

ICS XX. XXX. XX

CCS X XX

# 团 体 标 准

T/CIECCPA □□□—202□

## 高热氧稳定性醇胺化合物

Highly Thermally Stable Alcohol Amine Compound

（征求意见稿）

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

中国工业节能与清洁生产协会 发布

CIECCCPA

## 目 次

|                                  |    |
|----------------------------------|----|
| 前言 .....                         | II |
| 1 范围 .....                       | 1  |
| 2 规范性引用文件 .....                  | 1  |
| 3 术语和定义 .....                    | 1  |
| 4 技术要求 .....                     | 1  |
| 5 取样 .....                       | 2  |
| 6 检验规则 .....                     | 2  |
| 7 标志、标签和随行文件 .....               | 2  |
| 8 包装、运输和贮存 .....                 | 2  |
| 附录 A（资料性） 高热氧稳定性醇胺化合物含量的测定 ..... | 4  |
| 附录 B（资料性） 重金属含量的测定 .....         | 5  |
| 附录 C（资料性） 热氧稳定性测定 .....          | 6  |

## 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。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国矿业大学、中国昆仑工程有限公司、深圳合成纪元科技有限公司、中国石油大学（北京）、北京化工大学等。

本文件主要起草人：刘克峰、陆诗建、代振宇、谢振威、戈钧、彭勃、杜乐、时文、高飞、杨延翔、范明、任春晓、刘陶然、王金可、董卫刚、刘雨、阿布都合里力·亚克甫、孙欣婵、杨文泓、霍明辰。

本文件为首次发布。

# 高热氧稳定性醇胺化合物

## 1 范围

本文件规定高热氧稳定性醇胺化合物的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本文件适用于从炼厂气、工业尾气中吸收捕集二氧化碳的高热氧稳定性醇胺化合物。

## 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/T 1884-2000 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)

GB/T 6324.1 有机化工产品试验方法 第1部分：液体有机化工产品水混溶性试验

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

## 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

高热氧稳定性醇胺化合物的技术要求应符合表1的规定。

表1 高热氧稳定性醇胺化合物技术要求

| 项目     | 技术要求                            | 试验方法                 |
|--------|---------------------------------|----------------------|
| 外观     | 无色或浅黄液体                         | 目测                   |
| 水混溶性试验 | 橙清                              | GB/T 6324.1-2004     |
| 纯度     | ≥ 99.5w%                        | 附录A，化学滴定法            |
| 黏度     | 40℃，≤ 15 mPa·S                  | GB/T 22235-2008      |
| 密度     | 25℃，0.90~1.10 g/cm <sup>3</sup> | GB/T 1884-2000       |
| 重金属含量  | ≤ 100 ppm                       | 附录B，电感耦合等离子体光谱法（ICP） |
| 热氧稳定性  | 诱导期 ≥ 140 min                   | 附录C，旋转氧弹法            |

## 5 取样

按照 GB/T 6678、GB/T 6680 有关规定进行。

## 6 检验规则

### 6.1 检验项目

本标准表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

### 6.2 检验方法

按本标准表 1 中规定的试验方法进行。

### 6.3 组批规则和抽样方案

#### 6.3.1 组批规则

产品应成批检验，每批由相同原料、相同工艺生产的产品组成；也可以按照用户要求组批。每批不大于 20 吨。

#### 6.3.2 抽样方案

按照 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定确定采样点数，醇胺化合物采样量不得少于 2000 mL，采出全部样品经混合均匀后分为两份，一份为检验样品，另一份为保留样品，分别装入样品瓶内密封，贴上标签，注明产品名称、型号、批号、样品量、取样日期、取样人、取样地点等。保留样品保存时间为该批醇胺化合物的使用周期，以备核查。

### 6.4 判定规则

检验结果的判定采用 GB/T 8170 中规定的修约值比较法。检验结果全部符合本文件第 4 章要求为合格。如果检验有不合格项时，应重新抽取双倍样品进行复查，以复验结果作为该批产品的质量判定依据。

