

# 《工业用五甲基二乙烯三胺》 编制说明

(征求意见稿)

编制单位：安徽兴欣新材料有限公司

编制日期：2025年5月

# 《工业用五甲基二乙烯三胺》

## 编制说明

### 一、任务来源

#### （一）任务来源

根据《中国化工学会团体标准管理办法》相关规定，经过公开征集、自愿申报、专家审查、学会官网公示等程序，中国化工学会批准《工业用五甲基二乙烯三胺》团体标准立项，编号为 T/CIESC157-2024。负责起草单位为安徽兴欣新材料有限公司、山东万华集团有限公司、山东中科新材料有限公司。计划 2025 年 12 月完成。

本标准由中国化工学会提出并归口，由安徽兴欣新材料有限公司牵头制定。

#### （二）标准制定的目的和意义

五甲基二乙烯三胺是一种全甲基化多胺，具有强配位能力与稳定性、高效催化性能、优良的溶解性与兼容性，因而广泛应用于高分子材料、电子与光电材料、医药与生物行业、能源与环保、化工与催化、以及处理与涂层等行业。五甲基二乙烯三胺可作为叔胺类发泡催化剂，是一种聚氨酯反应的高活性催化剂，也用于平衡整体发泡及凝胶反应，广泛用于各种聚氨酯硬泡，包括聚异氰尿酸酯板材硬泡。我国五甲基二乙烯三胺的产能主要分布在华东地区，约占全国总产能的 60% 以上，华南和华北有个别企业参与，产能较分散。受限于高纯度技术壁垒和市场需求，五甲基二乙烯三胺实际产能利用率约 60~70%。

五甲基二乙烯三胺国内生产工艺流程：以二乙烯三胺与甲醛和甲酸反应或二乙烯三胺与甲醛在催化剂和氢气存在下制得五甲基二乙烯三胺。国内生产情况见表 1。

表 1 五甲基二乙烯三胺主要生产厂家情况

序号	生产单位	生产工艺	生产能力/t	产量/t		出口量/t
				2024 年	2025 年预计产能	
1	安徽兴欣新材料有限公司	甲醛加氢	2000	2000	2000	0
2	山东中科新材料科技有限公司	甲醛加氢	1000		1000	0
3	重庆合汇制药有限公司	甲醛加氢	1000	1000	1000	0
4	江苏万盛大伟化学有限公司	甲醛加氢	500	300	300	0
5	济宁市金泰利华化工科技有限公司	甲醛加氢	500	500	500	0
合计					4800	0

五甲基二乙烯三胺行业目前处于稳步增长期，受高分子材料、电子、医药等行业推动，需求持续上升，需要建立该产品的标准控制要求，以满足客户和市场对质量的需求。标准项目的实施将具有良好的经济效益和社会效益，有利于推动下游企业的可持续发展。下游主要用户为：聚氨酯行业、环氧树脂、制药以及化学合成等行业。

该标准的制定有利于规范工业用五甲基二乙烯三胺的产品质量，减少产业链上下游之间的贸易摩擦，促进供需双方的技术交流，有利于工业用五甲基二乙烯三胺产业持续稳定发展。

## 二、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求，《工业用五甲基二乙烯三胺》团体标准的编制完成了以下工作：

### （一）资料的收集

在标准编制过程中，起草工作组收集了以下资料：

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

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 12463 危险货物运输包装通用技术条件

JT/T 617 危险货物道路运输规则

### （二）标准的起草

1. 2024年6月至9月，通过电话、邮件、视频会议等调研了国内五甲基二乙烯三胺产品的主要生产企业和产品主要用户，广泛听取意见和建议，充分掌握国内五甲基二乙烯三胺生产技术现状以及市场需求。

2. 2024年10月30日，中国化工学会《工业用五甲基二乙烯三胺》团标制定工作会于线上召开，成立了由安徽兴欣新材料有限公司、山东中科新材料科技有限公司、山东万华集团、中国化工情报信息协会等生产、销售、科研等方面的单位组成的标准制定工作组。各标准起草单位会议代表对标准草案（工作组讨论稿）逐项进行了讨论，初步拟定了设项和指标的要求，并制定了详实的试验验证计划，对方法和指标进行进一步验证。

3. 2024年11月1日至2025年3月15日，安徽兴欣新材料有限公司推荐本标准起草专家，工作组依据专家和企业的意见，修改完成工作组稿。

4. 2025年4月至2024年5月，工作组成员根据启动会讨论内容和要求，开展验证试验，按照标准指标项要求，开展了产品指标数据验证试验，并在此基础上统一各方意见，形成标准征求意见稿。

