



中华人民共和国国家标准

GB/T 23962—2023

代替 GB/T 23962—2009

工业用一乙胺

Ethylamine for industrial use

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 23962—2009《工业用一乙胺》，与 GB/T 23962—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了一乙胺(无水)和一乙胺(70%水溶液)两类产品的合格品指标，取消了产品等级(见 2009 年版的表 1)；
- 一乙胺(无水)产品中“一乙胺”由“ $\geq 99.5\%$ ”(优等品)更改为“ $\geq 99.7\%$ ”(见表 1, 2009 年版的表 1)；
- 更改了外观的测定方法(见 6.2, 2009 年版的 5.3)；
- 更改了一乙胺(无水)试验溶液的制备方法(见 6.3 和附录 A, 2009 年版的 5.4)；
- 更改了总碱度的测定方法(见 6.5.2, 2009 年版的 5.6.2)；
- 更改了氨含量测定的进样量和计算公式(见表 2 和 6.7.5, 2009 年版的表 2 和 5.8.6)；
- 更改了一乙胺(无水)中水分的测定方法(见 6.8, 2009 年版的 5.4 和 5.9)；
- “安全”部分内容调整为资料性附录(见附录 C, 2009 年版的第 8 章)。

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。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：浙江建业化工股份有限公司、浙江新化化工股份有限公司、山东省思威安全生产技术中心、山东昆达生物科技有限公司、矿冶科技集团有限公司、中石化(北京)化工研究院有限公司、德州市德化化工有限公司。

本文件主要起草人：方祖祥、李凤莲、李世慧、邱土生、周磊、程坤、黄煜、朱阳戈、王立静、于朋玲、赵玉美、吴桂叶、章鹏飞、乔亚娟、赵建标、郭希菊、常丽霞、李宏军、刘慧南。

本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

工业用一乙胺

警示——本文件并未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,并符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了工业用一乙胺的分类和命名、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本文件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。

注:一乙胺分子式为 C_2H_7N ,结构式为 $CH_3-CH_2-NH_2$,相对分子质量为 45.08(按 2022 年国际相对原子质量)。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- 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 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液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 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
- GB/T 23961 低碳脂肪胺含量的测定 气相色谱法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类和命名

工业用一乙胺按产品含水量分为一乙胺(无水)和一乙胺(70%水溶液)。

5 要求

5.1 外观:透明液体,无可见机械杂质。

5.2 工业用一乙胺应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项目	要求	
	一乙胺(无水)	一乙胺(70%水溶液)
一乙胺, $w/\%$	≥ 99.7	≥ 70.0
二乙胺, $w/\%$	≤ 0.15	≤ 0.10
三乙胺, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.05
乙醇, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.07
氨, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.07
水分, $w/\%$	≤ 0.1	—
色度(铂-钴色号)/Hazen 单位	≤ 15	≤ 15

6 试验方法

警示——本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防护措施。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法中所用的标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 制备。

6.2 外观的测定

取适量样品注入到 50 mL 具塞比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。其中一乙胺(无水)样品应注入到已冷却至 0 °C~4 °C 的具塞比色管中。

6.3 一乙胺(无水)试验溶液的制备

6.3.1 按 7.4 规定的采样原则及附录 A 规定的取样方法进行取样。

6.3.2 将装有一乙胺(无水)样品的取样钢瓶置于通风良好的通风橱内,打开取样钢瓶阀门,使样品缓慢通入盛有一定量的冷水(已知质量,冷至 10 °C 以下)的玻璃样品瓶中,关闭钢瓶阀门,再次称量玻璃样品瓶,以上称量均精确至 0.1 g,制备成质量分数约为 70% 的一乙胺水溶液。此溶液为一乙胺(无水)试验溶液,供 6.4、6.7 和 6.9 分析用。

注:冷水的质量一般不超过 80 g,为方便操作,以 50 g 为宜。

6.4 一乙胺(无水)中一乙胺、二乙胺、三乙胺和乙醇的测定

取适量试验溶液(6.3.2),按 GB/T 23961 的规定进行测定。

6.5 一乙胺(70%水溶液)中一乙胺的测定

6.5.1 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),按照 GB/T 23961 和 6.7 所规定的气相色谱法分别测得样品中二乙胺、三乙胺和氨的质量分数,用总碱度减去这些物质的质量分数得到样品中

