



中华人民共和国国家标准

GB/T 37557—2019

二乙烯三胺

Diethylenetriamine

2019-06-04 发布

2020-05-01 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(SAC/TC 63)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、合肥工业大学。

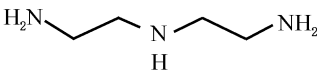
本标准主要起草人：刘志臣、姜亦雷、黄崑成、钱桂芳、张正林、伦兴宗、张春江、陈爱明、吴新源、马秀英、朱晓、李程莉、朱云玲、黄家和、梁建荣、郑宏君、李吉昌、胡华炜。

二乙烯三胺

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

本标准规定了二乙烯三胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于二乙烯三胺。
分子式: $C_4H_{13}N_3$
结构式:



相对分子质量:103.17(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:无色至浅黄色液体。
- 3.2 二乙烯三胺应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	I 型	II 型
二乙烯三胺(质量分数)/%	≥ 99.0	≥ 98.5
水分(质量分数)/%	≤ 0.4	≤ 0.5
色度(铂-钴色号)/Hazen 单位	≤ 20	≤ 30
注: I 型产品用于高端用途, II 型产品满足大多数用途。		

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的安全和防护措施。

4.1 一般规定

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

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 二乙烯三胺含量的测定

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,用氢火焰离子化检测器检测,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:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

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

4.3.1.2.3 空气:经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.3.1.3 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 推荐的毛细管色谱柱和典型的色谱操作条件

项 目	参 数
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×1.0 μm
柱温/℃	初始温度 50 ℃,保持 9 min;一段升温速率 8 ℃/min,一段终温 180 ℃,保持 0 min;二段升温速率 15 ℃/min,二段终温 240 ℃,保持 10 min
汽化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250

表 2 (续)

项 目	参 数
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
载气(N ₂)柱流量/(mL/min)	3.0
分流比	15 : 1
进样量/μL	0.2

4.3.1.5 分析步骤

色谱仪开启后,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,进行样品的测定,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。

4.3.1.6 结果计算

二乙烯三胺的质量分数 w_1 ,以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100\% - w) \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 A_i ——被测组分对应的峰面积;
 $\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和;
 w ——根据 4.4 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,用氢火焰离子化检测器检测,采用内标法定量。

4.3.2.2 试剂和材料

- 4.3.2.2.1 氢气:体积分数不低于 99.999%,经分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.2.2 氦气:体积分数不低于 99.999%,经分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.2.3 空气:经分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.2.4 内标物:本标准采用的内标物是 1,3-二乙胺基-1-丙胺,色谱纯。
- 4.3.2.2.5 标准品:乙二胺、一乙醇胺、哌嗪、羟乙基乙二胺、羟乙基哌嗪和氨基乙基哌嗪。
- 4.3.2.2.6 二乙烯三胺: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。
- 4.3.2.2.7 乙醇:色谱纯。

4.3.2.3 仪器和设备

- 4.3.2.3.1 气相色谱仪:配有分流/不分流进样口、氢火焰离子化检测器具有程序升温功能的气相色谱

仪,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 色谱柱及典型色谱条件

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 推荐的毛细管色谱柱和典型的色谱操作条件

项 目	参 数
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 60 ℃,保持 2.5 min;一段升温速率 10 ℃/min,一段终温 220 ℃,保持 0 min;二段升温速率 20 ℃/min,二段终温 250 ℃,保持 12 min
汽化室温度/℃	300
检测器温度/℃	300
空气流量/(mL/min)	350
氢气流量(mL/min)	35
载气(He)柱流量(mL/min)	5.0
分流比	15 : 1
进样量/μL	1

4.3.2.5 分析步骤

4.3.2.5.1 校正因子的测定

称取 0.10 g 内标物、适当量的标准品和二乙烯三胺到 100 mL 的容量瓶中,以上称量精确至 0.000 1 g,用乙醇稀释至刻度,充分混合后转移到 GC 小瓶中。根据表 3 色谱操作条件设定仪器参数,等待仪器稳定后进样 1 μL。使用色谱工作站根据标准样品的分析结果确定校正因子 f_i ,其他杂质引用二乙烯三胺的校正因子,制作校准表。各杂质组分 i 的相对校正因子 f_i ,按式(2)计算:

$$f_i = \frac{A_0}{A_i} \times \frac{m_i}{m_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

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,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 1.00 g 样品到 15 mL 样品瓶中,精确至 0.001 g。加入 10 mL 0.001 g/mL 内标物(溶解于乙醇中),混合均匀。转移样品混合物到一个 2 mL 的 GC 瓶中。根据表 3 色谱操作条件设定仪器参数,等

待仪器稳定后进样 1 mL。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:

$$w_i = f_i \times \frac{A_i \times m_s}{A_s \times m_{\text{样}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