### （三）主要参加单位和工作组成员

标准牵头单位为安徽兴欣新材料有限公司，中国化工情报信息协会，工作组成员具体情况如表 2 所示。

表 2 主要参加单位和工作组成员表

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
孔明	安徽兴欣新材料有限公司	化学工程	research004@xingxinchem.com
刘帅	安徽兴欣新材料有限公司	应用化学	newshine2008@126.com
吴丽梅	安徽兴欣新材料有限公司	品质管理	1521284465@qq.com
付佳奇	安徽兴欣新材料有限公司	分析测试	research014@xingxinchem.com
刘振国	山东万华化学集团股份有限公司	精细化工	zgliu@whchem.com
吴延珍	山东中科新材料科技有限公司	分析测试	zkxcl@cas-new.cn

### 三、编写原则和确定标准主要内容的依据

#### （一）标准的编写原则

本次制标工作严格按照 GB/T 1.1—2020 的规定进行标准的编写和表述，并遵循以下基本原则：

- 第一、标准技术要求尽可能与国际市场接轨；
- 第二、符合国内生产现状；
- 第三、切合国内市场对产品质量的需求；
- 第四、所选用分析检测方法方便使用，有利于贸易。

#### （二）确定标准主要内容的依据

##### 1. 指标项的确定

甲基二乙烯三胺产品没有相关国内外已发布的标准，起草组收集了安徽兴欣新材料有限公司、山东中科新材料科技有限公司、重庆合汇制药有限公司、江苏万盛大伟化学有限公司、济宁市金泰利华化工科技有限公司、德州鲁恩新材料科技有限公司、江苏大江新材料化工有限公司的企业内部标准进行整理，如表 3 所示：

表 3 五甲基二乙烯三胺国内企业标准指标对比表

序号	企业名称	项目			
		外观	五甲基二乙烯三胺, w/%	水分, w/%	色度/黑曾 ≤
1	山东中科新材料科技有限公司	无色至浅黄色透明液体	≥98.0	≤0.5	≤100
2	重庆合汇制药有限公司	无色或浅黄色透明液体	≥98.0	≤0.5	≤100
3	江苏万盛大伟化学有限公司	无色至微黄色透明液体	≥98.5	≤0.5	≤100
4	济宁市金泰利华化工科技有限公司	无色液体	≥98.0	≤0.5	-
5	德州鲁恩新材料科技有限公司	透明液体，无机械杂质	≥98.0	≤1.0	≤100
6	江苏大江新材料化工有限公司	无色至浅黄色透明液体	≥98.0	≤0.25	-

表 3 五甲基二乙烯三胺国内企业标准指标对比表（续）

序号	企业名称	项目			
		外观	五甲基二乙烯三胺, w/%	水分, w/%	色度/黑曾 ≤
7	安徽兴欣新材料有限公司	无色或浅黄色透明液体	≥98.0	≤0.4	≤40
		无色或浅黄色透明液体	≥99.0	≤0.3	≤30

注：德州鲁恩新材料科技有限公司技术指标制定的是“含量”，其他企业技术指标制定的是“纯度”，所以统一改为：五甲基二乙烯三胺。

根据搜集的企业标准资料（见表 3）和行业调研情况以及客户的需求，拟设置技术指标为外观、五甲基二乙烯三胺含量、水分含量和色度，各指标要求详见表 4，各指标设置理由如下：

外观：五甲基二乙烯三胺在常温常压下为无色或浅黄色透明溶液，为避免机械杂质、异物等混入，需设置“外观”质量指标进行检测和控制。

五甲基二乙烯三胺含量：主含量指标的控制是首要的，五甲基二乙烯三胺的含量决定了其作为聚氨酯发泡催化剂活性的高低。

水分：水含量过高会降低五甲基二乙烯三胺化学活性和纯度，并且异氰酸酯和水会反应放出二氧化碳，水分过高不利于扩链反应的准确控制和凝胶反应的发生，因而需要严格控制五甲基二乙烯三胺中的水分，因此需将“水分”项目设置为技术指标项目。

色度：五甲基二乙烯三胺其分子结构中含有叔氨基，容易被空气氧化，导致溶液颜色变深。因此需测量色度可以检查五甲基二乙烯三胺产品是否符合规格要求，确保产品质量稳定，有效保障其在聚氨酯行业的工业应用标准和性能稳定性。

## 2. 试验方法的确定

### 1) 外观的测定

取适量样品于透明取样瓶中，在自然光或日光灯下目视检查。

### 2) 五甲基二乙烯三胺含量的测定

由于五甲基二乙烯三胺生产过程中产生的杂质主要是性质极为接近的同分异构体，气相色谱因其高分离效率和灵敏度，成为分析此类复杂体系的最佳选择。综合五甲基二乙烯三胺实际的生产工艺条件以及生产过程的跟踪检验，发现生产五甲基二乙烯三胺过程中产生的杂质沸点与其较为接近，采用恒温检测的结果显示五甲基二乙烯三胺与杂质出峰位置接近，分离度不够，因此采用程序升温检验方法，并经分析方法