的一乙胺的质量分数。

6.5.2 总碱度的测定

6.5.2.1 试剂

6.5.2.1.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

6.5.2.1.2 甲基红指示液： 2 g/L 。

6.5.2.2 仪器

6.5.2.2.1 滴定管： 50 mL ，最小分度值 0.1 mL 。

6.5.2.2.2 电子天平：最小分度值 0.0001 g 。

6.5.2.2.3 注射器： $2 \text{ mL} \sim 5 \text{ mL}$ 。

6.5.2.3 分析步骤

用注射器吸取约 1.2 mL 样品，擦干针头立即用硅橡胶垫堵住，然后称量，精确至 0.0001 g ；取下硅橡胶垫，立即插入盛有约 50 mL 水的锥形瓶中，缓慢注入样品。然后用硅橡胶垫堵住针头，再次称量，精确至 0.0001 g ，两次称量之差即为测定样品质量。在锥形瓶中加入甲基红指示液 $2 \text{ 滴} \sim 3 \text{ 滴}$ ，用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色即为终点。

6.5.2.4 结果计算

总碱度，以质量分数 w_1 计，按式(1)计算：

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

式中：

w_1 ——总碱度；

V ——样品消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值，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 ——一乙胺摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=45.08$)；

m ——样品质量的数值，单位为克(g)。

6.5.2.5 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% 。

6.5.3 一乙胺(70%水溶液)中一乙胺的计算

一乙胺的质量分数 w_2 ，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_2 ——一乙胺的质量分数，%；

w_1 ——6.5.2 测得的总碱度，%；

w_3 ——6.7 测得的氨的质量分数，%；

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

M_b ——氨摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.03$)；

w_4 ——6.6 测得的二乙胺的质量分数，%；

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

w_5 ——6.6 测得的三乙胺的质量分数,%;

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

6.6 一乙胺(70%水溶液)中二乙胺、三乙胺和乙醇的测定

按 GB/T 23961 的规定进行。

6.7 氨的测定

6.7.1 方法提要

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

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 氨水:已知质量分数。

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

6.7.3 仪器

6.7.3.1 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 中的有关规定,仪器的线性范围应满足定量要求。

6.7.3.2 色谱工作站。

6.7.3.3 进样器:微量注射器,5 μL 或 10 μL 。

6.7.4 色谱分析条件

本文件规定的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2,典型色谱图依据附录 B 中图 B.1,相对保留值依据附录 B 中表 B.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 氨的测定典型色谱操作条件

参数	操作条件
色谱柱(内径×长度)	不锈钢填充柱(3 mm×1.5 m)
载体(粒径)	苯乙烯-二乙烯苯共聚物(0.18 mm~0.25 mm)
固定液	四乙烯五胺+氢氧化钾
装填质量配比	苯乙烯-二乙烯苯共聚物:四乙烯五胺:氢氧化钾=90:9:1
汽化室温度/℃	200
检测器温度/℃	180
柱温/℃	90
载气(氢气)流量/(mL/min)	24
进样量/ μL	2

6.7.5 分析步骤

6.7.5.1 氨标准溶液的配制

称取 100 g 水于标样瓶中,取适量氨水加入其中,再次称量,以上称量均精确至 0.000 1 g,配制成与

样品中氨含量相近的氨标准溶液。氨标准溶液于 0℃~4℃ 保存,备用。

6.7.5.2 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,待基线稳定后,在同样条件下对氨标准溶液、一乙胺(无水)试验溶液(6.3.2)或一乙胺(70%水溶液)样品进行色谱分析,用色谱工作站记录氨的峰面积。

6.7.6 结果计算

6.7.6.1 一乙胺(无水)中氨的质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{Aw_s}{A_s w_a} \times \frac{\rho_s}{\rho} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_3 ——一乙胺(无水)中氨的质量分数;

A ——试验溶液中氨的峰面积;

w_s ——标准溶液中氨的质量分数, %;

