ICS 71.080.30
G 17

中华人民共和国国家标准

GB/T 36761—2018

工业用乙二胺

Ethylenediamine for industrial use

2018-09-17 发布　　2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
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 给出的规则起草。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:山东联盟化工股份有限公司、扬子石化-巴斯夫有限责任公司、阿克苏诺贝尔化学品(宁波)有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:刘志臣、张春江、钱桂芳、张正林、黄煜、伦兴宗、陈爱明、梁建荣、马秀英、吴新源、郑宏君、朱晓、姜亦雷、黄家和、李程莉、李吉昌、朱云玲、胡华伟。

工 业 用 乙 二 胺

警示——本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

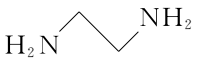
1 范围

本标准规定了工业用乙二胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业用乙二胺。

分子式：$C_2H_8N_2$

结构式：



相对分子质量：60.1（按 2016 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 190 危险货物包装标志

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

3 要求

3.1 外观：无色至浅黄色黏稠液体。

3.2 工业用乙二胺应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指标	
	优等品	合格品
乙二胺，w/%	≥99.5	≥99.0
水分，w/%	≤0.5	≤0.5
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤20	≤30

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 外观的测定

取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 乙二胺含量的测定

4.3.1 方法一：面积归一化法（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰检测器检测，采用面积归一化法定量。

4.3.1.2 试剂和材料

4.3.1.2.1 氢气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.1.2.2 氮气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.1.2.3 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.1.2.4 甲醇：色谱纯。

4.3.1.3 仪器和设备

4.3.1.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及氢火焰检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定，该气相色谱仪应具有足够的线性范围，能满足色谱分离要求。

4.3.1.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.1.3.3 进样器：自动进样器或微量注射器。

4.3.1.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。典型色谱图和各组分的保留时间见附录 A。其他能达到同等分离效果，即任意两相邻峰分离度均不小于 1.5 的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件（面积归一化法）

色谱柱	5%苯基，95%二甲基聚硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	25 m×0.15 mm×2.0 μm
柱温/℃	初始温度 65 ℃，保持 5 min；一段升温速率 20 ℃/min，一段终温 135 ℃，保持 0 min；二段升温速率 40 ℃/min，二段终温 240 ℃，保持 10 min
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	275

表 2（续）

色谱柱	5%苯基,95%二甲基聚硅氧烷
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	30
载气(N_2)柱流量/(mL/min)	1.0
分流比	20∶1
进样量/μL	0.2

4.3.1.5 分析步骤

将样品与甲醇以 1∶4 的比例混合均匀,待测。按表 2 色谱操作条件或其他合适的条件进行调节,待仪器稳定后进行测定。用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积计算结果。

注：在某些色谱分析条件下,可能不需要对样品进行稀释。

4.3.1.6 结果计算

乙二胺的质量分数 w,以%表示,按式(1)计算：

$$w=\frac{A}{\sum A_i}\times(100\%-w') \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

A ——乙二胺的峰面积；

$\sum A_i$ ——除甲醇外的其他各组分峰面积的总和；

w' ——根据 4.4.1 测得的水的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10%。

4.3.2 方法二：内标法

4.3.2.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样汽化后通过色谱柱,使各组分得到分离,用热导测器检测,采用内标法定量。

4.3.2.2 试剂和材料

4.3.2.2.1 氦气：体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.2.2.2 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.2.2.3 内标物：本标准采用的内标物是 1,3-二乙胺基-1-丙胺，质量分数大于或等于 99%。

4.3.2.2.4 标准品：甲基乙二胺、乙基乙二胺、哌嗪。

4.3.2.2.5 乙二胺：质量分数大于或等于 99.7%,在测试条件下预先进行色谱分析,确保无有机杂质的干扰峰。若有干扰测定的有机杂质,用面积归一法确定干扰物的含量,在计算校正因子时予以校正。

4.3.2.3 仪器和设备

4.3.2.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及热导检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定,该气相色谱仪应具有足够的线性范围,能满足色谱分离要求。

4.3.2.3.2 色谱工作站。

4.3.2.3.3 进样器：自动进样器或微量注射器。

4.3.2.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表3。典型色谱图和各组分的保留时间见附录B。其他能达到同等分离效果，即任意两相邻峰分离度均不小于1.5的色谱柱及操作条件均可使用。