验证，五甲基二乙烯三胺的准确度、精密度和各组分的分离度均符合要求（验证的数据见附录 D），故采用程序升温条件进行检验。

采用毛细管柱气相色谱法，面积归一化法定量。开展的色谱试验包括：

对各参编单位的色谱操作条件进行了对比选择；采用气相色谱法对样品中组分含量进行了测定；进行了精密度试验，按《重复性和再现性试验方案》进行试验。色谱试验结果和分析见附录 D《试验报告》。

### 3) 水分的测定

按按 GB/T 6283 的卡尔·费休滴定法的规定进行测定。

### 4) 色度的测定

按 GB/T 605 的规定进行测定（仲裁法）。也可用其他合适的方法测定。

## 3. 指标值的设定

本标准指标值的设定是在工作组成员单位提供企业实际生产产品质量数据的基础上，综合行业实际情况设定。指标值验证数据及指标要求见表 4，各企业实验数据见附录 A、附录 B 和附录 C。

表 4 参编单位工业用五甲基二乙烯三胺批次检测结果及与标准拟定指标

拟定指标	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
	无色或微黄色液体		≥99.0	≥98.0	≤0.3	≤0.5	≤50	≤100
安徽兴欣	无色或微黄色液体		99.1091	98.6972	0.07543	0.35465	21	88
	无色或微黄色液体		99.1316	98.7073	0.07852	0.37513	22	87
	无色或微黄色液体		99.1270	98.7270	0.07633	0.35417	22	87
	无色或微黄色液体		99.1278	98.7487	0.07956	0.36791	22	88
	无色或微黄色液体		99.1259	98.7156	0.07841	0.38518	22	88
	无色或微黄色液体		99.1198	98.7231	0.07789	0.37455	22	87
	无色或微黄色液体		99.1556	98.7015	0.07914	0.36894	21	87
	无色或微黄色液体		99.1576	98.6952	0.07901	0.35949	22	88
	无色或微黄色液体		99.1514	98.6899	0.7701	0.3533	21	87
	无色或微黄色液体		99.1503	98.7305	0.7628	0.3689	22	87
山东中科	无色或微黄色液体		99.34	-	0.15	-	18	-
	无色或微黄色液体		99.34	-	0.17	-	15	-
	无色或微黄色液体		99.34	-	0.16	-	18	-
	无色或微黄色液体		99.32	-	0.14	-	18	-
	无色或微黄色液体		99.26	-	0.16	-	18	-
	无色或微黄色液体		99.35	-	0.18	-	17	-
	无色或微黄色液体		99.34	-	0.20	-	14	-
	无色或微黄色液体		99.33	-	0.23	-	20	-
	无色或微黄色液体		99.32	-	0.19	-	20	-
无色或微黄色液体		99.32	-	0.19	-	20	-	

表 4 参编单位工业用五甲基二乙烯三胺批次检测结果及与标准拟定指标（续）

拟定指标	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
	无色或微黄色液体		≥99.0	≥98.0	≤0.3	≤0.5	≤50	≤100
山东万华化学	无色或微黄色液体		99.73	-	0.13	-	10	-
	无色或微黄色液体		99.72	-	0.08	-	10	-
	无色或微黄色液体		99.88	-	0.03	-	5	-
	无色或微黄色液体		99.82	-	0.03	-	10	-
	无色或微黄色液体		99.75	-	0.05	-	15	-
	无色或微黄色液体		99.71	-	0.06	-	15	-
	无色或微黄色液体		99.74	-	0.04	-	15	-
	无色或微黄色液体		99.64	-	0.04	-	15	-
	无色或微黄色液体		99.61	-	0.05	-	10	-
	无色或微黄色液体		99.59	-	0.05	-	15	-
结论	符合拟定标准		符合拟定标准		符合拟定标准		符合拟定标准	

通过上述数据看出，标准中拟制定的项目和指标均适用、可行。

#### 四、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准的制定，有助于进一步规范行业秩序，提升行业质量水平，促进行业技术水平的不断提升。标准实施后有助于增强行业的国际竞争力，促进国内企业的出口，为国内企业创造更大的利润空间。

#### 五、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

起草单位对国内外标准资料进行了收集工作，未检索到有关工业用五甲基二乙烯三胺的国外标准。

#### 六、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

该标准严格遵循国务院印发的《深化标准化工作改革方案》（国发[2015]13号）中关于培育和发展团体标准的各项改革措施要求。同时，与国家标准化委员会修改标准化法和《关于培育和发展团体标准的指导意见》相协调，从而确保该标准可为相关法律法规的制定和实施提供支撑。

