

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(1999)

1999-06-16 发布

2000-06-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:3729—1999

HG/T 2973—1999

前 言

本标准是由化工行业标准 HG/T 2973—1988《工业二甲胺水溶液》修订而成。

本标准与 HG/T 2973—1988 的主要技术差异为:

杂质含量的测定方法增加了气相色谱第二方法,同时规定第一方法为仲裁法,两种方法的区别是选择不同的色谱担体和固定液。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2973—1988。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准主要起草单位:青海省黎明化工厂、浙江省江山化工总厂。

本标准主要起草人:王睦泉、金丽杰、祝道章。

本标准 1988 年首次发布为国家标准,1997 年调整为推荐性化工行业标准,并重新进行编号。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2973—1999

工业 40%二甲胺水溶液

代替 HG/T 2973—1988

Solutions of 40% dimethylamine for industrial use

1 范围

本标准规定了由二甲胺配制成的 40%水溶液的要求、采样、试验方法、标志、包装、运输和贮存等。本标准适用于由甲醇连续气相催化氯化法生产的二甲胺配制成的 40%水溶液。

分子式： $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$

相对分子质量：45.08(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—90 危险货物包装标志

GB/T 325—91 包装容器 钢桶

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

HG/T 2971—1999 工业甲胺水溶液试验方法

铁路危险货物运输管理规则 铁道部铁运(1995)104 号文

3 要求

3.1 外观:无色透明液体。

3.2 工业 40%二甲胺水溶液的质量应符合表 1 要求。

表 1 工业 40%二甲胺水溶液的质量要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
一甲胺(CH_3NH_2)	≤ 0.10	0.15	0.25
二甲胺[$(\text{CH}_3)_2\text{NH}$]	\geq	40.0	
三甲胺[$(\text{CH}_3)_3\text{N}$]	≤ 0.10	0.15	0.25
氨(NH_3)	≤ 0.01	0.08	0.12

4 采样

4.1 工业 40%二甲胺水溶液产品应由生产厂的质量检验部门采样。

4.2 产品以质量均匀的一批为一个批号进行采样。

4.3 采样方法:按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 有关规定进行。桶装采样单元数符合 GB/T 6678—86

国家石油和化学工业局 1999-06-16 批准

2000-06-01 实施

表 2 规定。槽车装时,可将每一槽车视为一批,按 GB/T 6680—86 中 2.3 采样,所采样品总量不得少于 500 mL。将所采样品等量装入两个清洁、干燥、密封良好的细口瓶中,瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样人姓名。一瓶作分析检验,一瓶保留两个月备查。

4.4 用户应按照本标准规定的要求、采样和试验方法,自收到产品 10 天内对产品进行验收。

4.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。如果检验结果中某项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

5 试验方法

5.1 二甲胺含量的测定

按 HG/T 2971—1999 进行测定,其中氨、一甲胺和三甲胺杂质含量按本标准 5.2 进行测定。

5.2 氨、一甲胺和三甲胺杂质含量的测定 气相色谱法

5.2.1 方法提要

采用气相色谱法测定甲胺水溶液杂质,用热导检测器检测,外标法定量。

5.2.2 方法一(仲裁法)

按 HG/T 2971—1999 中 3.2.3 进行测定。

5.2.3 方法二

5.2.3.1 试剂和材料

5.2.3.1.1 氢氧化钾溶液:50 g/L。

5.2.3.1.2 盐酸溶液:1+1。

5.2.3.1.3 甲醇。

5.2.3.1.4 聚乙二醇 600:色谱固定液。

5.2.3.1.5 氢氧化钾。

5.2.3.1.6 十六醇:色谱固定液。

5.2.3.1.7 201 红色担体:0.175~0.246 mm,相当于 80~60 目。

5.2.3.2 仪器、设备

5.2.3.2.1 气相色谱仪。

带热导检测器,恒温箱恒温精度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$,整机灵敏度大于或等于 $1\ 000\ \text{mV}\cdot\text{mL}/\text{mg}$ 。