表3 色谱柱及典型操作条件(内标法)

色谱柱	100% 二甲基聚硅氧烷
柱长/柱内径/液膜厚度	30 m×0.53 mm×2.65 μm
柱温/℃	初始温度110 ℃，保持5 min；一段升温速率10 ℃/min， 一段终温220 ℃，保持4 min
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250
载气(He)柱流量/(mL/min)	3.0
分流比	12∶1
进样量/μL	1.0

4.3.2.5 分析步骤

4.3.2.5.1 校正因子的测定

称取0.42 g的内标物、适当量的标准品于100 mL的容量瓶中，用乙二胺稀释至刻度，此标准溶液的质量记为$m_{标}$，以上称量精确至0.1 mg。根据表3或其他适当的操作条件调试仪器参数，在仪器稳定运行后进样，记录各组分的峰面积，按4.3.2.6.1计算校正因子f_i。

各杂质组分i的相对校正因子f_i，按式(2)计算：

$$f_i = \frac{A_0}{A_i} \times \frac{m_i}{m_0} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

A_0——内标物的峰面积；

A_i——杂质组分i的峰面积；

m_i——杂质组分i的质量，其中水的质量是按4.4.1或4.4.2测定的标准溶液(4.3.2.5.1)中的水分乘以$m_{标}$代入，单位为克(g)；

m_0——内标物的质量，单位为克(g)。

4.3.2.5.2 样品的测定

称取5.0 g样品于15 mL样品瓶中，加入0.021 g(25 μL)内标物，混合均匀，样品溶液的质量记为$m_{样}$，以上称量精确至0.1 mg。在与测定校正因子相同的条件下进行样品分析，计算各组分的含量。

4.3.2.6 结果计算

4.3.2.6.1 组分i的含量w_i，以%表示，按式(3)计算：

$$w_i = f_i \times \frac{A_i \times m_s}{A_s \times m_{样}} \times 100\% \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

f_i ——杂质组分 i 的相对校正因子；

A_i ——样品的测定中组分 i 对应的峰面积；

m_s ——内标物的质量，单位为克(g)；

A_s ——样品的测定中内标物的峰面积；

$m_{样}$——样品溶液的质量，单位为克(g)。

4.3.2.6.2 乙二胺的质量分数 w，以%表示，按式(4)计算：

$$w = 100\% - \sum w_i \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w_i——乙二胺中各杂质组分(甲基乙二胺、乙基乙二胺、哌嗪、水等)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，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.10%。

4.4 水分的测定

4.4.1 微库仑法(仲裁法)

称取约10 μL样品，精确至0.000 1 g，按GB/T 6324.8的规定执行。结果不稳时，可加入2 mL冰乙酸。

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0.05%。

4.4.2 卡尔·费休滴定法

样品量应在0.3 g～0.5 g，精确至0.000 1 g，卡尔费休溶剂15 mL，再加入冰乙酸5 mL或适量水杨酸，必要时在0 ℃下滴定，其余按GB/T 6283的“直接滴定法”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，两次平行测定结果之差不得大于0.05%。

4.4.3 气相色谱法

按照4.3.2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，两次平行测定结果之差不得大于0.05%。

4.5 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行。

5 检验规则

5.1 第3章的全部项目均为出厂检验项目。

5.2 原材料、生产工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批次为一批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过24 h。

5.3 按GB/T 6678、GB/T 6680中的规定确定采样单元数和采样方法。所采试样总量不得少于250 mL。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的试剂瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果中如有指标不符合本标准要求时，则应重新双倍采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品应做降等或不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用乙二胺包装容器上应有清晰、明显、牢固的标识，其内容包括：