A_s ——标准溶液中氨的峰面积;

w_a ——试验溶液中一乙胺的质量分数, %;

ρ_s ——标准溶液的密度,单位为克每毫升(g/mL);

ρ ——试验溶液的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

6.7.6.2 一乙胺(70%水溶液)中氨的质量分数 w_4 ,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{Aw_s}{A_s} \times \frac{\rho_s}{\rho} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_4 ——一乙胺(70%水溶液)中氨的质量分数, %;

A ——样品中氨的峰面积;

w_s ——标准溶液中氨的质量分数, %;

A_s ——标准溶液中氨的峰面积;

ρ_s ——标准溶液的密度,单位为克每毫升(g/mL);

ρ ——样品的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

6.7.7 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其算术平均值的 20%。

6.8 一乙胺(无水)中水分的测定

6.8.1 卡尔·费休库仑法(仲裁法)

6.8.1.1 准备

调节仪器至工作状态。根据电解液滴定需要,可预先加入适量苯甲酸或水杨酸调节,使电解液 pH 为 5~7。加入苯甲酸或水杨酸后应进行预滴定,以消除试剂空白。

6.8.1.2 测定

从取样钢瓶中放出一定量样品于配有橡胶塞的干燥洁净的耐压玻璃瓶中,立即用已冷却至 0℃~

4 °C 的微量注射器从耐压玻璃中抽取 50 μL ~300 μL 样品,立即用硅橡胶垫堵住,快速称量(精确至 0.000 1 g)后,按 GB/T 6324.8 的规定进行。

6.8.2 卡尔·费休直接电量法

6.8.2.1 准备

调节仪器至工作状态。根据电解液滴定需要,可预先加入适量苯甲酸或水杨酸调节,使电解液 pH 为 5~7。加入苯甲酸或水杨酸后应进行预滴定,以消除试剂空白。

6.8.2.2 测定

从取样钢瓶中放出一定量样品于配有橡胶塞的干燥洁净的耐压玻璃瓶中,立即用已冷却至 0 °C~4 °C 的注射器从耐压玻璃中抽取 1.5 mL~3 mL 样品,立即用硅橡胶垫堵住,快速称量(精确至 0.000 1 g)后,按 GB/T 6283 规定的直接电量法进行。

6.8.3 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其算术平均值 20%。

6.9 色度(铂-钴色号)的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

7 检验规则

7.1 第 5 章规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 工业用一乙胺以同等质量的均匀产品为一批。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。

7.3 工业用一乙胺(70%水溶液)的采样按 GB/T 6680 的规定进行,桶装产品按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。所采样品量不少于 1 000 mL,平均分为两份,分装于两个清洁、干燥的带内塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签,注明产品名称、生产日期、批号、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 3 个月,以备查验。

7.4 工业用一乙胺(无水)采样单元数 100 瓶以上取样按总数 3%;30 瓶~100 瓶取样不少于 3 瓶;30 瓶以下取样不少于 2 瓶。采样量应能满足检验需要。

7.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 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文件要求时,应重新加倍采样进行检验。重新检验的结果只要有一项指标不符合要求,则整批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 工业用一乙胺包装容器应有牢固、清晰的标志,其内容至少包括:

- a) 产品名称,
- b) 生产厂名称、厂址,
- c) 生产日期,

- d) 批号,
- e) 规格型号,
- f) 净含量,
- g) 本文件编号,
- h) 符合 GB 190 规定的“易燃液体”标志。

注：本产品安全信息的提示见附录 C。

8.1.2 每批出厂的产品都应附有质量合格证明书,其内容至少包括:

- a) 生产厂名称,
- b) 产品名称,
- c) 规格型号,
- d) 批号,
- e) 生产日期,
- f) 产品检验结果或检验结论,
- g) 本文件编号。

8.2 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)用钢瓶包装;或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

