ICS 71.100.99
CCS G 85

T/CS

团 体 标 准

T/CS 047—2025

工业级甲基肼副产偏二甲肼

Industrial-grade methylhydrazine by-product 1,1-dimethylhydrazine

2025－05－21 发布 2025－05－ 21 实施

中国商品学会 发 布

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　分子式和相对分子质量 1
5　技术要求 1
6　试验方法 2
7　检验规则 4
8　标签、标志 4
9　包装、运输和贮存 5
附录 A（规范性）　偏二甲肼质量分数、水分质量分数、其他单个杂质质量分数试验方法 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。

本文件由东力（南通）化工有限公司提出。

本文件由中国商品学会归口。

本文件起草单位：东力（南通）化工有限公司、如东县产商品质量监督检验所、烟台星火新材料有限公司、蓬莱红卫化工有限公司、成都维诺标科技有限公司。

本文件主要起草人：周建、王全、周俊建、徐洪涛、王平轶、另源琳。

工业级甲基肼副产偏二甲肼

1 范围

本文件规定了工业级甲基肼副产偏二甲肼（简称“偏二甲肼”）的技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业级甲基肼生产的副产物中提炼的偏二甲肼。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3634.2—2011 氢气 第2部分：纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 4844—2011 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：$(CH_3)_2NNH_2$。

相对分子质量：60.10（按2023年国际相对原子质量）。

5 技术要求

5.1 外观

无色或微黄色的透明液体。

5.2 性能指标

应符合表1的规定。

表 1　性能指标

项目	指标
偏二甲肼质量分数/%	≥95.0
其他单个杂质质量分数/%	≤0.5
水分质量分数/%	≤1.0
颗粒物质量浓度/（mg/L）	≤10

6　试验方法

6.1　警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.2　一般规定

除另有规定外，本文件所用试剂均为分析纯试剂。溶液和制剂的制备按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定进行。水指 GB/T 6682—2008 中规定的三级水；氢气指 GB/T 3634.2—2011 中规定的高纯氢；氮气指 GB/T 4844—2011 中规定的高纯氮。

6.3　外观

在常温、自然光条件下，于白色衬底的密闭容器中用目视法检验。

6.4　偏二甲肼质量分数、水分质量分数、其他单个杂质质量分数

按附录 A 的规定进行。

6.5　颗粒物质量浓度

6.5.1　试剂和材料

6.5.1.1　异丙醇。
6.5.1.2　滤膜：孔径 0.5 μm、10 μm，直径 47 mm 的聚四氟乙烯滤膜或类似规格的其他滤膜。
6.5.1.3　垫片：乙丙橡胶材质。

6.5.2　仪器设备

6.5.2.1　分析天平：感量 0.1 mg。
6.5.2.2　电热干燥箱（不使用空气循环）：70 ℃。
6.5.2.3　抽滤瓶：2000 mL。
6.5.2.4　平头镊子。
6.5.2.5　真空泵或玻璃水泵。
6.5.2.6　玻璃砂芯（40 mm～60 mm）过滤装置。
6.5.2.7　洗瓶：500 mL。
6.5.2.8　贮瓶：1000 mL。

6.5.3　试验步骤

6.5.3.1 试验准备

所有玻璃容器和过滤装置应经洗涤剂和水洗涤干净后再用异丙醇淋洗、风干或烘干后放在干燥器中备用。

6.5.3.2 异丙醇过滤

异丙醇过滤采用玻璃砂芯过滤，按如下步骤过滤：

a) 将一张垫片放在漏斗的砂芯上，用平头镊子夹取一张 0.5 μm 滤膜放在垫片上，再将一张垫片放在滤膜上，装上漏斗，并用铝夹夹紧；
b) 用少量异丙醇浸润滤膜，检查滤膜放置位置，再接通真空泵，量取 50 mL 的异丙醇至抽滤瓶中，得到经 0.5 μm 过滤的异丙醇；
c) 取下抽滤瓶，用滤液依次冲洗滤瓶和异丙醇贮瓶，最后倒掉冲洗液。重复以上步骤 3 次，得到 150 mL 异丙醇溶剂。