5.2.3.2.2 色谱柱。

柱管:柱长 2 m,内径 2 mm 或 3 mm 的不锈钢柱,或由使用者选择能满足分离要求的柱长和内径。

固定相配比:201 红色担体:十六醇:聚乙二醇 600:氢氧化钾=10:1.2:0.5:0.1。

将 201 红色担体水洗除去灰分,用盐酸溶液浸泡 24 h,用水洗到中性,再用氢氧化钾溶液浸泡 24 h,用水洗到中性。将水滤干,置于高温炉内,在 450°C 烘 4~8 h,冷却至室温,装入磨口瓶备用。称取约 10 g 上述处理过的 201 红色担体,用 250 mL 烧杯称取约 1.2 g 十六醇、约 0.5 g 聚乙二醇 600、约 0.1 g 氢氧化钾,加入甲醇 40~50 mL,使之混合均匀,将担体倒入烧杯,迅速摇匀,使溶液淹没担体。将烧杯放置在 65°C 恒温水浴上,经常摇动烧杯,烘至松散干燥,在 75°C 烘箱中烘 4 h,取出放入硅胶干燥器中备用。

色谱柱的填充:色谱柱的出口端(连检测器一端)用少许玻璃棉及纱布堵塞后,抽真空,用小木槌轻轻敲打色谱柱,缓缓倒入固定相,直到固定相不能再装入,拆下色谱柱,在另一端也堵上玻璃棉。固定相的填充量,内径 2 mm 柱约为 2.2 g,内径 3 mm 柱约为 4.8 g。

色谱柱的老化:新制备好的色谱柱,在柱温 80°C 、流量约 $30\ \text{mL}/\text{min}$ 的载气(氮气)下老化至少 16 h。老化时柱末端应与检测器脱开。

5.2.3.2.3 色谱数据处理机或记录仪。

5.2.3.2.4 进样器:10 μL 微量注射器。

5.2.3.3 标准样

用称量法配制含有各杂质组分的甲胺水溶液标准样,其浓度接近于被测试样的浓度。

配制标准样所用的纯样要求为:一甲胺、二甲胺、三甲胺、氨水溶液样品在以下仪器操作条件下进样 2 μL 不出杂质峰。无纯样时可减杂质空白。

5.2.3.4 分析步骤

5.2.3.4.1 色谱仪的启动

启动色谱仪,进行必要的调节,使之在最佳的操作条件下稳定工作。

5.2.3.4.2 推荐的仪器操作条件

柱温:约 50 $^{\circ}\text{C}$ 或由使用者选择的适宜温度;

检测器温度:高于 120 $^{\circ}\text{C}$ 的适宜温度;

汽化室温度:高于 100 $^{\circ}\text{C}$ 的适宜温度;

热导桥流:180 mA 或由使用者选择的能满足测定要求的桥路电流值;

载气流速:以氢气为载气,流速约 60 mL/min 或由使用者选择满足分离要求的载气流速。

色谱仪稳定在以上工作条件后,将得到一条稳定的基线,即可进行测试工作。

5.2.3.4.3 外标校正

每次分析试样前或后,用标准样进行外标校正,配好的标样连续进样两次以上,测出各杂质的峰面积 A_E 或峰高 h_E ,或由色谱数据处理机确定各杂质峰的校正因子作为外标定量计算用。

5.2.3.4.4 测定

在与分析标准样完全相同的操作条件下,用微量注射器从进样口注入试样 2 μL (试样与标准样的注入量相同),进样次数在两次以上,测出各杂质峰的面积 A_i 或峰高 h_i ,作外标定量计算用。本方法的典型色谱图见附录 A (标准的附录)。

