

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

ICS 71.080.30
备案号:10965—2002
HG/T 3268—2002

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3268—1989 《工业用三乙醇胺》修订而成。

本标准的 I 型产品等效采用美国军用标准(美军标)A-A-59231(1998)《工业用乙醇胺(一乙醇胺和三乙醇胺),技术规格》。

本标准 I 型产品与美军标 A-A-59231(1998)的主要技术差异为:

——本标准设密度项目,分析方法采用密度计法;美军标 A-A-59231(1998)设相对密度项目,分析方法采用密度计法或比重天平法。

——乙醇胺含量测定的色谱分析方法中未采用美军标的色谱柱种类、操作条件等。

本标准与 HG/T 3268—1989 的主要差异:

——调整了两种类型产品的指标, I 型产品三乙醇胺含量指标由大于等于 85%修改为大于等于 99.0%;水分指标由小于等于 0.5%修改为小于等于 0.20%;增加了密度、一乙醇胺含量及二乙醇胺含量项目。 II 型产品水分指标由小于等于 3%修改为由供需双方协商确定;增加了色度、一乙醇胺含量及二乙醇胺含量项目。

——对三乙醇胺含量、一乙醇胺含量和二乙醇胺含量的测定由气相色谱法取代了化学分析法。

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 3268—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位:抚顺北方化工有限责任公司。

本标准参加起草单位:上海高桥石油化工公司精细化工厂、吉联(吉林)石油化学有限公司。

本标准主要起草人:苏连仲、张龙、梁春波。

本标准于 1989 年 5 月首次发布。

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。

1 范围

本标准规定了工业用三乙醇胺的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以环氧乙烷与氨水反应制得的工业用三乙醇胺。I型产品主要用于医药中间体及日用化工行业等。II型产品主要用于金属加工、皮革加工、表面活性剂及水泥增强剂等。

分子式： $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$

相对分子质量：149.19(按1999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 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250—1989 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 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760:1978)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:透明、黏稠液体,无悬浮物。

3.2 工业用三乙醇胺应符合表1的要求。

表1 要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
三乙醇胺含量,%	≥ 99.0	75.0
一乙醇胺含量,%	≤ 0.50	由供需双方协商确定
二乙醇胺含量,%	≤ 0.50	由供需双方协商确定
水分,%	≤ 0.20	由供需双方协商确定
色度,Hazen单位(铂-钴色号)	≤ 50	80
密度 ρ_{20} , g/cm ³	1.122~1.127	—

4 试验方法

本标准中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.1 外观的测定

将试样注入清洁、干燥的 100 mL 具塞比色管中,目测。

4.2 三乙醇胺含量、一乙醇胺含量和二乙醇胺含量的测定

4.2.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样中各组分分离,用火焰离子化检测器检测,用校正面积归一化法定量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 异丙醇。

4.2.2.2 高纯氮气;纯度不低于 99.999%。

4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,能进行毛细管柱分析的任何型号的气相色谱仪。当试样中杂质的含量为 0.005% 时,该气相色谱仪产生的信噪比应大于 2。

4.2.3.2 色谱数据处理机或积分仪。

4.2.3.3 微量进样器:1 μ L。

4.2.3.4 色谱柱及色谱操作条件:本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件、相对保留时间及典型色谱图见附录 A(标准的附录)。能达到同等分离程度的色谱柱和操作条件均可使用。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样溶液的制备

将试样用约等体积的异丙醇稀释、摇匀,静置至无气泡。

4.2.4.2 试样的测定

按操作条件调整仪器,基线稳定后,进样,测量各组分的峰面积,采用校正面积归一化法计算。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的任意组分的含量 X_i 按式(1)计算:

$$X_i = \frac{A_i f_i}{\sum(A_i f_i)} \times (100 - X_w) \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_i ——组分 i 的峰面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

$\sum(A_i f_i)$ ——所有组分校正峰面积的总和;

X_w ——由 4.3 中测得的试样水分, %。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。对于三乙醇胺含量的两次平行测定结果之差不得大于 0.30%。

4.3 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测定结果。当水分小于 1% 时,两次平行测定结果之差不得大于 0.02%; 当水分为 1%~10% 时,两次平行测定结果的相对误差不得大于 5%; 当水分大于 10% 时,两次平行测定结果的相对误差不得大于 2%。

4.4 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.5 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 规定的方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.0005 g/cm^3 。