6.5.3.3 试验

按以下步骤进行试验：

a) 用平头镊子夹取经异丙醇浸泡的两张孔径 10 μm 的滤膜，分别放入标有“试验滤膜”和“对照滤膜”的培养皿中于 70 ℃电热干燥箱中烘干 0.5 h，再置于恒温天平室内的干燥器中，并称量至恒重，记录过滤前“试验滤膜”质量 m_1 和“对照滤膜”质量 m_3；
b) 将一张垫片放在漏斗的砂芯上，用平头镊子夹取对照滤膜放在垫片上，再将试验滤膜放在对照滤膜上，然后将一张垫片放在试验滤膜上，装上漏斗，并用铝夹夹紧；
c) 用少量异丙醇浸润试验滤膜，按要求放置滤膜后，接通真空泵，在真空下将少量异丙醇过滤到抽滤瓶中；
d) 更换为专供接收偏二甲肼样品的抽滤瓶；
e) 将 500 mL 偏二甲肼样品转入漏斗内。用洁净的表面皿盖上漏斗。接通真空系统，开始抽滤至完成；
f) 更换为专供接收异丙醇的抽滤瓶；
g) 用异丙醇自上而下冲洗漏斗壁，再自边缘向其中心冲洗滤膜表面；
h) 拆除过滤装置，用平头镊子小心取出“试验滤膜”和“对照滤膜”，放入带标记的培养皿中，按步骤 a）进行烘干、恒温、称量，直至恒重，记录过滤后“试验滤膜”质量 m_2 和“对照滤膜”质量 m_4；
i) 做两次平行试验。

6.5.4 结果计算

颗粒物质量浓度按式（1）计算。取两次平行试验的算术平均值为试验结果。

$$\rho_1 = \frac{(m_2-m_1)-(m_4-m_3)}{V_1} \times 1000 \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ_1 ——颗粒物质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
m_1 ——试验滤膜过滤前的质量，单位为克（g）；
m_2 ——试验滤膜过滤后的质量，单位为克（g）；
m_3 ——对照滤膜过滤前的质量，单位为克（g）；
m_4 ——对照滤膜过滤后的质量，单位为克（g）；

V_1 ——偏二甲肼样品的体积，单位为升（L）。

7 检验规则

7.1 组批

以同一生产装置、相同原材料、在相同的工艺条件下连续生产的产品为一批。

7.2 采样

按 GB/T 6680 的规定进行全液位采样，采样量不少于 3 L。样品应装入清洁、干燥并已充氮的容器内，混匀后分装成两份。一份供检验用，另一份作为保留样品，有效期为三个月，密封保存，贴上标签，标明产品名称或代号、批次、桶号、生产日期、采样日期和采样者。

7.3 出厂检验

7.3.1 产品出厂需经工厂检验部门逐批检验合格，附产品合格证方能出厂。

7.3.2 出厂检验项目为本文件规定的全部项目。

7.4 型式检验

7.4.1 正常生产时每半年进行一次型式检验；有下列情况时也应进行型式检验：

——产品定型时；

——当原料来源发生变化或主要设备更换，可能影响产品质量时；

——原料、工艺发生较大变化时；

——出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时；

——停产后 6 个月以上，恢复生产时；

——行业主管部门提出要求时。

7.4.2 型式检验项为本文件规定的全部项目。

7.5 判定规则

所检项目全部合格判为合格。出厂检验若有一项不符合本文件时，可在同批产品中加倍抽样进行复检，复检合格则判为该批产品合格；如仍有一项不符合本文件，则判定该批产品为不合格；型式检验不应复检。

8 标签、标志

8.1 标签

每个包装容器上应附有清晰、牢固的标签，并注明以下内容：

——产品名称；

——批号；

——桶号；

——执行标准编号；

——净质量；

——生产日期；

——保质期；

——生产单位。

8.2 标志

包装储运图示标志应符合 GB 190、GB/T 191 的规定。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

