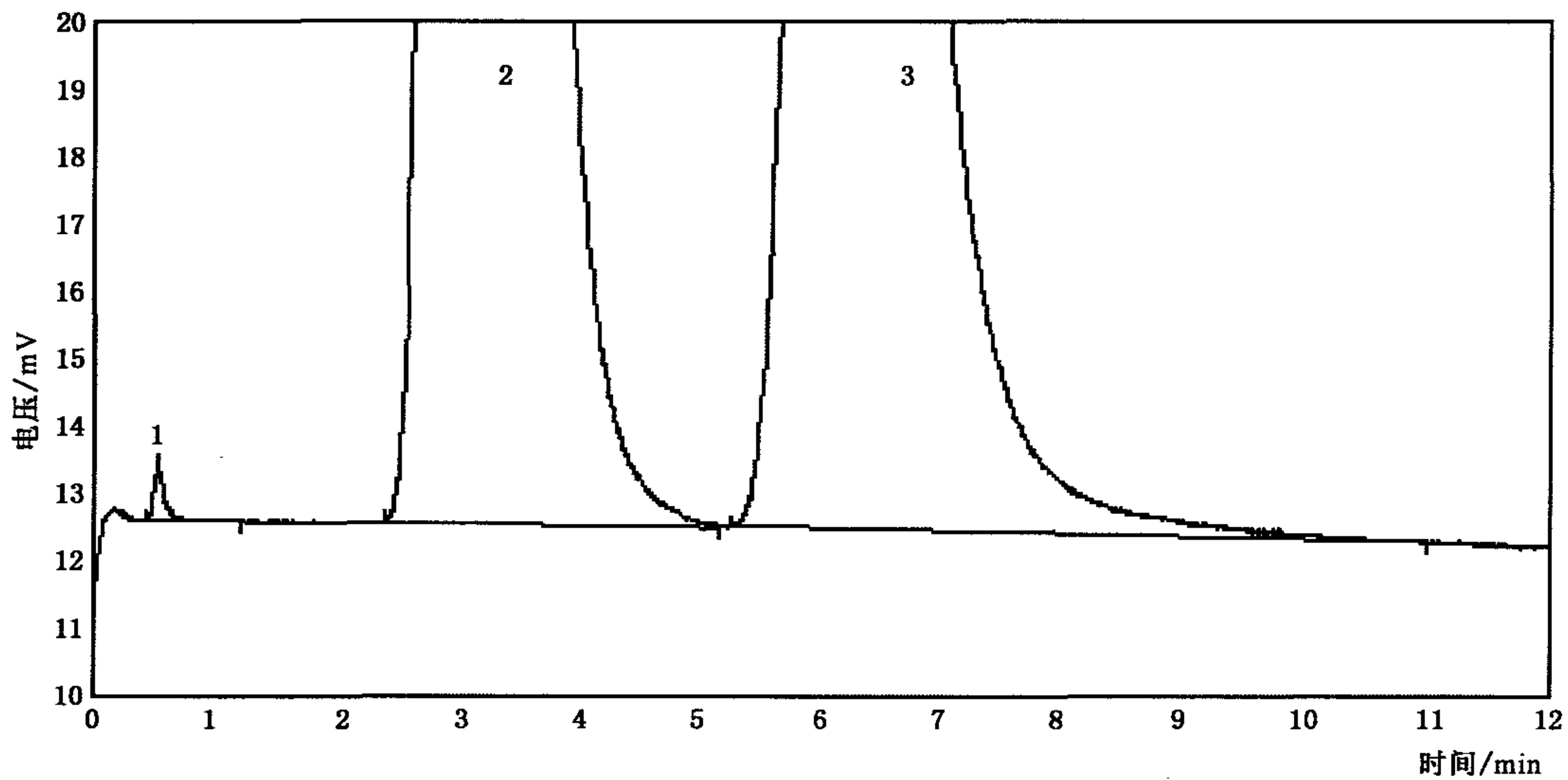
8 安全

工业用一乙胺遇明火、高温可燃烧或发生爆炸,与强酸、强氧化剂激烈反应有着火和爆炸的危险,产生有毒的氮氧化物气体。接触或使用工业用一乙胺时,应配戴必要的防护用品。当皮肤接触时用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤 15 min 以上;眼睛接触时,用流动清水或生理盐水冲洗,就医。

