

ICS 71.080.30  
G 17



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30303—2013

GB/T 30303—2013

## 工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法

Test method of methylamines and methylamines water solution for industrial use

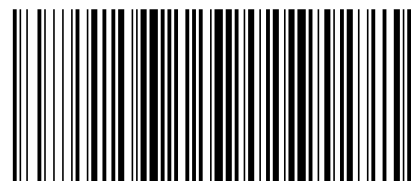
中华人民共和国  
国家标准  
工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法  
GB/T 30303—2013

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 46 千字  
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-48946 定价 27.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30303-2013

2013-12-31 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

表 C.2 (续)

| 序 号 | 组分名称      | 保留时间/min |      |       |
|-----|-----------|----------|------|-------|
|     |           | 一甲胺      | 二甲胺  | 三甲胺   |
| 5   | 二甲胺       | 6.62     | 6.36 | 6.59  |
| 6   | 三甲胺       | 7.15     | 7.12 | 7.00  |
| 7   | N-乙基甲胺    | —        | 9.13 | —     |
| 8   | N,N-二甲基乙胺 | —        | —    | 10.80 |

### C.3 校正因子的测定

#### C.3.1 标准品

C.3.1.1 一甲胺的水溶液:已知质量分数。

C.3.1.2 二甲胺的水溶液:已知质量分数。

C.3.1.3 三甲胺的水溶液:已知质量分数。

C.3.1.4 其余标准品同附录 A 中 A.3.1.4~A.3.1.7。

#### C.3.2 分析步骤

用准确称量的方法,在具塞玻璃瓶中依次加入 C.3.1 中的标准品,配制成与样品中各组分含量相近的校准用试液,充分摇匀。以上称量均精确至 0.000 1 g。加入的标准品中若存在其他干扰杂质时,应扣除本底予以修正。

在与测定样品相同的色谱操作条件下进行测定。

#### C.3.3 相对校正因子的计算

各杂质组分的相对校正因子  $f_i$ ,按式(C.1)计算:

$$f_i = \frac{A_s w_i}{A_i w_s} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

$A_s$ ——校准用试液中主组分的峰面积;

$A_i$ ——校准用试液中组分  $i$  的峰面积;

$w_s$ ——校准用试液中主组分的质量分数;

$w_i$ ——校准用标准溶液中组分  $i$  的质量分数。

### C.4 校正因子的定期测定

校正因子应实际测定,并应定期进行校验。

## 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。

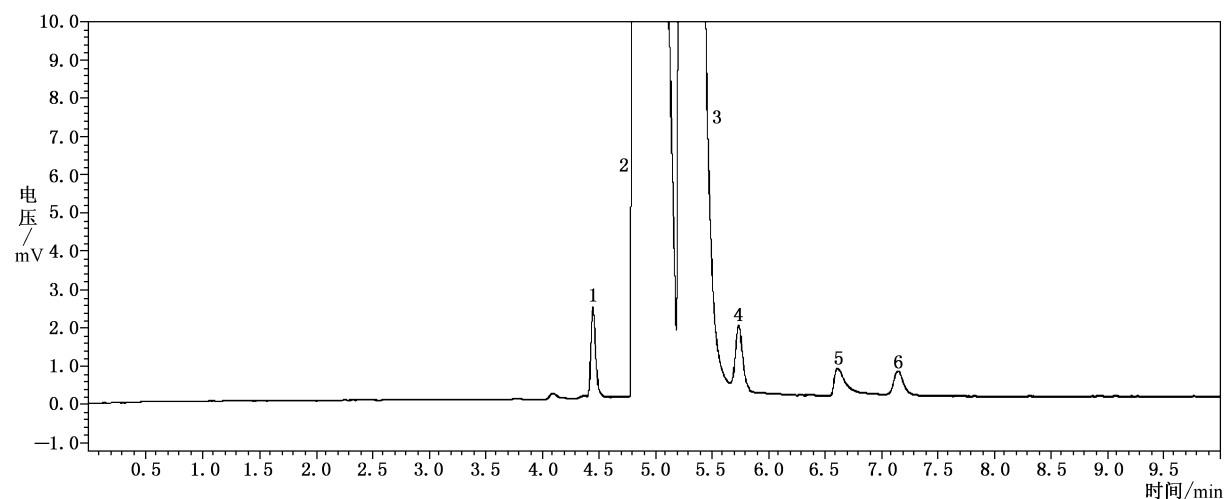
本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:浙江江山化工股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、山东华鲁恒升化工股份有限公司、安阳九天精细化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:江苏宿迁新亚科技有限公司。