应采用专用容器进行包装，且容器材料与偏二甲肼一级相容；端面密封应采用聚四氟乙烯、高密度聚乙烯或乙丙胶密封件。

9.2 运输

应符合 JT/T 617（所有部分）的规定。

9.3 贮存

应使用氮气增压至 0.02 MPa～0.05 MPa 保护后，贮存在通风良好、遮阳的库房，并定期进行机械通风。库房温度应保持在 5 ℃～35 ℃。库房内不应同时存放氧化剂及其他与偏二甲肼不相容物品，严禁一切点火源。库房内应有消防器材和水源。

附 录 A
（规范性）
偏二甲肼质量分数、水分质量分数、其他单个杂质质量分数试验方法

A.1 试剂和材料

A.1.1 氢氧化钾：分析纯。

A.1.2 甲醇：分析纯。

A.1.3 载气：氢气或氦气。

A.1.4 有机 GDX-403 担体：60 目～80 目。

A.1.5 偏二甲肼标准样品。

A.2 仪器设备

A.2.1 气相色谱仪：带有热导检测器、填充柱进样口。

A.2.2 微量注射器：10 μL。

A.2.3 不锈钢色谱柱：柱长 2 m，内径 3 mm～4 mm。

A.2.4 真空泵。

A.2.5 电热干燥箱。

A.2.6 配套工作站。

A.3 试验步骤

A.3.1 固定相制备

称取 10 g 有机 GDX-403 担体于烧杯中，再加入 60 mL 甲醇浸泡 24 h。将担体上层的甲醇倾出后再用甲醇洗涤 3 次。在 90 ℃的水浴中将担体中的甲醇蒸发至干并移入 120 ℃电热干燥箱内烘 1 h，冷却后加入 25 mL 0.015%氢氧化钾甲醇溶液重复上述烘干过程冷却后装柱。

A.3.2 色谱柱的装填及老化

A.3.2.1 将色谱柱一端用玻璃毛塞住，并连接在真空系统上，另一端接漏斗，将制备好的固定相通过漏斗抽进色谱柱内。装柱时边抽边敲打柱子。当柱子装满后，停止抽真空，取下色谱柱，倒出少量固定相并用玻璃毛塞住。

A.3.2.2 将色谱柱安装在色谱仪上，经试漏检查后在不接通热导池的情况下通入载气，在高于柱温 20 ℃～30 ℃条件下老化 4 h。

A.3.3 成分分析

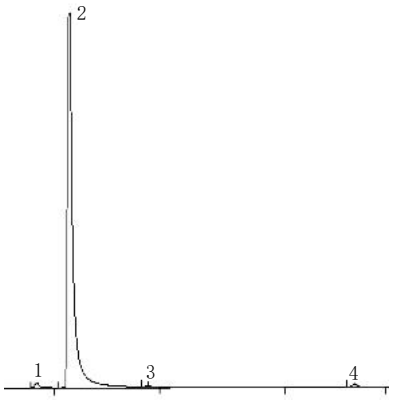
将气相色谱分析系统连接后，进行气密性检查，确认系统无漏气情况下，启动色谱仪，按表 A.1 的条件稳定仪器，待基线稳定后即可测定样品。测定前应进样数次，使色谱柱饱和，待峰形正常后，注入待测样品，色谱工作站记录并计算出色谱图中所有组分的结果。标准样品的色谱示意图见图 1。

表 A.1 填充柱操作条件

项目	条件
柱温/℃	120

表 A.1 填充柱操作条件（续）

项目	条件
汽化温度/℃	130
检测器温度/℃	130
进样量/μL	3



标引序号说明：1——杂质；2——偏二甲肼；3——杂质；4——水。

图 A.1 标准样品色谱示意图

A.4 结果计算

偏二甲肼、水分、其他单个杂质质量分数按式（A.1）计算。取两次平行试验的算术平均值为试验结果，偏二甲肼质量分数的两次平行试验结果差值应不大于 0.2%，水分质量分数的两次平行试验结果差值应不大于 0.1%，其他单个杂质质量分数的两次平行试验结果差值应不大于 0.1%。

$$\omega_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\Sigma(f_i \cdot A_i)} \times 100 \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

ω_i ——试样中组分 i 的质量分数；

f_i ——组分 i 的校正因子，均以 1 计；

A_i ——组分 i 的峰面积与其信号衰减因子的乘积。