该标准在制定过程中，以尽量直接引用的方式与相关现行标准实现协调和衔接。

#### 七、贯彻实施标准的措施和建议

本标准制定后，将统一各生产企业的产品质量标准，希望各生产企业严格执行标准的要求，共同维护行业的发展。

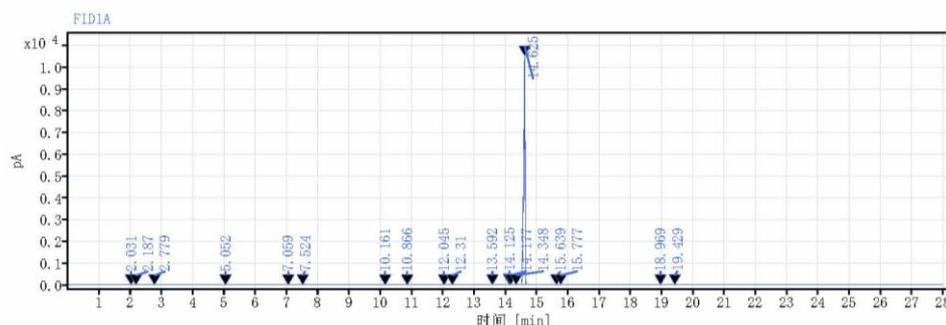
#### 八、其他应予以说明的事项

无。

## 附录 A 安徽兴欣新材料有限公司试验数据

### A.1 工业用五甲基二乙烯三胺含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
2.031	0.07	2.62	1.65	0.01
2.187	0.10	2.71	2.11	0.01
2.779	0.17	2.36	1.07	0.01
5.052	0.49	13.04	3.81	0.04
7.059	0.17	2.81	1.18	0.01
7.524	0.26	23.13	8.70	0.07
10.161	0.20	3.35	1.15	0.01
10.866	0.18	2.57	0.97	0.01
12.045	0.20	2.71	1.11	0.01
12.310	0.20	8.00	2.98	0.02
13.592	0.14	4.95	1.81	0.01
14.125	0.11	69.77	26.54	0.20
14.177	0.13	22.36	9.05	0.06
14.348	0.17	25.07	9.57	0.07
14.625	0.46	35195.17	10516.86	99.21
15.639	0.11	3.16	1.30	0.01
15.777	0.31	28.76	10.13	0.08
18.969	0.19	21.10	7.70	0.06
19.429	0.17	40.28	15.25	0.11
<b>总和</b>		<b>35473.92</b>		

### A.2 其他指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 A.1 所示。

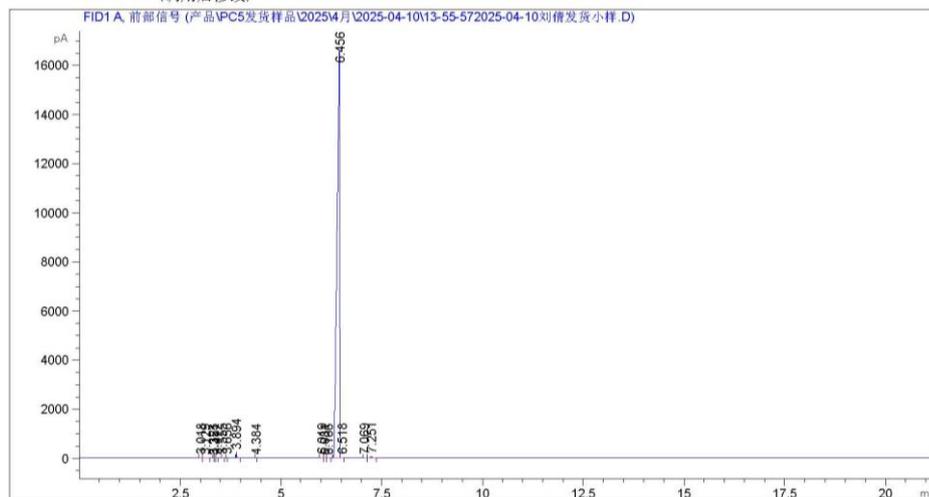
表 A.1 安徽兴欣公司五甲基二乙烯三胺拟定指标检测结果

批次数据	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
1	无色或微黄色液体		99.1091	98.6972	0.07543	0.35465	21	88
2	无色或微黄色液体		99.1316	98.7073	0.07852	0.37513	22	87
3	无色或微黄色液体		99.1270	98.7270	0.07633	0.35417	22	87
4	无色或微黄色液体		99.1278	98.7487	0.07956	0.36791	22	88
5	无色或微黄色液体		99.1259	98.7156	0.07841	0.38518	22	88
6	无色或微黄色液体		99.1198	98.7231	0.07789	0.37455	22	87
7	无色或微黄色液体		99.1556	98.7015	0.07914	0.36894	21	87
8	无色或微黄色液体		99.1576	98.6952	0.07901	0.35949	22	88
9	无色或微黄色液体		99.1514	98.6899	0.07701	0.3533	21	87
10	无色或微黄色液体		99.1503	98.7305	0.07628	0.3689	22	87