8.3 运输

工业用一乙胺在装卸、运输时不应产生静电火花,搬运时不应与皮肤接触。

8.4 贮存

工业用一乙胺应贮存在阴凉、干燥处,防止日晒、雨淋,远离火种、热源、氧化性物质和酸性物质。

附录 A
(规范性)
一乙胺(无水)的取样方法

A.1 取样装置

A.1.1 取样钢瓶:双阀型钢瓶,体积 500 mL,工作压力大于 3.0 MPa,示意图见图 A.1。

A.1.2 不锈钢管:内径 6 mm。

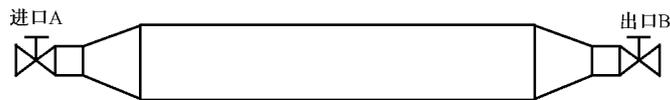


图 A.1 取样钢瓶示意图

A.2 操作步骤

将取样钢瓶进口 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,依次打开取样钢瓶出口 B 和进口 A 阀门、一乙胺钢瓶出口阀门,取样量约为取样钢瓶容积 2/3 时,依次关闭一乙胺钢瓶出口阀门、取样钢瓶进口 A 和出口 B 阀门。卸下取样钢瓶并冷却至 10 °C 以下。

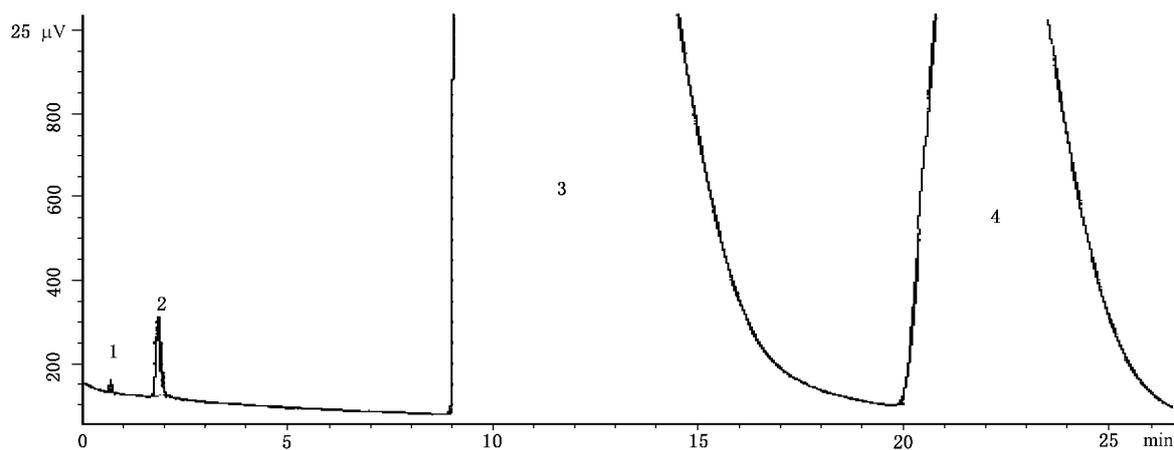
附录 B

(规范性)

氨的测定典型色谱图及相对保留值

B.1 氨的测定典型色谱图

氨的测定典型色谱图依据图 B.1。



标引序号说明：

- 1——空气；
2——氨；
3——一乙胺；
4——水。

图 B.1 氨的测定典型色谱图

B.2 氨的测定相对保留值

氨的测定相对保留值依据表 B.1。

表 B.1 氨的测定相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	空气	0.4
2	氨	1.0
3	一乙胺	4.6
4	水	12.1

附 录 C
(资料性)
安全

C.1 危险性警告

C.1.1 工业用一乙胺为无色极易挥发的液体,有氨的气味,呈碱性。

C.1.2 蒸气能与空气形成爆炸性混合物。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。

C.1.3 蒸气对眼睛、皮肤和呼吸道黏膜有刺激作用,经呼吸道进入体内,有咽喉刺痛、咳嗽、呼吸急促、呼吸困难等症。

C.2 急救措施

C.2.1 皮肤接触:立即脱去被污染的衣着,用肥皂水和大量流动清水冲洗 15 min 以上。就医。

C.2.2 眼睛接触:立即提起眼睑,用大量流动清水或生理盐水冲洗 15 min 以上。就医。

C.2.3 吸入:迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道通畅。如呼吸困难,给予输氧治疗。如呼吸停止,立即进行人工呼吸。就医。

C.2.4 食入:用水漱口,饮牛奶或蛋清。就医。
