



中华人民共和国国家标准

GB/T 27564—2011

工业用三异丙醇胺

Triisopropanolamine for industrial use

2011-12-05 发布

2012-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 要求的规则起草。

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会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:南京红宝丽股份有限公司、抚顺佳化聚氨酯有限公司。

本标准主要起草人:张书、马智明、杭建荣、孟照平、李玉博。

工业用三异丙醇胺

1 范围

本标准规定了工业用三异丙醇胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以环氧丙烷与液氨反应经精馏制得工业用三异丙醇胺(含同分异构体)。

分子式: $C_9H_{21}O_3N$

化学式: $[CH_3CH(OH)CH_2]_3N$

相对分子质量: 191.27(按 2007 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 3723 工业用化工产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

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 6283—2008, ISO 760:1978, NEQ)

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 6680 液体化工产品采样通则

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

3.1 外观:三异丙醇胺固体产品为白色至棕色固体;水溶液产品为无色至淡黄色透明液体。

3.2 工业用三异丙醇胺应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	固体	90%水溶液	85%水溶液
三异丙醇胺 ^a , $w/\%$	≥ 98.0	90.0	85.0
水, $w/\%$	≤ 0.5	7.5~10.0	10.0~15.0
(一异丙醇胺+二异丙醇胺), $w/\%$	≤ 2.0	2.5	3.0

^a 当选择使用化学滴定法测定三异丙醇胺含量时,试验方法参见附录 A,并应在给出检测结果时注明“化学滴定法”。

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。

4.3 外观的测定

在具塞比色管中加入适量实验室样品,在日光或日光灯下目测。

4.4 三异丙醇胺含量和(一异丙醇胺+二异丙醇胺)含量的测定

4.4.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,用乙醇溶解的样品经汽化通过毛细管色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测。根据校正面积归一化法计算出组分的质量分数。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 无水乙醇;

4.4.2.2 氢气:体积分数不低于99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.4.2.3 氮气:体积分数不低于99.95%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.4.2.4 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合GB/T 9722中的有关规定。线性范围符合分析要求。

4.4.3.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.3.3 进样器:微量注射器,1 μ L。

4.4.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录B中图B.1和表B.1。其他能达到同等分离效果的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	固定相为 PEG-20M 的熔融石英毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	15 m \times 0.53 mm \times 1.0 μ m
柱温/ $^{\circ}$ C	100 $^{\circ}$ C (1 min), 20 $^{\circ}$ C/min, 200 $^{\circ}$ C (8 min)
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	300
检测器温度/ $^{\circ}$ C	300
载气(N ₂)流量/(mL/min)	12

表 2 (续)

空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	10 : 1
进样量/ μ L	0.2

4.4.5 分析步骤

启动气相色谱仪,按表 2 所列色谱操作条件调试仪器,稳定后准备进样分析。

取 25 mL 液体样品(固体样品预先在 80 °C 以下熔融成液体),用 25 mL 无水乙醇稀释并混合均匀,用进样器进样分析,用色谱数据处理机或色谱工作站进行数据处理。在峰处理时将溶剂乙醇峰扣除。

4.4.6 结果计算

各组分的质量分数 w_i ,数值以 % 表示,分别按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum(A_i \cdot f_i)} \times (100 - w_w) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_i ——被测组分 i 的峰面积,单位为平方毫米(mm^2);

f_i ——被测组分 i 的相对质量校正因子,未知物的相对质量校正因子以 1.00 计;

w_w ——按 4.5 测得的样品中水的质量分数, %。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。三异丙醇胺两次平行测定结果的绝对差值,为不大于其算术平均值的 0.3%;杂质两次平行测定结果的绝对差值见表 3。

表 3 杂质两次平行测定结果的绝对差值

项 目	固体	90%水溶液	85%水溶液
杂质两次平行测定结果的绝对差值为不大于其算术平均值的比例	30%	20%	20%

4.5 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报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个算术平均值的 5%。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中的外观及表 1 中的所有项目均为出厂检验项目,应逐批进行检验。

5.2 工业用三异丙醇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、生产日期或批号、净含量、产品质量检验结果或检验结论和本标准编号等。

5.3 工业用三异丙醇胺以一釜为一批。

5.4 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679 和 GB/T 6680 的规定进行。所采样品总量不得少于 1 L。将样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶供分析检验用,另一瓶保存六个月备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时,桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验,罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用三异丙醇胺产品包装容器上应涂有牢固的标志,其内容包括:生产厂名称、产品名称、本标准编号、商标、批号、净含量。

6.2 包装

工业用三异丙醇胺用清洁、干燥、牢固的镀锌铁桶,或内喷塑铁桶,或塑料桶,桶口应加密封圈。或采用供需双方商定并符合安全要求的包装。

6.3 运输

工业用三异丙醇胺在运输过程中应防漏、防火、防潮。

6.4 贮存

工业用三异丙醇胺应贮存在清洁、干燥、通风的场所,避免日晒雨淋。产品堆放高度不得超过两层。

7 安全

7.1 危险警告

三异丙醇胺是可燃液体,在火焰中释放出刺激性或有毒烟雾(或气体)。以粉末或颗粒形状与空气混合,可能发生粉尘爆炸,在空气中的爆炸极限为 0.8%~5.8%(体积分数)。水溶液是一种中强碱。与强氧化剂和强酸发生反应。该物质严重刺激眼睛,刺激皮肤和呼吸道。

