

ICS 71. 080. 99

G 17

备案号: 18215—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3882—2006

甘氨酸乙酯盐酸盐

Glycine ethylester hydrochloride

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会发布

前　　言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准由南通市东昌化工有限公司负责起草。

本标准参加起草单位:江苏金坛华阳化工厂。

本标准主要起草人:于海军、周煜。

甘氨酸乙酯盐酸盐

1 范围

本标准规定了甘氨酸乙酯盐酸盐的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由甘氨酸与无水乙醇、氯化氢经乙醇酯化而制得的甘氨酸乙酯盐酸盐。该产品主要用于生产医药中间体和农药中间体。

分子式: C₄H₁₀O₂NCl

相对分子质量: 139.58(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, neq ISO 6353-1 : 1982, Reagents for chemical analysis-part 1: General test methods)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982, Reagents for chemical analysis-part 1: General test methods)

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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

3 外观

甘氨酸乙酯盐酸盐为白色针状结晶。

4 要求

甘氨酸乙酯盐酸盐应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
甘氨酸乙酯盐酸盐的质量分数/% ≥	98.5	97.5
甘氨酸盐酸盐的质量分数/% ≤	1.00	1.50
干燥减量的质量分数/% ≤	0.40	
熔点范围/℃	142~146	139~146

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

5.1 甘氨酸乙酯盐酸盐含量的测定

5.1.1 方法提要

在酸性条件下,样品与一定量的硝酸银进行反应,用硫氰酸铵返滴定过量的硝酸银,以硫酸铁铵为指示剂,根据消耗的标准滴定溶液的体积,测定总氯量,由总氯量减去甘氨酸盐酸盐含量,求得甘氨酸乙酯盐酸盐的含量。

5.1.2 试剂

5.1.2.1 邻苯二甲酸二丁酯;

5.1.2.2 硝酸溶液:2+3;

5.1.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$;

5.1.2.4 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1 \text{ mol/L}$;

5.1.2.5 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液:80 g/L。

5.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用 40 mL 水溶解,加 10 mL 硝酸溶液,加入(50 ± 0.02) mL 硝酸银标准滴定溶液,加 3 mL 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液,4 mL 邻苯二甲酸二丁酯,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定,至溶液所呈浅棕色保持 30 s 不褪色为终点。

5.1.4 结果计算

甘氨酸乙酯盐酸盐含量的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times M / 1000}{m} \times 100 - w_2 \times 1.25 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

V_1 ——加入硝酸银标准滴定溶液(5.1.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定消耗硫氰酸铵标准滴定溶液(5.1.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——按 5.2 条测定之甘氨酸盐酸盐含量的质量分数,单位为百分数(%);

M ——甘氨酸乙酯盐酸盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=139.58$);

1.25——甘氨酸盐酸盐换算成甘氨酸乙酯盐酸盐的系数。

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 0.3 %。

5.2 甘氨酸盐酸盐含量的测定

5.2.1 方法提要

以二甲基黄为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定样品,根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,计算甘氨酸盐酸盐的含量。

5.2.2 试剂

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

5.2.2.2 二甲基黄指示液:10 g/L。

5.2.3 分析步骤

称取约 5.0 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 水使其溶解,加 5 滴二甲基黄指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为橙黄色即为终点。

5.2.4 结果计算

甘氨酸盐酸盐含量的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

V——氢氧化钠标准滴定溶液(5.2.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——甘氨酸盐酸盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=111.53);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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0.05%。

5.3 干燥减量的测定

5.3.1 分析步骤

称取约5g实验室样品,精确至0.0001g,置于预先在(105±2)℃干燥至质量恒定的称量瓶(Φ24mm×32mm)中,于(105±2)℃烘箱内干燥1h,置于干燥器内冷却至30min,称量。

5.3.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

m ——干燥前试料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料的质量的数值,单位为克(g)。

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0.07%。

5.4 熔点范围的测定

按GB/T 617的规定进行。升温速率3℃/min。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验项目为表1中的甘氨酸乙酯盐酸盐的质量分数、甘氨酸盐酸盐的质量分数和干燥减量的质量分数,应逐批进行检验。

6.1.2 型式检验项目为表1中的全部项目。在正常情况下,每6个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

6.2 以同等质量产品为一检验批,可按产品贮罐组批,或按生产周期进行组批。

6.3 按GB/T 6678和GB/T 6679的规定采样。将所采样品均匀分成两份,分别装于2个清洁干燥的容器内,粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、生产日期,采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份作为留样保存备查。

6.4 甘氨酸乙酯盐酸盐应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证出厂的产品均符合本标准要求,每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、产品等级、数量、批号、生产日期和本标准编号等。

6.5 检验结果的判定按GB/T 1250中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要

求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

甘氨酸乙酯盐酸盐包装袋上应印刷有明显的标志,其内容包括生产厂名、厂址、产品名称、净质量、商标、批号、生产日期、保质期和本标准编号。

7.2 包装

甘氨酸乙酯盐酸盐用双层聚乙烯内袋,外用聚丙烯编织袋或纸箱包装。每件包装净质量 20 kg,或根据用户需要包装。

7.3 运输

甘氨酸乙酯盐酸盐在运输过程中应防止日晒、雨淋。

7.4 贮存

甘氨酸乙酯盐酸盐应贮存在干燥通风的库房内。在符合本标准包装、运输和贮存条件下,甘氨酸乙酯盐酸盐自生产之日起,保质期为 12 个月。逾期可按本标准重新检验,如检验结果符合本标准要求时,产品仍可继续使用。

中华人民共和国

化工行业标准

甘氨酸乙酯盐酸盐

HG/T 3882—2006

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张½ 字数9千字

2007年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0426

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

版权所有 违者必究