附录 A
(规范性附录)

氨含量的测定典型色谱图及相对保留值

A.1 图 A.1 给出了氨含量测定典型色谱图。



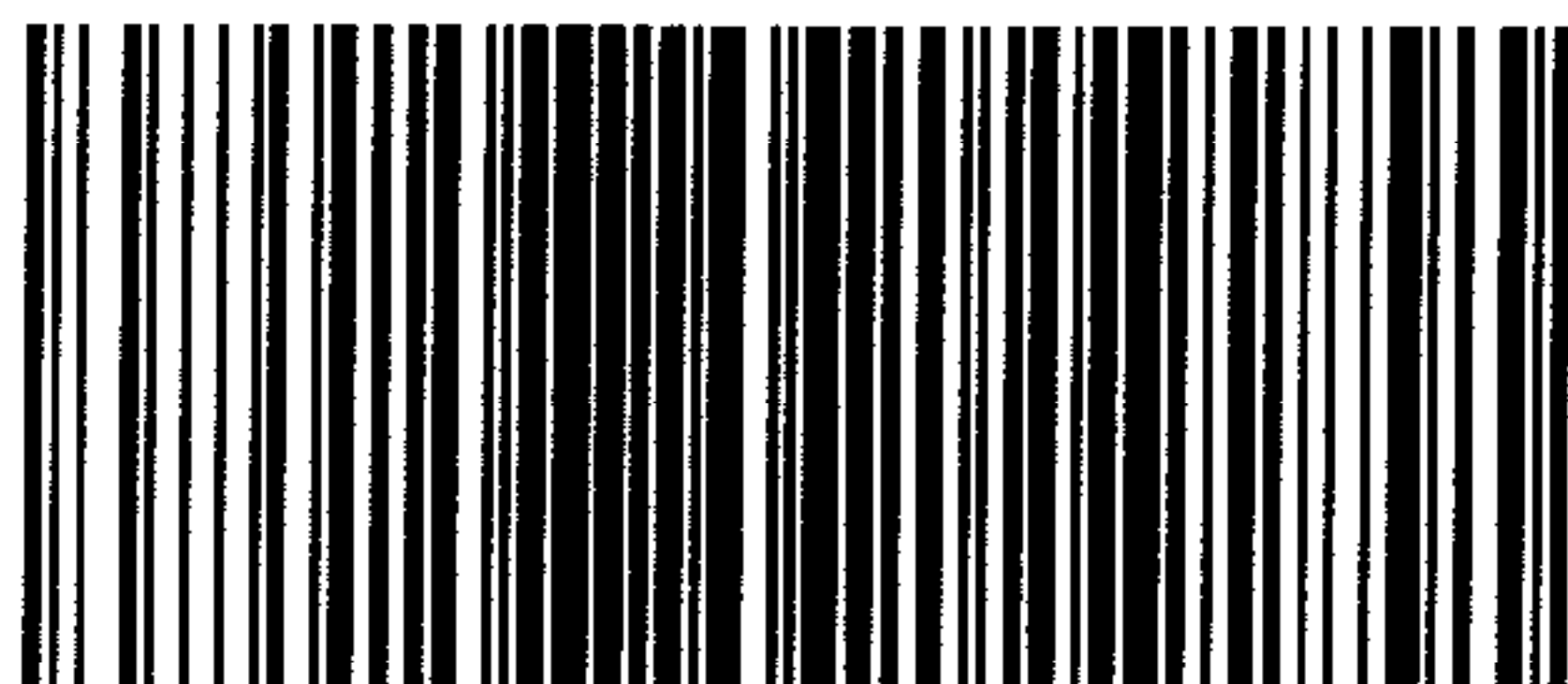
- 1——氨；
- 2——水；
- 3——一乙胺。

图 A.1 氨含量测定典型色谱图

A.2 表 A.1 给出了相对保留值。

表 A.1 相对保留值

峰名	保留时间/min	相对保留值
氨	0.53	1
水	3.0	5.7
一乙胺	6.2	11.7



GB/T 23962-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38639