7.2 安全措施

三异丙醇胺泄漏时应转移全部引燃源,将泄漏物清扫到容器中,如果适当,首先润湿防止扬尘。小心收集残余物,然后转移至安全场所。不要让该化学品进入环境。三异丙醇胺着火时,应用干粉、雾状水、泡沫、二氧化碳灭火。个人防护用具:适用于有害颗粒物的 P2 过滤呼吸器。

应避免三异丙醇胺与皮肤接触,如果接触,先用大量水冲洗皮肤或淋浴;如果溅到眼睛里,应先用大量清水冲洗几分钟,立即给予医疗护理;如吸入,应到新鲜空气处休息,半直立位,给予医疗处理;如食入,应漱口,不要催吐,饮用适量水,给予医疗处理。

附 录 A
(资料性附录)

三异丙醇胺含量和(一异丙醇胺+二异丙醇胺)含量的测定(化学滴定法)

A.1 方法提要

在甲醇介质中,试样中的一异丙醇胺和二异丙醇胺与乙酸酐反应生成酰胺,三异丙醇胺在甲醇介质中不发生乙酰化反应,用盐酸-乙醇标准滴定溶液进行非水滴定,计算得三异丙醇胺含量。(一异丙醇胺+二异丙醇胺)含量由 100 减去三异丙醇胺含量和水分计算得到。

注:建立本方法时试验结果显示使用本方法测定三异丙醇胺含量与气相色谱法存在一定程度的正偏差。

A.2 试剂

A.2.1 无水甲醇。

A.2.2 乙酸酐。

A.2.3 盐酸-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$,用无水乙醇做介质,配制、标定同水溶液。使用前标定。

A.2.4 氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$,用无水乙醇做介质,配制、标定同水溶液。

A.2.5 甲基橙-二甲苯氰 FF 混合指示液:溶解 0.15 g 甲基橙和 0.08 g 二甲苯氰 FF 于 100 mL 水中。

A.3 三异丙醇胺含量测定

A.3.1 分析步骤

量取 50 mL 无水甲醇于 250 mL 碘量瓶中,加入 2~3 滴甲基橙-二甲苯氰 FF 混合指示液,用盐酸-乙醇标准滴定溶液或氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液调节至琥珀色。称取(1~1.5)g 样品,精确至 0.000 2 g,置于碘量瓶中,加入 10 mL 乙酸酐,盖上瓶盖,放置 30 min,用盐酸-乙醇标准滴定溶液滴定至琥珀色为终点。

A.3.2 结果计算

三异丙醇胺的质量分数 w ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——滴定消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液(A.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸-乙醇标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——三异丙醇胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=191.3$)。

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 0.3%。

A.4 (一异丙醇胺+二异丙醇胺)含量计算

(一异丙醇胺+二异丙醇胺)质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按式(A.2)计算:

$$w_1 = 100 - w - w_{\text{水}} \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

w ——按 A.3 测得的三异丙醇胺的质量分数, %;

$w_{\text{水}}$ ——按 4.5 测得的样品中水的质量分数, %。

A.5 允许差

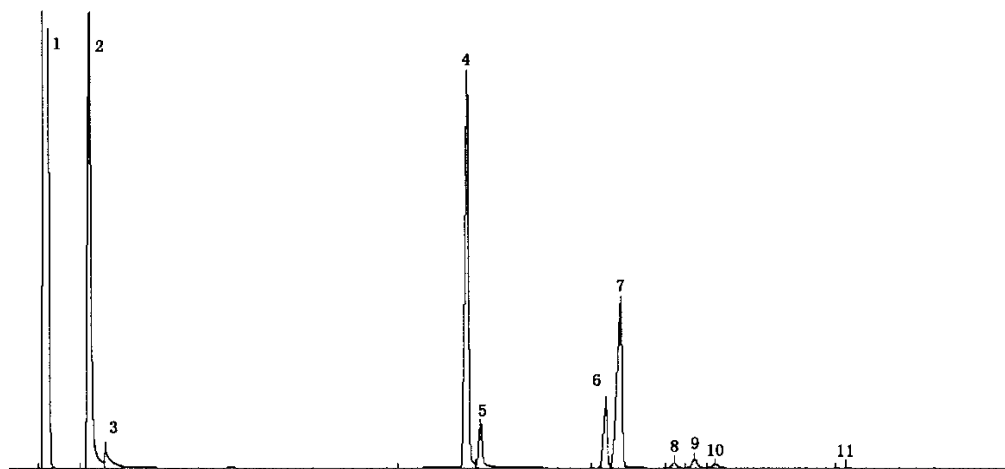
取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。

附录 B
(规范性附录)

三异丙醇胺含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

B.1 三异丙醇胺含量测定的典型色谱图

三异丙醇胺含量测定的典型色谱图见图 B.1。



- 1——乙醇(溶剂);
 2,3——一异丙醇胺(含同分异构体);
 4,5——二异丙醇胺(含同分异构体);
 6,7,8,9,10——三异丙醇胺(含同分异构体);
 11——未知物。

图 B.1 三异丙醇胺含量测定的典型色谱图

B.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 B.1。

表 B.1 各组分相对保留值

序号	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.058
2	一异丙醇胺	0.133
3	一异丙醇胺同分异构体	0.158
4	二异丙醇胺	0.749
5	二异丙醇胺同分异构体	0.770

表 B.1 (续)

序号	组分名称	相对保留值
6	三异丙醇胺同分异构体	0.974
7	三异丙醇胺	1.000
8	三异丙醇胺同分异构体	1.087
9	三异丙醇胺同分异构体	1.120
10	三异丙醇胺同分异构体	1.154
11	未知物	1.365