## 附录 B 山东中科新材料科技有限公司试验数据

### B.1 工业用五甲基二乙烯三胺含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



面积百分比报告

排序 : 信号  
 乘积因子 : 1.0000  
 稀释因子 : 1.0000  
 样品量 : 2.000000000e-1 [ng/ul] (校正中没有使用)  
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID1 A, 前部信号

峰 #	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积 [pA*s]	峰高 [pA]	峰面积 %
1	3.018	BB	0.0162	8.29698	7.33696	0.01114
2	3.129	BB	0.0367	9.82440	3.61332	0.01319
3	3.323	VV	0.0144	1.02974	1.15619	0.00138
4	3.351	VB	0.0152	1.19636	1.24740	0.00161

峰 #	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积 [pA*s]	峰高 [pA]	峰面积 %
5	3.412	BB	0.0204	2.47918	2.01022	0.00333
6	3.555	BB	0.0168	5.42996	4.96247	0.00729
7	3.656	BB	0.0153	11.36636	11.74326	0.01526
8	3.894	BB	0.0163	234.15575	222.87132	0.31427
9	4.384	BB	0.0181	1.54386	1.37892	0.00207
10	6.019	BV	0.0330	13.17259	6.39201	0.01768
11	6.081	VB	0.0349	5.10227	2.30081	0.00685
12	6.166	BB	0.0359	6.76276	3.04197	0.00908
13	6.456	BV R	0.0600	7.40630e4	1.63057e4	99.40179
14	6.518	VB E	0.0245	23.64754	14.12671	0.03174
15	7.069	BB	0.0264	7.55043	4.54077	0.01013
16	7.251	BB	0.0300	114.16005	60.54524	0.15322

总量 : 7.45087e4 1.66530e4

### B.2 其他指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 B.1 所示。

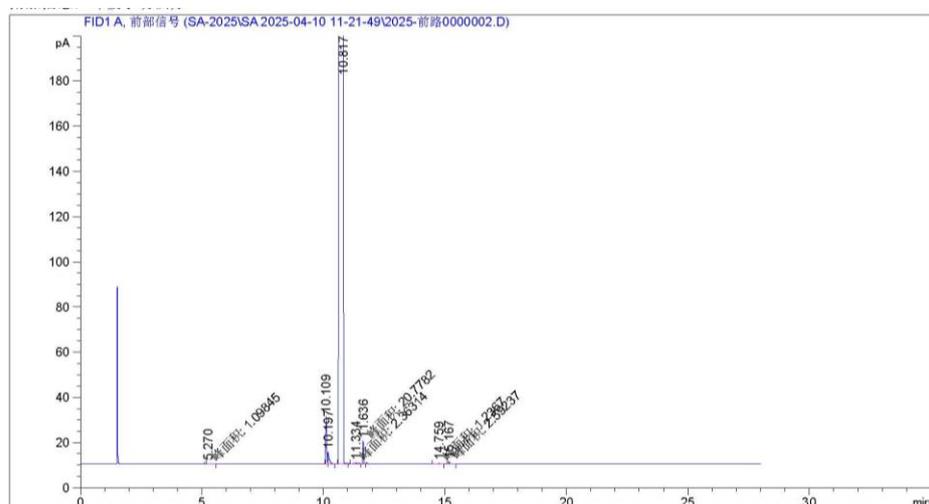
表 B.1 山东中科公司五甲基二乙烯三胺拟定指标检测结果

批次数据	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
1	无色或微黄色液体		99.34	-	0.15	-	18	-
2	无色或微黄色液体		99.34	-	0.17	-	15	-
3	无色或微黄色液体		99.34	-	0.16	-	18	-
4	无色或微黄色液体		99.32	-	0.14	-	18	-
5	无色或微黄色液体		99.26	-	0.16	-	18	-
6	无色或微黄色液体		99.35	-	0.18	-	17	-
7	无色或微黄色液体		99.34	-	0.20	-	14	-
8	无色或微黄色液体		99.33	-	0.23	-	20	-
9	无色或微黄色液体		99.32	-	0.19	-	20	-
10	无色或微黄色液体		99.32	-	0.19	-	20	-

## 附录 C 山东万华化学集团股份有限公司检测安徽兴欣新材料有限公司样品试验数据

### C.1 工业用五甲基二乙烯三胺含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



面积百分比报告

排序 : 信号  
 乘积因子 : 1.0000  
 稀释因子 : 1.0000  
 内标使用乘积因子和稀释因子

信号 1: FID1 A, 前部信号

峰 #	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积 [pA*s]	峰高 [pA]	峰面积 %
1	5.270	MM	0.1158	1.09845	1.58034e-1	0.00301
2	10.109	BV	0.0375	51.57006	21.08119	0.14150
3	10.197	VB	0.0548	20.28047	5.28149	0.05565
4	10.817	BB	0.0759	3.63443e4	5977.02197	99.72583
5	11.334	MM	0.0812	2.36314	4.85214e-1	0.00648
6	11.636	MM	0.0345	20.77823	10.04273	0.05701
7	14.759	MM	0.0501	1.23670	4.11485e-1	0.00339
8	15.167	MM	0.0456	2.59237	9.47402e-1	0.00711