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;
- A_s ——样品的测定中内标物的峰面积;
- m_s ——内标物的质量,单位为克(g);
- $m_{\text{样}}$ ——样品溶液的质量,单位为克(g)。

4.3.2.6.2 二乙烯三胺的质量分数 w_2 ,以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_2 = 100\% - \sum w_i \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- w_i ——二乙烯三胺中各杂质组分(一乙醇胺、氨基乙基哌嗪及水等其他杂质)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不大于 0.10 %。

4.4 水含量的测定

4.4.1 微库仑法(仲裁法)

称取约 10 μ L 样品,精确至 0.000 1 g,按 GB/T 6324.8 的规定执行。结果不稳时,预先在反应瓶里加入 2 mL 冰乙酸,待仪器平衡后测试。

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 5 mL 冰乙酸或适量水杨酸,必要时在 0 $^{\circ}$ C 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 %。

4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5 检验规则

- 5.1 第 3 章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。
- 5.2 在原材料、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。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。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的包装中采样进行复验,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、贮存

6.1 标志

6.1.1 二乙烯三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) 符合二乙烯三胺的危险特性及 GB 190 规定的标志¹⁾。

6.1.2 每批出厂的二乙烯三胺都应附有一定格式的质量说明书,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

产品采用槽车和桶装,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

工业用二乙烯三胺应严格密封,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。

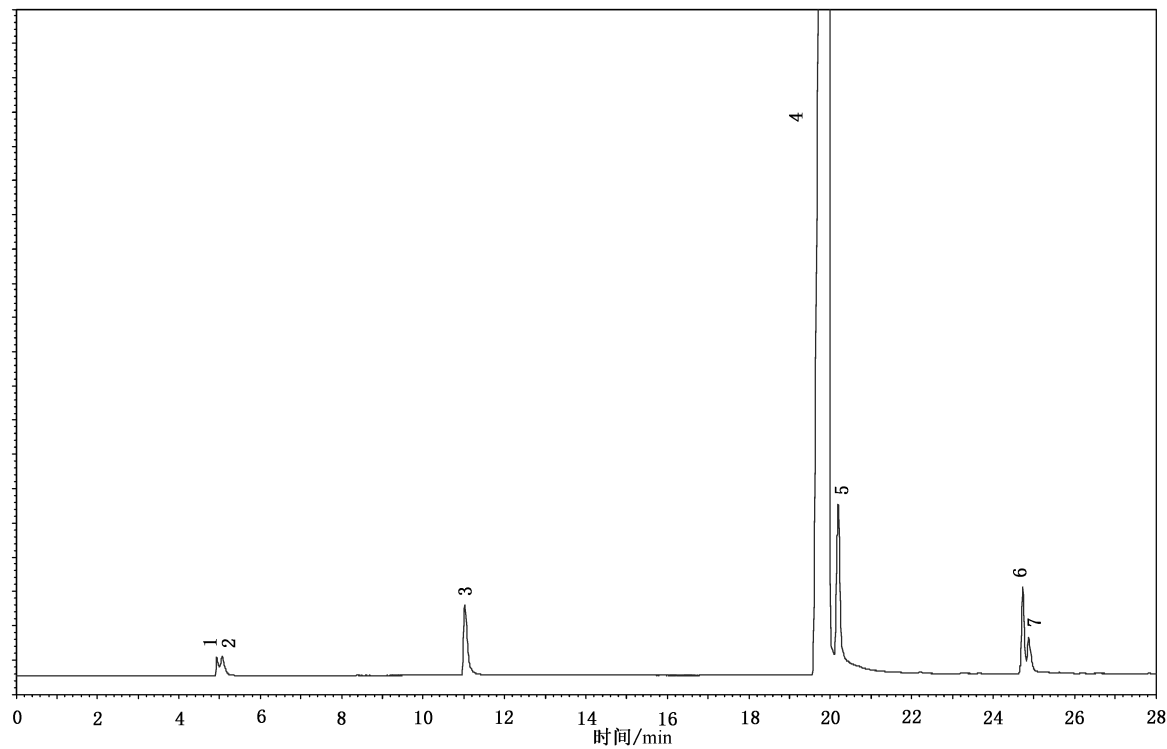
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 C。

附 录 A
(规范性附录)

二乙烯三胺含量测定(面积归一化法)的典型色谱图和各组分的保留时间

A.1 二乙烯三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——一乙醇胺；
 - 3——哌嗪；
 - 4——二乙烯三胺；
 - 5——羟乙基乙二胺；
 - 6——氨乙基哌嗪；
 - 7——羟乙基哌嗪。