## 7 标志、标签和随行文件

### 7.1 标志和标签

高热氧稳定性醇胺化合物包装桶上应有牢固的标志，标志内容包括产品名称、型号、批号、净含量、执行文件编号、生产日期、生产厂名称和地址等。

### 7.2 随行文件

每批生产的产品都应附有质量证明书和化学品安全技术说明书，质量证明书上至少包括第 4 章规定的所有项目的检验结果。

## 8 包装、运输和贮存

### 8.1 包装

高热氧稳定性醇胺化合物应用清洁的聚乙烯塑料桶包装，每桶净含量为 25kg，也可根据用户要求采用其它规格的包装。

## 8.2 运输

高热氧稳定性醇胺化合物在运输过程中应防止猛烈撞击，严禁雨淋和曝晒。

## 8.3 贮存

高热氧稳定性醇胺化合物应贮存在通风、干燥、避雨的库房内。

## 附 录 A

(资料性)

## 高热氧稳定性醇胺化合物含量的测定

## A.1 方法提要

在甲醇介质中,试样中的高热氧稳定性醇胺化合物与乙酸酐反应生成酰胺,用盐酸-乙醇标准滴定溶液进行非水滴定,计算得高热氧稳定性醇胺化合物含量。

## A.2 试剂

## A.2.1 无水甲醇

## A.2.2 乙酸酐

## A.2.3 盐酸-乙醇标准滴定溶液

$c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ ,用无水乙醇做介质,配制、标定同水溶液。使用前标定。

## A.2.4 氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液

$c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ ,用无水乙醇做介质,配制、标定同水溶液。使用前标定。

## A.2.5 甲基橙-二甲苯青 FF 混合指示液

溶解 0.15g 甲基橙和 0.08g 二甲苯青 FF 于 100mL 水中。

## A.3 高热氧稳定性醇胺化合物含量测定

## A.3.1 分析步骤

量取 50mL 无水甲醇于 250mL 碘量瓶中,加入 2~3 滴甲基橙-二甲苯青 FF 混合指示液,用盐酸-乙醇标准滴定溶液或氢氧化钠-乙醇标准滴定溶液调节至琥珀色。称取 1~1.5g 样品,精确至 0.002g,置于碘量瓶中,加入 10mL 乙酸酐,盖上瓶盖,放置 30 分钟。用盐酸-乙醇标准滴定溶液滴定至琥珀色为终点。

## A.3.2 结果计算

高热氧稳定性醇胺化合物的质量分数  $\omega$ ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$\omega = \frac{(V/1000) cM}{m} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

V——滴定消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液(A.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——盐酸-乙醇标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样的质量的数值,单位为克(g);

M——高热氧稳定性醇胺化合物的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=515.1$ );

取三次平行测定结果的算术平均值为报告结果。三次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

**附 录 B**  
**(资料性)**  
**重金属含量的测定**

**B.1 方法提要**

使用高频电源产生高温等离子体，将高热氧稳定性醇胺化合物样品中的金属元素转化为自由态，在高温等离子体中，金属元素的原子会处于激发状态，吸收能量并发射出特定波长的光谱，这些光谱可以通过光谱仪器进行测量和分析。ICP 检测金属含量的关键在于测量样品中金属元素发射的光谱强度，通过测量不同波长光谱的强度，可以推断出样品中金属元素的含量。

**B.2 试剂**

**B.2.1 无水乙醇**

**B.2.2 铁、镍、铜、锰、锌、镉、钴、铅标准金属溶液**

**B.3 标准曲线绘制**

配制标准溶液：使用无水乙醇配制不同浓度的金属标准溶液，形成梯度浓度（0~1000 ppm）。

将标准溶液直接注入电感耦合等离子体光谱仪 ICP 设备，记录各浓度下的光谱强度，绘制标准曲线。

**B.4 高热氧稳定性醇胺化合物样品制备**

将高热氧稳定性醇胺化合物样品与无水乙醇混合，配制成待测溶液。

**B.5 高热氧稳定性醇胺化合物样品金属含量测试**

将制备好的高热氧稳定性醇胺化合物样品直接注入电感耦合等离子体光谱仪 ICP 设备中进行检测。通过测量样品中金属元素的特征光谱强度及工作曲线，计算出金属元素的总含量，单位，ppm。

取三次平行测定结果的算术平均值为报告结果。三次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

## 附录 C

(资料性)