5.2.3.5 分析结果的计算

以质量百分数表示的杂质含量 (X_0 、 X_1 、 X_2 、 X_3) 分别按式(1)、式(2)、式(3)、式(4)计算或由色谱数据处理机直接得出各杂质的含量:

$$X_0 = E_0 \times \frac{A_0}{A_{E_0}} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_1 = E_1 \times \frac{A_1}{A_{E_1}} \dots\dots\dots (2)$$

$$X_2 = E_2 \times \frac{A_2}{A_{E_2}} \dots\dots\dots (3)$$

$$X_3 = E_3 \times \frac{A_3}{A_{E_3}} \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_0 、 X_1 、 X_2 、 X_3 ——试样中氨、一甲胺、二甲胺、三甲胺杂质的质量百分含量;

E_0 、 E_1 、 E_2 、 E_3 ——标准样中氨、一甲胺、二甲胺、三甲胺杂质的质量百分含量;

A_0 、 A_1 、 A_2 、 A_3 ——试样中氨、一甲胺、二甲胺、三甲胺杂质的峰面积;

A_{E_0} 、 A_{E_1} 、 A_{E_2} 、 A_{E_3} ——标定时两针或两针以上的标样中氨、一甲胺、二甲胺、三甲胺杂质的平均峰面积。

当采用峰高进行定量时,式(1)~式(4)用相应的峰高代替峰面积。

5.2.3.6 允许差

同 HG/T 2971—1999 中 3.2.5。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装容器应有明显标志,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、商标、生产日期或批号、净含量、本标准编号和符合 GB 190“易燃液体”及“有毒品”的标志。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、生产日期、等级、批号、净含量、本标

准编号。

- 6.3 产品可装于碳钢槽车或钢桶。槽车和钢桶必须清洁完好,包装钢桶应按 GB/T 325 验收。装桶后,桶盖应严密不泄漏。
- 6.4 二甲胺极易挥发,装有本产品的钢桶不得露天存放,应贮存在干燥、通风、远离火源及其他危险品的库房,避免高温曝晒。
- 6.5 运输本产品应按铁路危险货物运输管理规则及其他有关运输危险货物的规定执行。

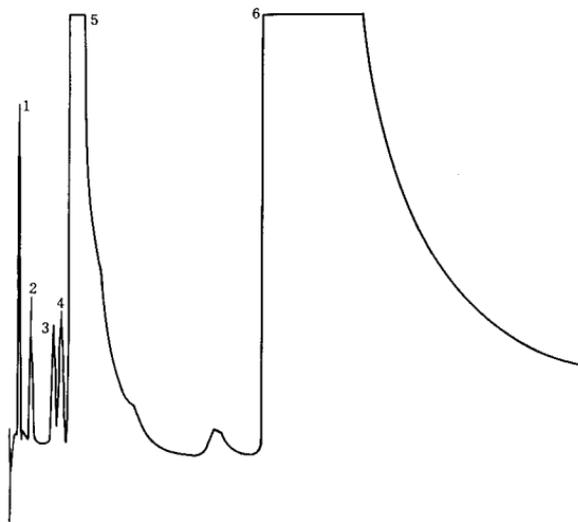
7 安全

- 7.1 本产品易燃,避免高温曝晒和与明火接触。
- 7.2 本产品有毒,有腐蚀性,使用时防止接触眼睛和皮肤。
- 7.3 本产品应与酸类化学品和强氧化剂化学品分开贮存。

附录 A
(标准的附录)
典型色谱图

A1 方法二测定二甲胺水溶液典型色谱图

二甲胺水溶液典型色谱图见图 A1。



1—空气;2—氮;3—三甲胺;4—一甲胺;5—二甲胺;6—水

图 A1 二甲胺水溶液典型色谱图

A2 色谱操作条件

柱温:50℃,汽化室温度=检测温度=130℃;

载气(H₂)流量:60 mL/min;

桥流:150 mA;

进样量:2 μL;

纸速:30 cm/h;

色谱柱:φ. d 3 mm×2 m 不锈钢柱;

担体:201 红色担体;

固定液:十六醇、聚乙二醇 600、氢氧化钾。