a) 生产厂名称、厂址；

b) 产品名称；

c) 生产日期或批号；

d) 净含量；

e) 本标准编号；

f) 符合 GB 190 规定的危险特性标志[1)]。

6.1.2 每批出厂的工业用乙二胺都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

a) 生产厂名称；

b) 产品名称；

c) 批号或生产日期；

d) 产品质量检验结果或检验结论；

e) 本标准编号。

6.2 包装

采用槽车和桶装，也可根据用户要求采取其他包装方式。

6.3 运输

应采用专用运输工具运输，运输过程中应远离热源及猛烈撞击。

6.4 贮存

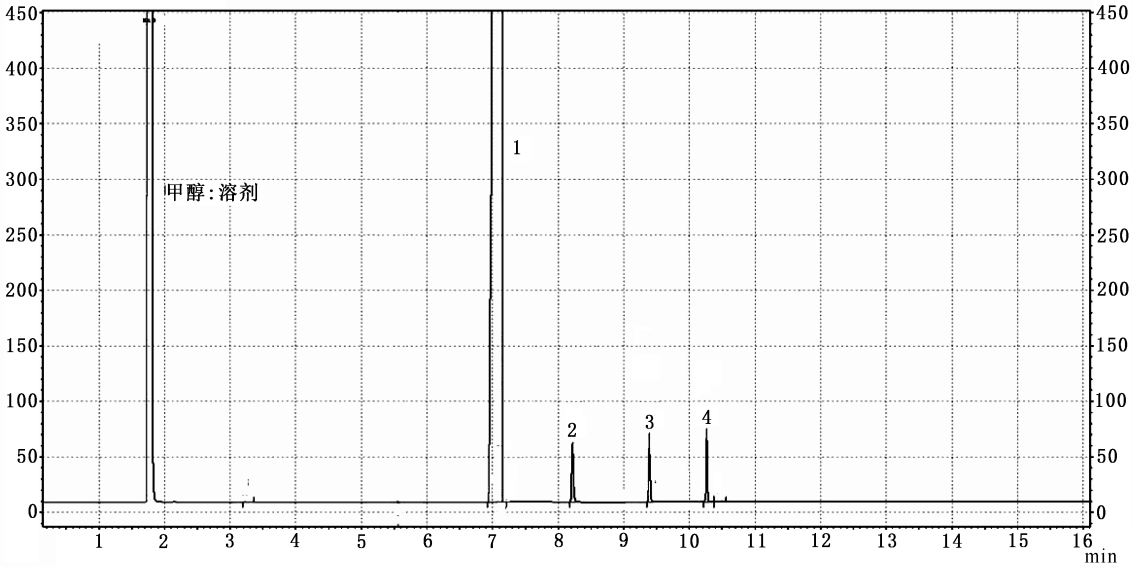
工业用乙二胺应严格密封，存于干燥、通风、阴凉的场所，并避免与酸性或碱性物质存放在一起。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 C。

附 录 A
（规范性附录）
工业用乙二胺含量测定（面积归一化法）的典型色谱图和各组分的相对保留值

A.1 工业用乙二胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：
1——乙二胺；
2——甲基乙二胺；
3——乙基乙二胺；
4——哌嗪。