## 热氧稳定性测定

## C.1 方法提要

将试样、水和金属催化剂按比例混合,进行 CO<sub>2</sub> 饱和吸收(15%CO<sub>2</sub>+85%N<sub>2</sub>),得到的饱和吸收液放入带盖的玻璃盛样器内,置于装有压力表的氧弹中,然后,氧弹充入 0.2MPa 压力的氧气,放入规定的恒温油浴中(120℃),使其以 100r/min 的速度与水平面成 30° 角度轴向旋转。试验达到规定的压力降所需的时间(min),即为试样的氧化安定性(诱导期)。

## C.2 试剂

C.2.1 CO<sub>2</sub>, 纯度 ≥ 99.9%C.2.2 N<sub>2</sub>, 纯度 ≥ 99.9%C.2.3 O<sub>2</sub>, 纯度 ≥ 99.9%

C.2.4 去离子水, 电导率 &lt;1.0 μS/cm, 符合 GB/T 6682 二级水的规格。

C.2.5 无水乙醇, 化学纯

C.2.6 硝酸铁, Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 9H<sub>2</sub>O, 化学纯

## C.3 高热氧稳定性醇胺化合物热氧稳定性测定

C.3.1 吸收液的配置与 CO<sub>2</sub> 饱和吸收

利用电子天平,准确称量 0.15 克硝酸铁、45 克高热氧稳定性醇胺化合物和 105 克去离子水于图 C.1 所示三口烧瓶中,启动电磁搅拌,通入 N<sub>2</sub>,将装置内的气氛置换为 N<sub>2</sub>,检查确认装置气密性。调节 CO<sub>2</sub> 和 N<sub>2</sub> 钢瓶气体流量,使混合气流的压力为 5 kPag,混合气体的浓度为 15%CO<sub>2</sub>、85%N<sub>2</sub>。等混合气流浓度稳定后,将混合气流引入到吸收瓶中,开始 CO<sub>2</sub> 吸收反应,过程中控制水浴温度为 40℃,搅拌速度为 300rpm,实时记录 CO<sub>2</sub> 检测出口气体的浓度。当 CO<sub>2</sub> 分析仪检测的出口 CO<sub>2</sub> 浓度与进入吸收装置的 CO<sub>2</sub> 浓度对比无变化时,吸收液已达到 CO<sub>2</sub> 的饱和吸收,停止吸收反应。

## C.3.2 旋转氧弹测定诱导期

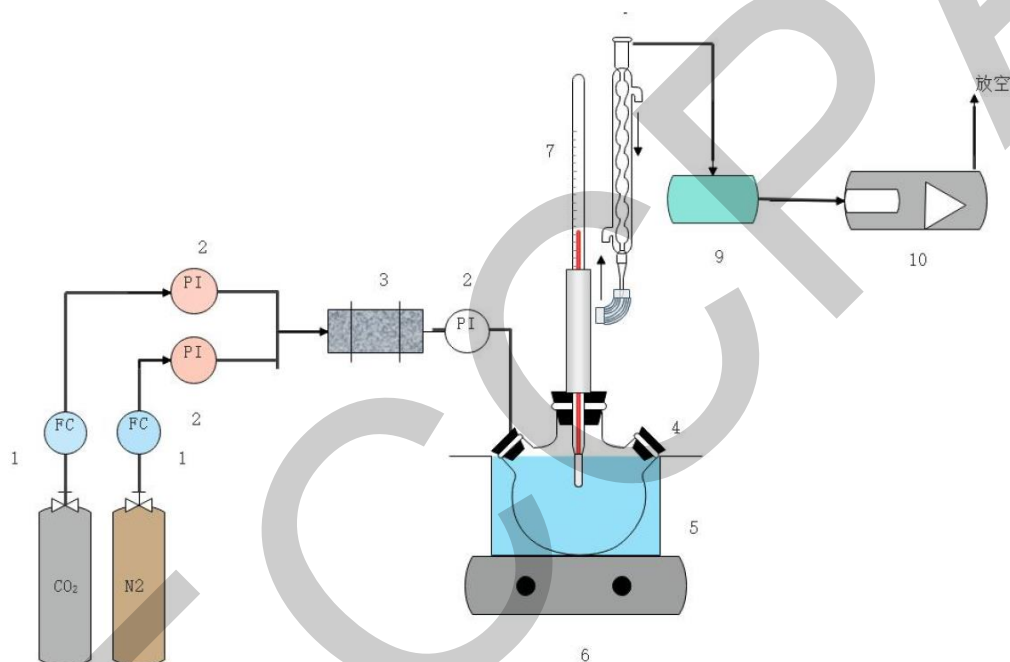
- 1) 用无水乙醇清洗玻璃容器、四氟乙烯盖子、氧弹体、氧弹体、平盖和弹柄内侧,并用氮气吹干。
- 2) 将得到的 CO<sub>2</sub> 饱和吸收液倒入图 C.2 所示的旋转氧弹盛样器中,向弹体中加入 5mL 去离子水,将盛样器轻轻滑入弹体中。在盛样器上盖上聚四氟乙烯盖子,并在聚四氟乙烯盖子的顶部放置一个固定弹簧。在氧弹平盖密封槽中的 O 形密封圈的外层涂上一层薄薄的硅酮润滑脂来提供润滑,把氧弹平盖插入氧弹体中。
- 3) 用手拧紧锁环。在压力表螺纹接头的螺纹上涂一层薄薄的硅酮润滑脂,并把压力表拧进氧弹沟槽的顶部中央。将氧气瓶的出口管线连接到氧弹弹柄的进口阀上,慢慢拧开氧气输送阀门直到压力达到 0.2MPa。关上氧气输送阀门,拧松接头或使用一个泄放阀慢慢释放压力。重复吹扫步骤两次以上;吹扫步骤要持续大约 3min。调节氧气调节阀,在室温 25℃ 下使压力达到 0.2MPa。当氧弹充满至所需的压力后,用手关紧进口阀门。并把氧弹浸入水中试漏(试漏后的要擦去氧弹表面的水分或吹风机吹干)。
- 4) 开启油浴搅拌、加热,在转速度 100r/min ± 5r/min 搅拌情况下,使油浴达到规定的试验温度 120℃。

