

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

生物基 1,5-戊二胺

Bio-based 1,5-pentanediamine

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

征求意见稿

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

征求意见稿

征求意见稿

生物基 1,5-戊二胺

警示——本文件并没有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的规定。

1 范围

本文件规定了生物基 1,5-戊二胺的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以糖类生物质为原料经发酵法制备的 1,5-戊二胺产品。

分子式：C₅H₁₄N₂

结构式：

相对分子质量：102.18（按 2022 年国际相对原子质量）

注：该产品主要用于尼龙、环氧树脂固化剂、有机合成中间体、异氰酸酯等领域。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191 包装贮运图示标志

GB/T 6324.6 有机化工产品试验方法 第6部分：液体色度的测定 三刺激值比色法

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

GB 30000.7 化学品分类和标签规范 第7部分：易燃液体

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

生物基 1,5-戊二胺的技术要求应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标
外观	无色透明液体
1,5-戊二胺含量, w/%	≥99.5
色度/Hazen 单位 (铂-钴)	≤15
水分, w/%	≤0.3

5 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。

5.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.2 外观

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。

5.3 1,5-戊二胺含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱条件下，样品经气化通过毛细管色谱柱，使其中的各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一法定量。

5.3.2 试剂与材料

5.3.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.3.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配置氢火焰离子化检测器(FID)和进样分流装置，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。仪器的线性范围应满足定量分析要求。

5.3.3.2 记录仪：计算机色谱工作站。

5.3.3.3 微量注射器：1.0 μL。

5.3.4 色谱操作条件

本文件所推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2，其它能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。典型色谱图和各组分保留时间见附录A。

表2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	100%二甲基聚硅氧烷
色谱柱规格	30 m× 0.32 mm×1 μm (柱长×柱内径×液膜厚度)
汽化室温度/°C	230
柱温	初温 70 °C, 保持 1 min, 以 15 °C/min 的速率升温至 230 °C, 保持 5 min 以 25°C/min 升温至 270°C, 保持 10min。
检测器温度/°C	250
载气 (N ₂) 流量/ (mL/min)	30
空气流量/ (mL/min)	300
氢气流量/ (mL/min)	30
尾吹 (H ₂) 流量/ (mL/min)	10
分流比	20
进样量/μL	0.2

5.3.5 测定步骤

取适量样品, 用水稀释至1, 5-戊二胺含量约为3%~6%。

按照表2所列条件调试仪器, 在仪器稳定运行后, 用微量注射器吸取0.2 μL稀释样品, 快速注入气相色谱仪, 待全部组分流出色谱仪后, 色谱工作站记录色谱图, 用面积归一法进行结果分析。

5.3.6 结果计算

样品中 1,5-戊二胺质量分数 w , 数值以%表示, 按公式 (1) 计算:

$$w = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100 - w_1) \dots\dots\dots (1)$$

式 (1) 中:

A_1 ——1,5-戊二胺的峰面积;

$\sum A_i$ ——所有组分峰面积之和;

w_1 ——根据 5.5 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测定结果, 且两次平行测定结果的差值不大于0.2%。

5.4 色度的测定

按GB/T 6324.6的规定进行。

5.5 水分的测定

按GB/T 6324.8的规定执行, 称取约10 μL试样 (精确度为0.000 1 g)。结果不稳时, 预先在反应瓶中加入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, 且两次平行测定结果的差值不大于0.05%。

6 检验规则

6.1 检验项目

本文件第4章规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 组批

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。

6.3 采样

按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行，最终采样量不得少于500 mL，混合均匀后分装于两个干燥洁净、密封性良好的试剂瓶中，试剂瓶上部剩余空间充满氮气（氮气纯度 $\geq 99.9\%$ ）保护，瓶上粘贴标签，注明产品名称、生产批号、采样日期、采样人姓名等。一瓶用于检验，另一瓶密封留样保存。

6.4 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法的规定进行。

所有检验结果符合本文件规定，则该批产品合格。

若检验结果有任何指标项不符合本文件要求，应重新加倍取样进行复检，复检的结果如仍有指标项不符合本文件要求，则整批产品判为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

生物基 1,5-戊二胺属于 4 类易燃液体，相关安全信息见附录 B。

出厂槽罐车和包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，危险性标志按GB 190的规定进行。

随车附带有一定格式的质量合格证明，包括生产厂家、生产厂址、生产日期、产品批号、检验依据、检验结论。

包装容器上标志内容包括生产厂名称、产品名称、批号或生产日期、净含量、标准编号以及按 GB 190 规定符合生物基 1,5-戊二胺危险特性的标志等。

7.2 包装

生物基 1,5-戊二胺采用干燥、清洁的金属桶、槽罐车等容器包装，充氮保护。也可在符合有关安全规定的情况下依据客户的要求进行包装。

7.3 运输

生物基 1,5-戊二胺的运输按危险化学品运输的规定进行。轻装、轻卸，防止撞击，必须用篷布遮盖，防止日晒、雨淋，避免包装破损。

7.4 贮存

生物基 1,5-戊二胺在贮存过程中应远离火种、热源。贮存在阴凉、干燥通风处。应与氧化剂、酸类、食用化学品分开存放。不宜大量贮存或久存。储罐区应有醒目的“严禁火种”、“危险”的警告牌。采用防爆型照明、通风设施，禁止使用易产生火花的机械设备和工具。储罐区应具备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