图 A.1 工业用乙二胺含量测定的典型色谱图（面积归一化法）

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

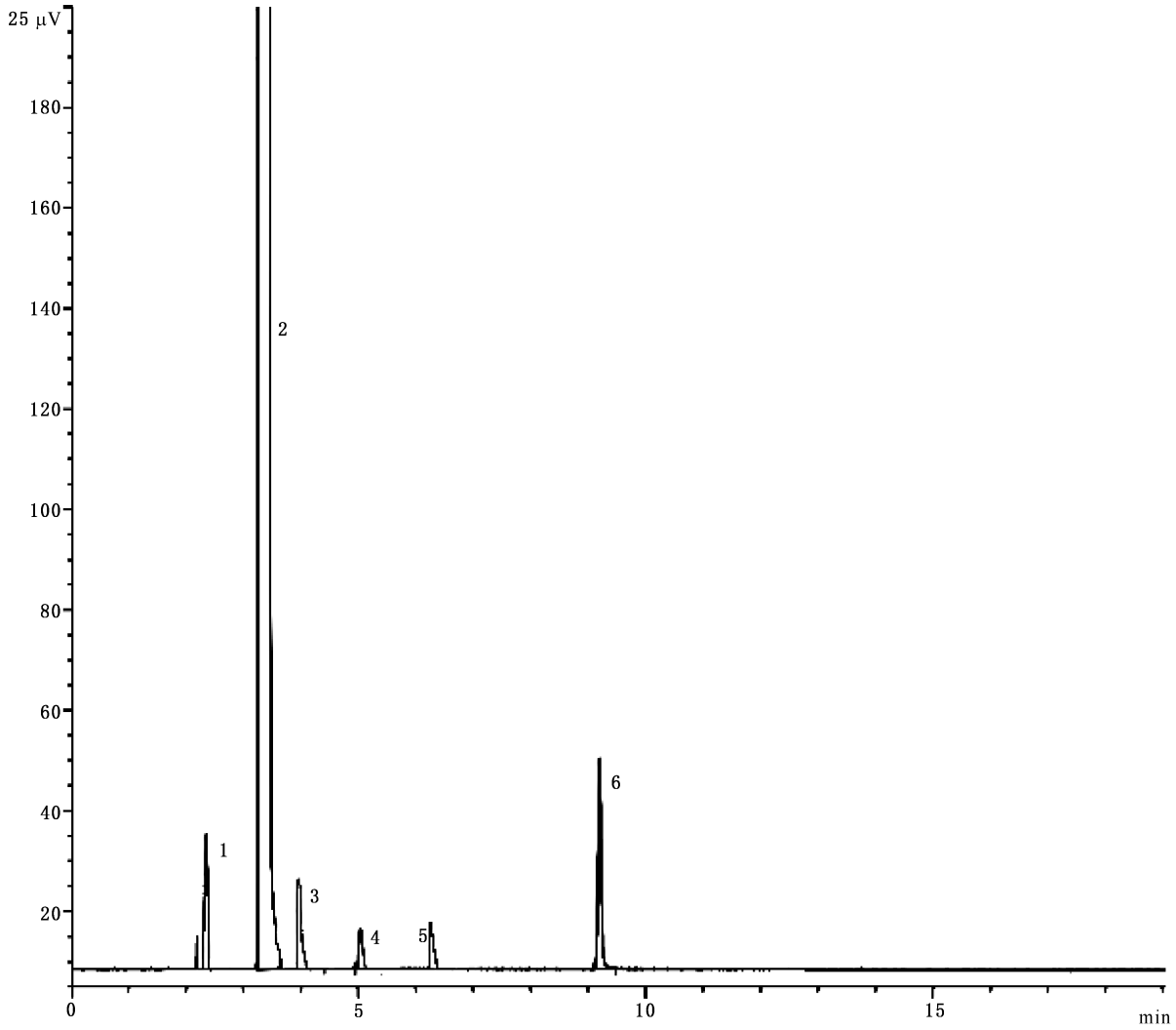
表 A.1 各组分的相对保留值（面积归一化法）

峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙二胺	1.00
2	甲基乙二胺	1.18
3	乙基乙二胺	1.35
4	哌嗪	1.48

附 录 B
（规范性附录）
工业用乙二胺含量测定（内标法）的典型色谱图以及各组分的相对保留值和相对校正因子

B.1 工业用乙二胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 B.1。



说明：

1——水；

2——乙二胺；

3——甲基乙二胺；

4——乙基乙二胺；

5——哌嗪；

6——1,3 二乙胺基-1-丙胺（内标物）。

图 B.1 工业用乙二胺含量测定的典型色谱图（内标法）

B.2 相对保留值和相对校正因子

各组分的相对保留值和参考的相对校正因子见表 B.1。

表 B.1 各组分的相对保留值和参考相对校正因子(内标法)

峰序号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	水	0.02	0.629
2	乙二胺	0.15	0.870
3	甲基乙二胺	0.25	0.927
4	乙基乙二胺	0.40	0.851
5	哌嗪	0.58	0.899
6	1,3 二乙胺基-1-丙胺(内标物)	1.00	1.000

附 录 C
（资料性附录）
安 全

C.1 危险警告

工业用乙二胺的闪点（闭口）为38 ℃，爆炸下限为3.1%（体积分数），属于易燃液体。接触本产品或其蒸气会导致严重的皮肤灼伤及眼睛损伤，接触皮肤有毒。吸入后可导致过敏或哮喘症状，或呼吸困难。

C.2 安全措施

灭火剂：水、干粉末、泡沫、二氧化碳。