

团体标准

T/ZZB XXXX—XXXX

环丙胺

Cyclopropylamine

草案

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。

本文件由浙江省品牌建设联合会提出并归口管理。

本文件由台州市标准化研究院牵头组织制定。

本文件参与起草单位：宁波市镇海中正化工有限公司、浙江本立科技股份有限公司。

本文件起草单位：浙江沙星科技有限公司。

本文件主要起草人：李宏军、蔡立斌、郑云强、王文增、余永志。

本文件为首次发布。

本文件由台州市标准化研究院负责解释。

环丙胺

1 范围

本文件规定了环丙胺的基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全、质量承诺。

本文件适用于以 4-氯丁酸甲酯、甲醇钠为主要原料经环合反应、氨化反应、降解反应得到的环丙胺。

分子式： C_3H_7N

结构式：

相对分子质量：57.09（按 2022 年国际相对原子质量）

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 包装储运图示标志

GB/T 19106-2013 次氯酸钠

GB/T 536-2017 液体无水氨

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 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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/T 11199-2006 高纯氢氧化钠

HG/T 2561-2014 工业用甲醇钠甲醇溶液

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本要求

4.1 设计研发

4.1.1 应具备分析不同原料、工艺对产品质量影响的能力，并实验验证设计的可靠性。

4.2 原料要求

生产环丙胺的主要原料为4-氯丁酸甲酯、甲醇钠甲醇溶液、液体无水氨、高纯氢氧化钠、次氯酸钠。

主要原料技术指标见表1:

表1 主要原料技术指标

序号	原材料名称	等级	主要指标	技术指标
1	4-氯丁酸甲酯	/	4-氯丁酸甲酯含量	≥98.2%
2	甲醇钠甲醇溶液	/	甲醇钠含量	28.5%~31.0%
3	液体无水氨	一等品	氨含量	≥99.8%
4	高纯氢氧化钠	HL-III	氢氧化钠含量	≥30.0%
5	次氯酸钠	B-II	有效氯	≥10.0%

4.3 工艺装备

4.3.1 蒸馏工序采用连续化生产工艺。

4.3.2 生产过程采用集散式控制系统（DCS）进行控制，并具备紧急停车功能（ESD）。

4.4 检测能检测

4.4.1 应具有 4-氯丁酸甲酯、甲醇钠甲醇溶液等主要原材料技术指标的检测能力。

4.4.2 具备对产品外观、环丙胺纯度、甲醇、正丙胺、二乙胺、其他最大单质、总杂质、水分项目的检测能力。

4.4.3 应配备分析天平、气相色谱仪、卡尔·费休水分测定仪等。

5 技术要求

5.1 外观

环丙胺外观为无色透明液体，无可见杂质。

5.2 理化指标

环丙胺的技术要求应符合表 2 的规定。

表 2 环丙胺理化指标

项 目	指 标
环丙胺纯度, w/%	≥99.5
甲醇, w/%	≤0.2
正丙胺, w/%	≤0.1
二乙胺, w/%	≤0.1
其他最大单杂, w/%	≤0.2
总杂质, w/%	≤0.5
水分, w/%	≤0.3

6 试验方法

6.1 警示

本文件试验操作过程中须小心谨慎，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。

6.2 一般规定

本文件除另有规定外，所有试剂的纯度不低于分析纯。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 603 的规定制备。试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

6.3 外观

取适量试样置于透明容器中，自然光线下目测。

6.4 环丙胺纯度及杂质的测定

6.4.1 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（FID）检测，采用峰面积归一化法计算有关组分含量。

6.4.2 试剂与材料

所需试剂和材料如下：

- a) 氮气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- b) 氢气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- c) 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

6.4.3 仪器

所需仪器如下：

- a) 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。
- b) 色谱工作站。
- c) 进样器：自动进样器或微量注射器。

6.4.4 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱和色谱操作条件见表 3。典型色谱图和各组分保留时间见附录 A。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 3 环丙胺纯度及杂质测定色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱（柱长/柱内径/液膜厚）	100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱，30 m×0.32 mm×3.0 μm
进样口温度/℃	200
检测器温度/℃	270
柱温/℃	初始温度 45℃，保持 5 min，以 10℃/min 的速率升至 220℃，保持 10 min
载气	氮气
载气流量/（mL/min）	0.5
分流比	50：1

项 目	参 数
进样量/ μL	0.2

6.4.5 分析步骤

6.4.5.1 色谱仪各部分在达到上述色谱分析条件并稳定后，得到一条稳定的基线。

6.4.5.2 取 0.2 μL 试样注入气相色谱仪，记录色谱图。

6.4.6 结果计算

环丙胺中各组分含量 w_i ，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和。

6.4.7 允许差

环丙胺两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2%，杂质两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%，取平行测定结果的算数平均值作为测定结果。

6.5 水分的测定

6.5.1 方法提要

按 GB/T 6283 规定的方法进行。

6.5.2 试剂和材料

- a) 甲醇（分析纯度）；
- b) 卡尔·费休试剂（水分测定）；
- c) 冰乙酸。

6.5.3 仪器

- a) 电子天平；
- b) 水分测定仪。

6.5.4 分析步骤

在水分测定仪的滴定瓶中预先加入约 40 mL 甲醇，再向水分仪中加入过量冰乙酸（5 mL~10 mL），开启仪器进行预滴定。待预滴定完成后，准确称取 2.0 g~3.0 g（精确至 0.1 mg）试样，小心加入至滴定瓶中，用卡尔·费休试剂滴定至终点。记录卡尔·费休试剂用量，计算试样的水分。