峰 #	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积 [pA*s]	峰高 [pA]	峰面积 %
总量 :				3.64442e4	6015.42952	

### C.2 其他指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 A.1 所示。

表 C.1 山东万华化学集团股份有限公司检测安徽兴欣新材料有限公司样品检测结果

批次数据	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
1	无色或微黄色液体		99.73	-	0.13	-	10	-
2	无色或微黄色液体		99.72	-	0.08	-	10	-
3	无色或微黄色液体		99.88	-	0.03	-	5	-
4	无色或微黄色液体		99.82	-	0.03	-	10	-
5	无色或微黄色液体		99.75	-	0.05	-	15	-
6	无色或微黄色液体		99.71	-	0.06	-	15	-

表 C.1 山东万华化学集团股份有限公司检测安徽兴欣新材料有限公司样品检测结果(续)

批次数据	外观		含量 w/%		水分 w/%		色度/黑曾	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
7	无色或微黄色液体		99.74	-	0.04	-	15	-
8	无色或微黄色液体		99.64	-	0.04	-	15	-
9	无色或微黄色液体		99.61	-	0.05	-	10	-
10	无色或微黄色液体		99.59	-	0.05	-	15	-

## 附录D 工业用五甲基二乙烯三胺试验报告

### D.1 试验依据

- ①GB/T 35655-2017 《化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南 色谱分析》
- ②GB/T 20001.4-2015 《标准编写规则 第4部分 试验方法标准》
- ③GB/T 9722-2023 《化学试剂 气相色谱法通则》
- ④GB/T 6379.2-2004 《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》
- ⑤GB/T 6379.4-2006 《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法》
- ⑥GB/T 6379.6-2009 《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第6部分：准确度值的实际应用》
- ⑦GB/T 605-2006 《化学试剂 色度测定通用方法》
- ⑧GB/T 6283-2008 《化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）》
- ⑨GB/T 36761-2018 《工业用乙二胺》

### D.2 验证项目及要求

表 D.1 验证项目及要求

序号	检验项目	验证项目	验证方法	验证	评价方式及要求
1	五甲基二乙烯三胺测定	选择性	/	程序升温色谱条件	无干扰, 相邻分离度 $\geq 1.5$
2		检出限	信噪比法		$> 3$ 倍 S/N
3		定量限	信噪比法		$> 10$ 倍 S/N
4		线性与范围	/		$r \geq 0.997$
5		精密度	重复性		$RSD \leq 1.5\%$
			再现性		$RSD \leq 2.0\%$
6	正确度	加标回收法	$95\% \leq r \leq 102\%$		
9	色度测定	色度测定	铂-钴	目视比色法	/
10	水分测定	水分测定	卡尔费休	容量法	/

### D.3 试验仪器与设备

表 D.2 试验仪器与设备

名称	型号	编号	计量日期	有效期至
气相色谱仪	安捷伦 8860	GC-10	2024-11-05	2026-11-04
气相色谱仪	安捷伦 8860	GC-11	2024-11-05	2026-11-04
电子天平	BSA124S-CW	TP-4	2024-11-05	2025-11-04
全自动卡尔费休水分测定仪	AKF-V6	SF-4	2024-11-05	2025-11-04

#### D.4 色谱条件

表 D.3 色谱条件

色谱柱	5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷毛细管柱, 30m*0.32mm*1.0 $\mu$ m, 或等效柱
汽化室温度	280 $^{\circ}$ C
检测器温度	300 $^{\circ}$ C
柱温箱	程序升温
	50 $^{\circ}$ C保持 3min, 升温速率 10 $^{\circ}$ C/min, 290 $^{\circ}$ C保持 1min
气体流量	氢气流量: 30mL/min, 空气流量: 400mL/min, 尾吹气流量: 25mL/min
载气 (N <sub>2</sub> ) 柱流量 (mL/min)	2.0
分流比	60:1
进样体积	0.2 $\mu$ L

#### D.5 对照品和供试品

表 D.4 对照品和供试品

分类	序号	品名	供应商/来源
对照品	1	叔戊基胺	上海展云
	2	三甲基乙二胺	罗恩
	3	N,N-二甲氨基乙基-N-甲基氨基乙醇	阿拉丁
	4	三甲基二乙烯三胺	罗恩
	5	N,N,4-三甲基哌嗪-1-乙胺	罗恩
供试品	6	五甲基二乙烯三胺	安徽兴欣
标准品	7	五甲基二乙烯三胺 (纯度 98.42%)	罗恩
	8	五甲基二乙烯三胺 (纯度 99.45%)	阿拉丁