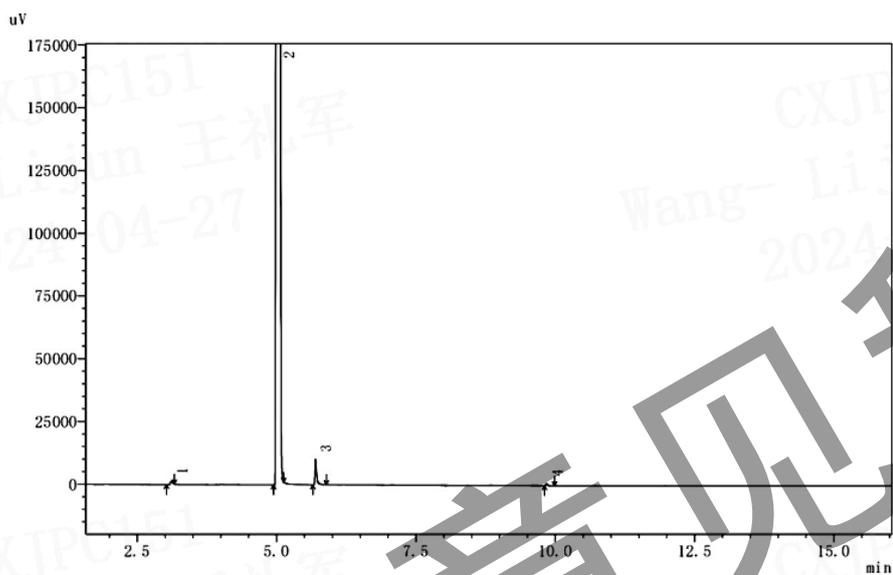
相关安全信息参见附录 B。

附录 A
(规范性附录)

1,5-戊二胺含量测定的典型色谱图和各组分的保留时间

A.1 1,5-戊二胺含量测定的典型色谱图

1,5-戊二胺含量测定的典型色谱图见图A.1。



标引序号说明：

- 1—：未知物
- 2—：戊二胺
- 3—：未知物
- 4—：未知物

图A.1 1,5-戊二胺含量测定的典型色谱图

A.2 各组分的保留时间

各组分的保留时间见表A.1。

表A.1 组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	未知物	3.1153
2	戊二胺	5.0367
3	未知物	5.6973
4	未知物	9.8433

附录 B
(资料性附录)
安全

B.1 危险警告

生物基 1,5-戊二胺是无色澄清液体，类似氨气味，具有较强碱性。沸点 178~180℃，闪点 62.8℃。在空气中发烟，能形成二水化合物。遇明火、高热易燃。燃烧产生一氧化碳、氧化氮等有害气体，受热分解放出有毒的氧化氮烟气。与氧化剂能发生强烈反应。按照 GB 30000.7 的规定属于 4 类易燃液体。

皮肤接触有害，可造成严重皮肤灼伤和眼损伤。吞咽和吸入有害，吸入后可因喉、支气管的痉挛、炎症和水肿，化学性肺炎或肺水肿而致死。对水生生物有害并具有长期持续影响。

警示语：危险。

B.2 安全措施

生物基 1,5-戊二胺操作人员必须经过专门培训，严格遵守操作规程，并配备防毒面具、化学安全防护眼镜、防毒物渗透工作服、橡胶耐油手套等防护用品。

应避免产品吸食或与眼睛、皮肤接触。

如不慎发生，分以下情况进行急救处理：

- a) 皮肤接触：立即脱去污染的衣着，用大量流动清水冲洗至少 15 分钟。就医。
- b) 眼睛接触：立即提起眼睑，用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗至少 15 分钟。就医。
- c) 吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给予输氧。如呼吸、心跳停止，立即进行心肺复苏术。就医。
- d) 食入：用水漱口，给饮牛奶或蛋清。就医。

B.3 消防措施

生物基 1,5-戊二胺溢出时迅速撤离泄漏污染区人员至安全区，并将泄露区进行隔离，严格限制出入。应急处理人员使用合适的个人防护用具和无火花工具或防爆设备，排除火种，不要直接接触泄漏物。尽可能切断泄漏源。防止流入下水道、排洪沟等限制性空间。

少量泄漏时用砂土或其他不燃材料吸附或吸收。也可以用大量水冲洗，洗水稀释后排入废水系统。

大量泄漏时构筑围堤或挖坑收容。用泡沫覆盖，降低蒸气灾害。用泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。

灭火剂：抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土。