6.5.5 结果计算

环丙胺中水分的质量分数 w ，按公式（2）计算：

$$w = \frac{FV}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

F——卡尔·费休试剂的滴定度的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V——滴定试样所消耗卡尔·费休试剂的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m——试样的质量的数值，单位为克（g）。

6.5.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7 检验规则

7.1 本文件第 5 章所列项目均为出厂检验项目。

7.2 环丙胺以一罐或一槽车的量为一批，或以同等质量的产品为一批。

7.3 按照 GB/T 6678、GB/T 6680 的规则确定采样单元数。每一桶或一槽车为一包装单元。采样时从每个选取的包装单元中取出不少于 20 g 的试样。将所采试样混匀后，分装于两个清洁、干燥的取样容器中，密封，并贴上标签，注明产品名称、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

7.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果中如有指标不符合本文件的要求，应重新双倍采样进行复验，复验结果若有一项或一项以上指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 环丙胺外包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号、生产日期、执行标准号及 GB 190 中规定的“易燃液体”“腐蚀性物质”等标志以及储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定中的。

8.1.2 每批出厂的环丙胺都应附有质量证明书，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和执行标准号。

8.1.3 环丙胺包装桶上应张贴安全标签。

8.2 包装

装于干燥、清洁、牢固的闭口钢桶或罐内，应密封良好，严防渗出或杂质渗入。钢桶包装的产品净含量有两种规格，分别为 40 kg、160 kg，或按照合同约定执行。

8.3 运输和贮存

8.3.1 环丙胺的运输应遵守危险化学品运输的相关规定，采用专用运输工具运输。运输过程中应远离热源，避免撞击。不得与酸类物质及其他氧化剂类等物质混运。

8.3.2 环丙胺宜贮存在 30℃以下的通风处，温度最高不应超过 40℃，若贮存温度为 30℃~40℃，产品贮存期应不超过 3 个月。防止雨淋，受潮。不得与酸类物质及其他氧化剂类等物质混贮。

9 安全

9.1 环丙胺属Ⅲ类易燃液体，应远离火源。失火时可用泡沫、干粉、二氧化碳、砂土和雾状水扑救。

9.2 环丙胺具有腐蚀性，应避免与皮肤直接接触。若不慎与眼睛接触后，应立即用大量清水冲洗并及时就医。

9.3 环丙胺分装和搬运作业应注意个人防护，穿戴适当的防护服、手套和护目镜或面具。

10 质量承诺

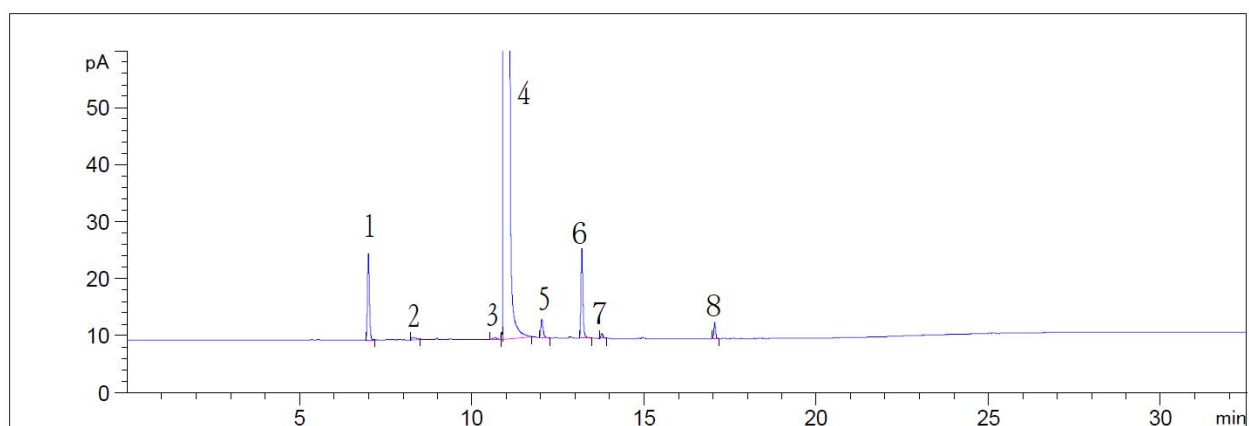
10.1 在规定的包装、贮存条件下，自生产之日起原包装产品保质期为 12 个月。

10.2 用户对产品质量有疑异时，制造商应在 24 小时内作出处理响应。

附录 A
(资料性)
环丙胺典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 环丙胺典型色谱图

环丙胺典型色谱图如图 A.1 所示。



说明:

- 1——甲醇;
- 2——乙胺;
- 3——正丙胺;
- 4——环丙胺;
- 5——二乙胺;
- 6, 7——2-甲基环丙胺;
- 8——未知物。

图 A.1 环丙胺典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 环丙胺各组分相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	甲醇	0.639
2	乙胺	0.753
3	正丙胺	0.994
4	环丙胺	1.000
5	二乙胺	1.101
6, 7	2-甲基环丙胺	1.208, 1.261
8	未知物	1.562

T/ZZB ××××