#### D.6 技术指标

表 D.5 技术指标

五甲基二乙烯三胺	检测项目	优等品	合格品
	外观	无色或微黄色透明液体	
	五甲基二乙烯三胺, w/%	$\geq 99.0$	$\geq 98.0$
	色度 (铂-钴色号) /Hazen 单位	$\leq 50$	$\leq 100$
	水分, w/%	$\leq 0.30$	$\leq 0.50$

#### D.7 验证项目

##### D.7.1 五甲基二乙烯三胺测定

##### D.7.1.1 选择性、检出限和定量限

##### D.7.1.1.1 溶液制备

①空白溶液: 乙醇 (色谱纯), 此溶液命名为 kb。

②对照品溶液：分别取对照品 1uL 于 5 个已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10mL 容量瓶中，再加入乙醇（色谱纯）进行定容，此溶液命名为 dz1、dz2、dz3、dz4、dz5。

③供试品溶液：取供试品 1uL 已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10mL 容量瓶中，再加入乙醇（色谱纯）进行定容，此溶液命名为 gsp。

④混合溶液：分别取对照品 1uL 于已盛装适量供试品的 10mL 容量瓶中，加入供试品进行定容，此溶液命名为 hhy

⑤检出限和定量限溶液：

储备溶液：将供试品取 10uL 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10mL 容量瓶中，加入乙醇（色谱纯）进行定容，此溶液命名为 cby1。

**检出限溶液：**将 cby1 取 10uL 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10mL 容量瓶中，加入乙醇（色谱纯）进行定容，此溶液中含供试品约 1mg/L，命名为 LOD。

**定量限溶液：**将 cby1 取 30uL 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10mL 容量瓶中，加入乙醇（色谱纯）进行定容，此溶液中含供试品约 3mg/L，命名为 LOQ。

#### D. 7. 1. 1. 2 进样序列

表 D. 6 进样序列

进样序列	溶液名称	进样次数
1	kb	2 针
2	dz1	2 针
3	dz2	2 针
4	dz3	2 针
5	dz4	2 针
6	dz5	2 针
7	Gsp	2 针
8	hhy	2 针
9	kb	1 针
10	LOD	3 针
11	LOQ	3 针

#### D. 7. 1. 1. 3 结果与结论

①表 D.7 中对照品与供试品的分离度测定结果显示：空白溶液对对照品溶液及供试品溶液（目标峰）的出峰均无干扰，且各个对照品溶液及供试品溶液（目标峰）相邻分离度均大于 1.5，选择性符合要求。

表 D.7 对照品与供试品的分离度

分类	出峰序号	品名	分离度
对照品	1	叔戊基胺	/
	2	三甲基乙二胺	46.7
	3	N,N-二甲氨基乙基-N-甲基氨基乙醇	90.0
	4	三甲基二乙烯三胺	6.4
供试品	5	五甲基二乙烯三胺	9.4
对照品	6	N,N,4-三甲基哌嗪-1-乙胺	16.6

②表 D.8 中检出限与定量限测定结果显示：检出限  $S/N > 3$  倍，检出限符合要求；定量限  $S/N > 10$  倍，定量限符合要求。

表 D.8 检出限与定量限测定结果

溶液名称	进样次数	S/N	平均值
检出限溶液	第 1 针	4.54	4.51
	第 2 针	4.47	
定量限溶液	第 1 针	17.62	16.76
	第 2 针	15.89	

#### D.7.1.2 线性与范围

##### D.7.1.2.1 溶液制备及进样序列

表 D.9 溶液制备及进样序列

溶液名称	溶液浓度 (%)	配制方法	进样次数
1	0	乙醇（色谱醇）直接进样	0
2	0.05	取 1% 溶液 5ml 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 100ml 容量瓶中，加入乙醇（色谱醇）进行定容。	1
3	1	取 5% 溶液 2ml 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10ml 容量瓶中，加入乙醇（色谱醇）进行定容。	1
4	5	取 10% 溶液 5ml 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10ml 容量瓶中，加入乙醇（色谱醇）进行定容。	1
5	10	取 50% 溶液 2ml 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10ml 容量瓶中，加入乙醇（色谱醇）进行定容。	1
6	50	取供试品 5ml 于已盛装有适量乙醇（色谱纯）的 10ml 容量瓶中，加入乙醇（色谱醇）进行定容。	1
7	100	供试品	1
8	150	供试品直接进样，将进样量改为 0.3ul	1
9	200	供试品直接进样，将进样量改为 0.4ul	1

##### D.7.1.2.2 结果与结论

表 D.10 的线性测定结果显示：线性系数  $r \geq 0.997$ ，线性范围符合要求。

表 D. 10 线性测定结果

溶液名称	溶液浓度 (%)	峰面积 (pA.s)	线性回归方程图
1	0	0	<p style="text-align: center;">线性回归方程</p> <p style="text-align: center;">线性系数 <math>r=0.99965</math></p>
2	0.05	164.5695	
3	1	320.3050	
4	5	1637.0590	
5	10	3371.3235	
6	50	15815.5130	
7	100	33868.7735	
8	150	48320.2690	
9	200	63866.5595	

