

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 54429—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4982—2016

乙氧胺盐酸盐

Ethoxyamine hydrochloride

2016-04-05 发布

2016-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》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。

本标准由全国染料标准化技术委员会（SAC/TC134）归口。

本标准起草单位：宁波欧迅化学新材料技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨杰民、应利人、林勇、段云凤、王晓永、罗暑。

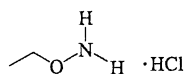
乙氧胺盐酸盐

1 范围

本标准规定了乙氧胺盐酸盐产品的要求，采样，试验方法，检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于乙氧胺盐酸盐产品的质量控制。

结构式：



分子式： $C_2H_7NO \cdot HCl$

相对分子质量：97.54（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：3332-29-4

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/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 2384 染料中间体熔点范围测定通用方法

GB/T 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

乙氧胺盐酸盐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 乙氧胺盐酸盐的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	一等品	
外观	白色或微黄色晶体		5.2
乙氧胺盐酸盐的质量分数/%	≥99.0	≥98.0	5.3
乙氧胺盐酸盐的纯度/%	≥99.0	≥98.0	5.4
水分的质量分数/%	≤0.5	≤0.5	5.5
干品初熔点/℃	≥129.0	≥129.0	5.6

4 采样

以批为单位采样，生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采样品的包装必须完好，采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品，所采样品总量不得少于 500 g。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.1 一般规定

除非另有说明，仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 乙氧胺盐酸盐的质量分数的测定

5.3.1 方法提要

采用中和滴定法，利用酸碱中和反应，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定乙氧胺盐酸盐，测定乙氧胺盐酸盐的质量分数。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

5.3.3 测定步骤

称取 0.3 g（精确至 0.000 1 g）乙氧胺盐酸盐样品于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水溶解，摇

匀，再加入 1 滴～2 滴酚酞指示液，用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅红色并保持 15 s 不变色即为终点，记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

5.3.4 结果计算

乙氧胺盐酸盐的质量分数以 w_1 计，按公式 (1) 计算：

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

式中：

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- m ——样品的质量的数值，单位为克 (g)；
- M ——乙氧胺盐酸盐的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(C_2H_7NO \cdot HCl) = 97.54$]。

计算结果保留到小数点后 1 位。

5.3.5 允许差

乙氧胺盐酸盐的质量分数两次平行测定结果之差不大于 0.3 %，取其算术平均值为测定结果。

5.4 乙氧胺盐酸盐的纯度的测定

5.4.1 方法原理

将乙氧胺盐酸盐用氢氧化钠溶液中和成胺，采用毛细管柱气相色谱法分离乙氧胺盐酸盐及有机杂质，用氢火焰离子化检测器进行检测，采用峰面积归一化法定量，测定乙氧胺盐酸盐的纯度。

5.4.2 仪器设备

- 5.4.2.1 气相色谱仪：仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 的规定。
- 5.4.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器 (FID)。
- 5.4.2.3 毛细管色谱柱：内径 0.32 mm、长 50 m，膜厚 0.5 μ m，固定相为 5 % 苯基甲基聚硅氧烷，如 SE-54 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。
- 5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。
- 5.4.2.5 色谱工作站或积分仪。

5.4.3 试剂和溶液

氢氧化钠溶液：40 g/L。

5.4.4 色谱分析条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气压力/kPa	40
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气	氮气
补偿气流量/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
柱温程序	50℃保持 9 min, 以 50℃/min 的速率升温至 240℃, 保持 5 min
进样量/μL	1.0
定量方法	峰面积归一化法

可根据仪器设备不同, 选择最佳分析条件。

5.4.5 测定步骤

称取 0.5 g 乙氧胺盐酸盐试样于 10 mL 棕色容量瓶中, 将容量瓶置于冰水浴中, 在容量瓶中加入约 6 mL 氢氧化钠溶液, 控制 pH 值为 8.0~9.0, 振荡使样品溶解, 盖上瓶盖, 在冰水浴中保持 10 min~15 min, 取出, 摇匀。

开机预热, 待仪器运行稳定后进试样溶液, 待出峰完毕后用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.6 结果计算

乙氧胺盐酸盐的纯度以 w_2 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A——乙氧胺盐酸盐的峰面积;

$\sum A_i$ ——乙氧胺盐酸盐及各有机杂质的峰面积的总和。

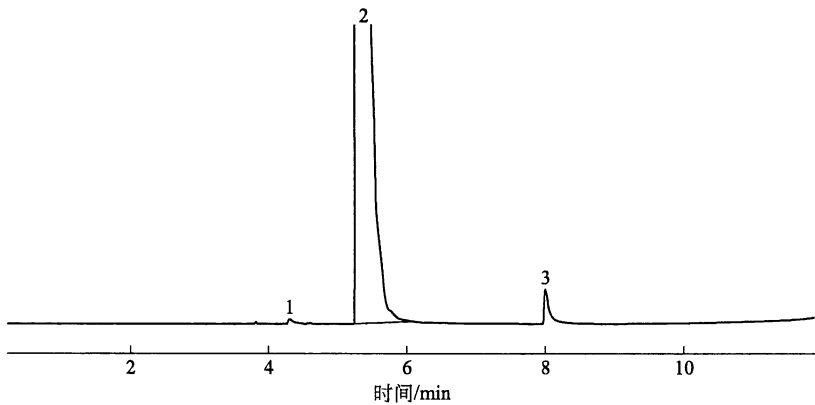
计算结果保留到小数点后 1 位。

5.4.7 允许差

乙氧胺盐酸盐的纯度两次平行测定结果之差不大于 0.2 %, 取其算术平均值为测定结果。

5.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



说明：
1——杂质；
2——乙氧胺盐酸盐；
3——O,N-二乙基羟胺盐酸盐。

图 1 乙氧胺盐酸盐色谱图

5.5 水分的质量分数的测定

5.5.1 测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.4 “卡尔·费休法及卡尔·费休改良法”规定的方法进行。称样量为 0.5 g（精确至 0.000 1 g），溶剂为 1 体积甲醇、3 体积三氯甲烷的混合溶液。
计算结果保留到小数点后 1 位。如结果小于 0.1 %，则保留 1 位有效数字。

5.5.2 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的差值不大于 0.05 %（质量分数）。

5.6 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行。样品在 80 ℃干燥 15 min。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

乙氧胺盐酸盐应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的乙氧胺盐酸盐都符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品判定为不合格。

HG/T 4982—2016

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

乙氧胺盐酸盐的每个包装容器上都应按有关规定涂印耐久、清晰的标志。

标志内容至少应有：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、地址；
- c) 生产日期；
- d) 生产许可证编号和标志（如适用）；
- e) 净含量。

7.2 标签

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

乙氧胺盐酸盐采用纸板桶、铝箔袋内衬塑料薄膜袋包装，每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

乙氧胺盐酸盐运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。严禁与强氧化物、食品、饮料及添加剂等混运。

7.5 贮存

乙氧胺盐酸盐应贮存于阴凉、干燥处，防止日晒、雨淋、受潮和破损。产品自生产之日起保质期为1年。