待油浴温度恒定在  $120^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  范围后,将氧弹插入转动架中,待氧弹压力不再升高后,记录开始时间。当压力从最高点下降超过  $0.1\text{MPa}$  时,记录结束时间,完成试验。

5) 试验结束后,从油浴中取出氧弹并冷却到室温。缓慢释放掉氧弹中的气压,用无水乙醇清洗氧弹。

6) 试验开始时间与结束时间的差值,即为样品氧化安定性的诱导期,单位  $\text{min}$ 。

取三次平行测定结果的算术平均值为报告结果。三次平行测定结果的绝对差值不大于  $0.5\%$ 。



标引序号说明:

1——流量控制器; 2——压力指示器; 3——气体混合装置; 4——三颈烧瓶; 5——水浴锅; 6——磁力搅拌器;  
7——温度计; 8——冷凝管; 9——干燥器; 10—— $\text{CO}_2$  分析仪

图 C.1  $\text{CO}_2$  吸收装置示意图

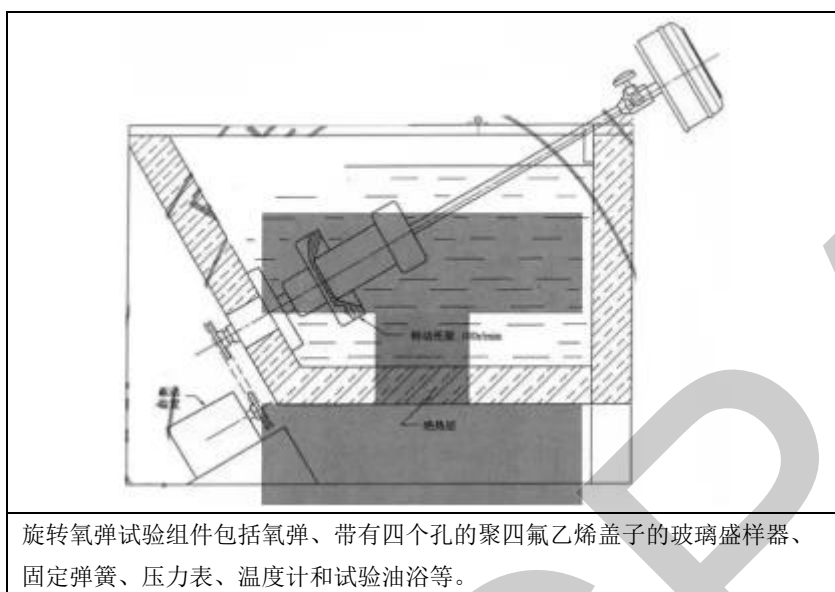


图 C. 2 旋转氧弹示意图