5 检验规则

- 5.1 本标准规定的所有项目均为型式检验项目。其中三乙醇胺含量、水分、色度、一乙醇胺含量及二乙醇胺含量为出厂检验项目。在正常情况下,一个月至少进行一次型式检验。
- 5.2 工业用三乙醇胺应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括产品名称、商标、生产日期或批号、型号、数量、检验结论、生产厂名称、厂址及本标准编号等。
- 5.3 使用单位可按本标准的规定,在到货 10 d 内对收到的工业用三乙醇胺产品进行验收。
- 5.4 桶装产品以同等质量的均匀产品为一批,每批不得大于 50 t。槽车装产品,以每槽车装产品为一批。
- 5.5 采样按 GB/T 6678—1986 中 6.6.1 及 GB/T 6680 的规定进行,总采样量不得少于 1 L,混合均匀后分装于两个干燥清洁的带磨口塞的玻璃瓶中,瓶上粘贴标签,注明产品名称、批号、采样日期、采样人姓名等。一瓶用于检验,另一瓶密封保留两个月备查。
- 5.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样复验,槽车装产品应重新多点采样检验,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。
- 5.7 供需双方对产品质量发生异议时,由双方协商解决或请仲裁单位按本标准进行仲裁。

6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 工业用三乙醇胺包装容器上应有牢固清晰的标志,其内容包括产品名称、商标、型号、批号、净含量、生产日期、本标准编号、生产厂名称、厂址以及 GB 191 规定的“怕雨”标志等。
- 6.2 工业用三乙醇胺采用钢桶或内有防护层的钢桶包装,每桶净含量 $(220 \pm 0.5) \text{ kg}$,或采用槽车包装,也可根据用户要求包装。包装容器应清洁、干燥。
- 6.3 工业用三乙醇胺在装卸及运输过程中,应轻拿轻放,注意防漏、防火、防潮。
- 6.4 工业用三乙醇胺应贮存在清洁、阴凉、干燥和通风的库房中。

附 录 A
(标准的附录)

三乙醇胺、一乙醇胺及二乙醇胺含量测定的色谱参数及典型色谱图

A1 色谱柱及色谱操作条件

推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 A1。

表 A1 色谱柱及色谱操作条件

色谱柱	聚乙二醇 20M 石英毛细管柱	
柱长	30 m	
柱内径	0.53 mm	
液膜厚度	1.0 μm	
检测器	火焰离子化检测器	
柱温	初始温度	120 $^{\circ}\text{C}$
	升温速率	15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
	最终温度	260 $^{\circ}\text{C}$
检测器温度	320 $^{\circ}\text{C}$	
进样口温度	300 $^{\circ}\text{C}$	
载气线速度	71 cm/s	
进样方式	不分流进样	
进样量	0.4 μL	

A2 相对保留时间

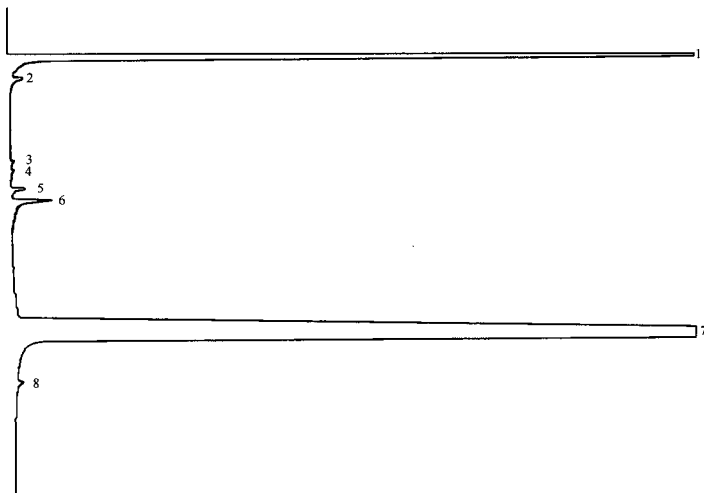
相对保留时间见表 A2。

表 A2 相对保留时间

峰 序	组分名称	相对保留时间
1	异丙醇	0.06
2	一乙醇胺	0.13
3	未知组分	0.41
4	未知组分	0.44
5	未知组分	0.50
6	二乙醇胺	0.54
7	三乙醇胺	1.00
8	未知组分	1.14

A3 典型色谱图

典型色谱图见图 A1。



1—异丙醇；2—乙醇胺；3—未知组分；4—未知组分；5—未知组分；
6—二乙醇胺；7—三乙醇胺；8—未知组分

图 A1 典型色谱图