本标准主要起草人:管建平、赵秀英、姜双英、黄煜、王一鸣、董善民、胡延凤、王少锋。

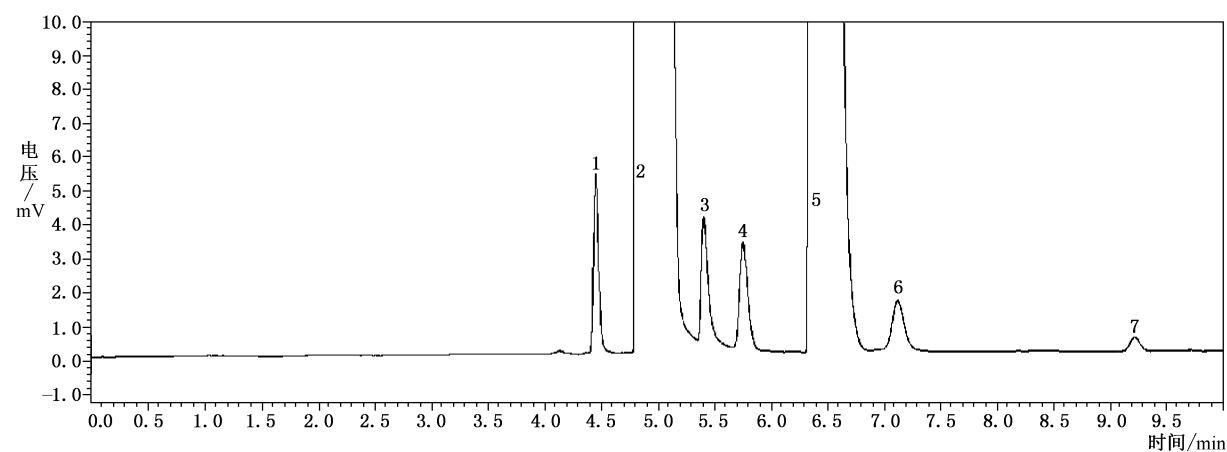
C.1.2 采用热导池检测器测定甲胺水溶液中杂质含量的典型色谱图见图 C.4~C.6。



说明:

- 1—氨;
- 2—水;
- 3—一甲胺;
- 4—甲醇;
- 5—二甲胺;
- 6—三甲胺。

图 C.4 采用热导池检测器测定一甲胺水溶液中的杂质含量的典型色谱图



说明:

- 1—氨;
- 2—水;
- 3—甲醇;
- 4—甲胺;
- 5—二甲胺;
- 6—三甲胺;
- 7—N-乙基甲胺。

图 C.5 采用热导池检测器测定二甲胺水溶液中的杂质含量的典型色谱图

## 工业用甲胺和甲胺水溶液试验方法

### 1 范围

本标准规定了工业用甲胺和甲胺水溶液的试验方法。

本标准适用于甲醇连续气相催化氨化生产的一甲胺、二甲胺、三甲胺及其配制的水溶液的测定。

### 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 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

### 3 试验方法

**警告:**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和防护措施。

#### 3.1 一般规定

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

分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

#### 3.2 甲胺的试验方法

##### 3.2.1 试液制备

###### 3.2.1.1 试剂

异丙醇:不含在所用色谱条件下与待测样品中的组分无法分离的物质。

###### 3.2.1.2 操作步骤

称取 60 mL~80 mL 异丙醇置于玻璃样品瓶中,将样品以一定的速度通入异丙醇中,控制样品通入的速度以不出现白色烟雾为宜。按此分别制得一甲胺、二甲胺和三甲胺试液,并控制试液达到的质量分数为:一甲胺约为 40%;二甲胺约为 40%;三甲胺约为 30%。称量吸收样品前后样品瓶的质量,两者之差即为试样的质量,所有称量均精确至 0.1 g。

#### 3.2.2 主组分含量和杂质组分含量的测定

##### 3.2.2.1 方法提要

采用气相色谱法,在选定的色谱工作条件下,取 3.2.1 中制备的待测试液经汽化通过色谱柱,使其