图 A.1 二乙烯三胺含量测定的典型色谱图

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 各组分相对保留值

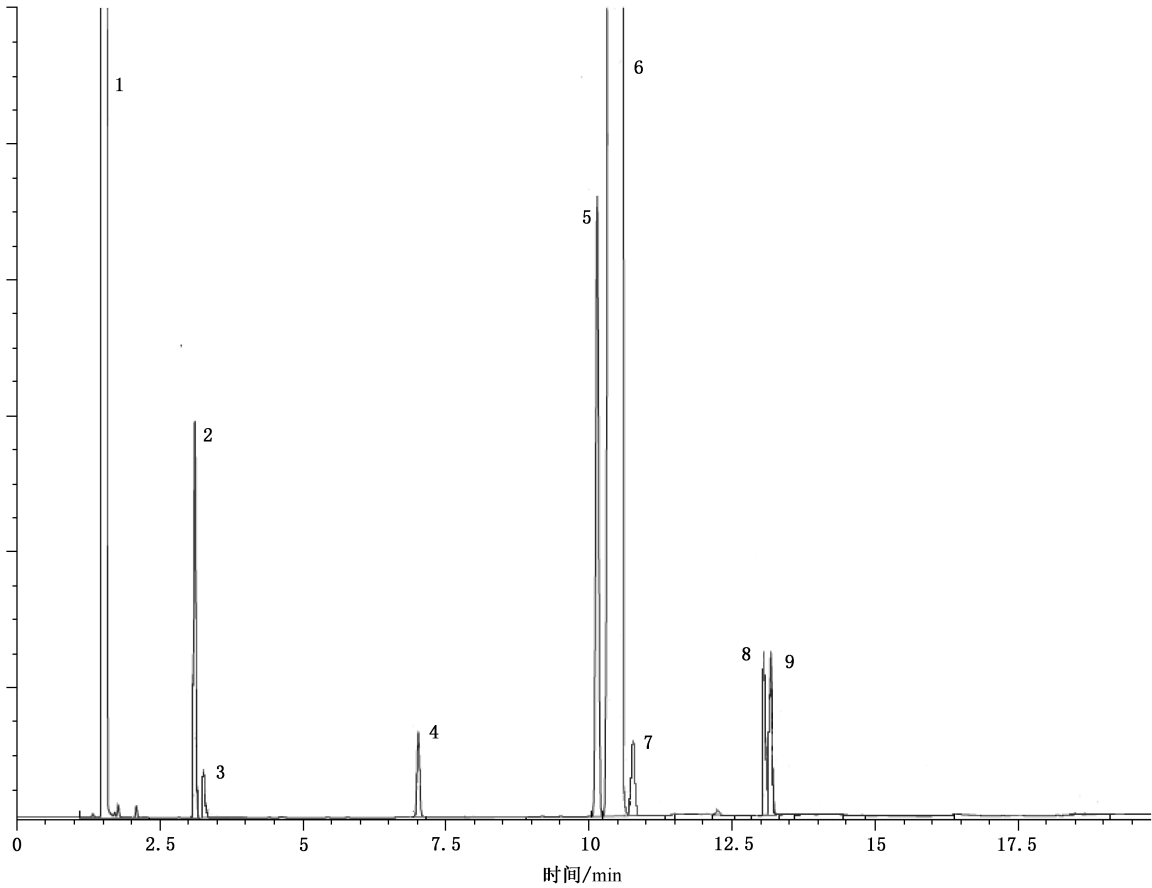
峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙二胺	0.247
2	一乙醇胺	0.254
3	哌嗪	0.553
4	二乙烯三胺	1.000
5	羟乙基乙二胺	1.013
6	氨乙基哌嗪	1.240
7	羟乙基哌嗪	1.245

附 录 B
(规范性附录)

二乙烯三胺含量测定(内标法)的典型色谱图和各组分的保留时间

B.1 二乙烯三胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 B.1。



说明：

- 1——乙醇；
- 2——乙二胺；
- 3——一乙醇胺；
- 4——哌嗪；
- 5——1,3-二乙胺基-1-丙胺(内标物)；
- 6——二乙烯三胺；
- 7——羟乙基乙二胺；
- 8——氨乙基哌嗪；
- 9——羟乙基哌嗪。

图 B.1 二乙烯三胺含量测定的典型色谱图

B.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 B.1。

表 B.1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	乙醇(溶剂)	—	—
2	一乙醇胺	0.166	1.087
3	乙二胺	0.184	2.035
4	哌嗪	0.630	1.319
5	1,3-二乙胺基-1-丙胺(内标物)	1.000	1.000
6	二乙烯三胺	1.042	1.523
7	羟乙基乙二胺	1.060	1.815
8	氨乙基哌嗪	1.353	1.111
9	羟乙基哌嗪	1.372	1.220

附 录 C
(资料性附录)
安全

C.1 危险警告

本产品的闪点(闭口)为 96.7 ℃。接触本产品或其蒸汽会导致严重的皮肤灼伤及眼睛损伤,吸入致命。

C.2 安全措施

灭火剂:水、干粉、泡沫、二氧化碳。