### D. 7. 1. 3 精密度

#### D. 7. 1. 3. 1 溶液制备及进样序列

##### ①重复性:

空白溶液: 乙醇(色谱纯), 此溶液命名为 kb, 共 2 针; 供试品直接进样, 共 6 针。在安捷伦 GC-10 色谱仪进样。

##### ②再现性:

空白溶液: 乙醇(色谱纯), 此溶液命名为 kb, 共 2 针; 供试品直接进样, 共 6 针。在安捷伦 GC-11 色谱仪进样。

#### D. 7. 1. 3. 2 结果与结论

表 D.11 中重复性和再现性测定结果显示: 重复性  $RSD \leq 1.5\%$ , 再现性  $RSD \leq 2.0\%$ , 均符合要求。绝对差值  $\leq 0.20\%$ 。

表 D. 11 重复性和再现性测定结果

GC-10 色谱仪重复性		GC-11 色谱仪重复性		再现性
进样针数	纯度 (%)	进样针数	纯度 (%)	无内容
第 1 针	99.1091	第 1 针	99.1556	
第 2 针	99.1316	第 2 针	99.1576	
第 3 针	99.1270	第 3 针	99.1514	
第 4 针	99.1278	第 4 针	99.1503	
第 5 针	99.1259	第 5 针	99.1494	
第 6 针	99.1198	第 6 针	99.1477	

表 D.11 重复性和再现性测定结果 (续)

GC-10 色谱仪重复性		GC-11 色谱仪重复性		再现性	
绝对差值	0.0225	绝对差值	0.0099	无内容	
平均值	99.1235	平均值	99.1520	平均值	99.1378
相对标准偏差 RSD (%)	0.0081	相对标准偏差 RSD (%)	0.0038	相对标准偏差 RSD (%)	0.0162

## D.7.1.4 准确度

## D.7.1.4.1 溶液制备及进样序列

空白溶液：乙醇（色谱醇），此溶液命名为 kb，共 2 针；供试品直接进样，共 2 针；标准品直接进样，每个各 2 针，共 4 针。在安捷伦 GC-10 色谱仪进样。将空白溶液、供试品、标准品按照以上方式同样在安捷伦 GC-11 色谱仪进样。

## D.7.1.4.2 结果与结论

表 D.12 中加标回收率测定结果显示：加标回收率  $r$  符合  $95\% \leq r \leq 102\%$  要求。绝对差值  $\leq 0.20\%$ 。

表 D.12 加标回收率测定结果

标准品：五甲基二乙烯三胺（纯度 98.42%）								
色谱仪编号	进样针数	含量 (%)	平均值 (%)	总平均值 (%)	理论值 (%)	回收率 (%)	总回收率 (%)	绝对差值
GC-11	第一针	98.6972	98.7023	98.7200	98.42	100.29	100.30	0.0101
	第二针	98.7073						
GC-10	第一针	98.7270	98.7379			100.32		0.0217
	第二针	98.7487						
标准品：五甲基二乙烯三胺（纯度 99.45%）								
色谱仪编号	进样针数	含量 (%)	平均值 (%)	总平均值 (%)	理论值 (%)	回收率 (%)	总回收率 (%)	绝对差值
GC-11	第一针	99.6188	99.6164	99.6051	99.45	100.17	100.16	0.0048
	第二针	99.6140						
GC-10	第一针	99.5939	99.5938			100.14		0.0003
	第二针	99.5936						

## D.7.2 色度测定

## D.7.2.1 测定方法

GB/T 605-2006 《化学试剂 色度测定通用方法》

## D.7.2.2 测定结果

表 D.13 色度测定结果

样品次数	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	相对标准偏差 RSD(%)
色度/黑曾 (铂-钴色号)	21	22	22	22	22	22	21	22	21.75	2.1283
色度/黑曾 (铂-钴色号)	88	87	87	88	88	87	87	88	87.5	0.6109

### 7.3 水分测定

#### 7.3.1 测定方法

水分的测定按照 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）》的规定进行。

#### 7.3.2 测定结果

表 D.14 为按照 GB/T 6283-2008 的卡尔·费休法（通用方法）进行水分测定的结果，结果显示：水分含量的绝对差值 $\leq 0.05\%$ 。

表 D.14 水分测定结果

样品次数	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	绝对差值	相对标准偏差 RSD (%)
水分 (w%)	0.07543	0.07852	0.07633	0.07956	0.07841	0.07789	0.07914	0.07901	0.07803 6	0.0041 3	1.8499
水分 (w%)	0.35465	0.37513	0.35417	0.36791	0.38518	0.37455	0.36894	0.35949	0.36750 6	0.0310 1	2.9625