

ICS 71.080.30
G 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 24771—2009

工业用叔丁胺

Tert-Butylamine for industrial use

2009-12-15 发布

2010-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:山东富丰化工股份有限公司、山东省化工研究院。

本标准主要起草人:卢国强、崔爱红、邹本莲、浦为民、李世慧、陈菊、郑福国。

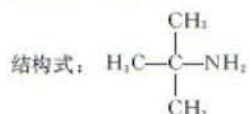
工业用叔丁胺

1 范围

本标准规定了工业用叔丁胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全。

本标准适用于叔丁胺的生产、检验和销售。

分子式: $C_4H_{11}N$



相对分子质量: 70.14 (按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997, MOD)

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 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(ISO 3696:1987, MOD)

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

3 要求

3.1 外观:透明液体,无悬浮物、无机机械杂质。

3.2 工业用叔丁胺应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
叔丁胺, w/%	≥ 99.5	≥ 98.5
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 15	≤ 25
水分, w/%	≤ 0.10	≤ 0.50

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的试验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。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.3 外观

取 25 mL 实验室样品于比色管中,在自然光线下目视观察。

4.4 叔丁胺含量的测定

4.4.1 方法提要

在选定的色谱操作条件下,样品汽化后通过色谱柱,使试样中各组分分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,以面积归一化法定量,扣除试样中水分,得到叔丁胺的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气:体积分数大于 99.9%,使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性碳等进行净化处理。

4.4.2.2 氢气:体积分数大于 99.9%,使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性碳等进行净化处理。

4.4.2.3 空气:经硅胶或 5A 分子筛干燥和净化。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:带有火焰离子化检测器(FID)灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中有关规定的任何气相色谱仪,可进行毛细管色谱分析;

4.4.3.2 记录仪:色谱数据处理机或积分仪;

4.4.3.3 进样器:1 μL 微量注射器,或自动进样器。

4.4.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可以使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.0 μm (柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度)
固定相	100%甲基聚硅氧烷
柱箱温度/ $^{\circ}\text{C}$	初始温度 35 $^{\circ}\text{C}$,保持 4 min。以升温速度 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 180 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
载气(N_2)平均线速度/(cm/s)	41
空气流量/(mL/min)	350
氢气流量/(mL/min)	35
分流比	30:1
进样量/ μL	0.2

4.4.5 分析步骤

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。用 1 μL 微量注射器注入 0.2 μL 试样,以面积归一化法定量。

4.4.6 结果计算

叔丁胺的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times (100 - w_2) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A ——叔丁胺的色谱峰面积;

A_i ——组分 i 的色谱峰面积;

w_2 ——4.6 测得的试样中水的质量分数的数值。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

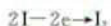
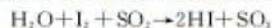
4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 规定的方法进行。

4.6 水分的测定

4.6.1 方法提要

试样中的水分与电解液中的碘进行定量反应,反应式为:



参加反应的碘的分子数等于水的分子数,而电解生成的碘与所消耗的电量成正比,依据法拉第定律,在仪器上直接读出被测试样中的水含量。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 库仑电量水分测定仪:检测灵敏度 0.1 μg 水。或其他能满足分析要求的微量水分测定仪也可使用;

4.6.2.2 天平:分度值为 0.000 1 g;

4.6.2.3 注射器:2 mL。

4.6.3 试剂

与库仑电量水分测定仪配套的电解液(市售试剂)。

4.6.4 分析步骤

向库仑电量水分测定仪电解池中加入电解液,按仪器说明书调节仪器,使滴定池内达到平衡状态。当仪器进入工作状态后,按仪器说明书要求进行标定。

用注射器吸取约 0.1 mL 实验室样品(或根据实验室样品中的水含量调整),称量,精确至 0.000 1 g,加入到库仑电量水分测定仪中,再次称量注射器,精确至 0.000 1 g,并立即进行电量滴定。在库仑电量水分测定仪显示屏上直接读取水的质量,根据试料的质量,计算水含量。

4.6.5 结果计算

水的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——由水分测定仪读取的水的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中外观和表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批检验。

5.2 工业用叔丁胺以同等质量的均匀产品为一批。桶装产品以不大于 100 t 为一批,或以一贮槽(罐)的产品质量为一批。

5.3 工业用叔丁胺的采样按 GB/T 6680—2003 中的 7.1 的规定进行。桶装产品采样单元数按 GB/T 6678 中的规定进行。采样总量应保证检验的需要。样品分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中,粘贴标签,注明产品名称、批号、采样日期、采样地点、采样者姓名。密封避光保存。一瓶供检验用,一瓶备查。

5.4 工业用叔丁胺应由生产厂的质量检验部门进行检验。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验,贮槽(罐)装产品应重新采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用叔丁胺包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:产品名称、生产厂厂名、厂址、净含量、批号、产品等级、本标准编号、GB 190 规定的“易燃液体”、“有毒品”标志、GB/T 191—2008 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.2 工业用叔丁胺应使用专用铁桶或槽车密闭包装。铁桶包装每桶净含量 140 kg,或在满足包装安全的条件下根据用户要求包装。包装应达到Ⅱ类包装要求。

6.3 铁桶或槽车的装入量应根据铁桶或槽车的容积和叔丁胺在运输路途上允许的温度及其他因素变化,而引起的体积膨胀加以考虑。

6.4 工业用叔丁胺应贮存在阴凉、干燥、通风的地方,远离火源、热源,避免曝晒雨淋。

6.5 工业用叔丁胺的贮存和运输应符合中华人民共和国铁路、公路和水路对危险货物贮存和运输的有关规定。

6.6 工业用叔丁胺在运输和装卸时不得撞击,应轻装轻卸,以免损伤包装容器致使产品泄漏。

6.7 在符合本标准规定的贮存和运输条件下,工业用叔丁胺的保质期为自出厂之日起至少 3 个月。

7 安全

7.1 叔丁胺为易燃液体,闪点 -8.8°C ,具有燃烧、爆炸性质。其蒸气与空气形成爆炸性混合物,爆炸极限 1.7%~8.9%(体积分数),遇明火、高热能引起燃烧爆炸,其蒸气比空气重,能在较低处扩散到相当远的地方,遇火源引着回燃。

7.2 叔丁胺有毒,具腐蚀性。侵入途径为皮肤接触、鼻口吸入。接触或使用叔丁胺时,应佩戴防毒面具或空气呼吸器并穿戴胶皮手套和防护服。如不慎皮肤接触,应立即脱去污染的衣着,用大量流动的水冲洗,就医;如不慎吸入,应迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道畅通,如呼吸困难,给输氧,迅速就医;如误服,应立即漱口,就医。

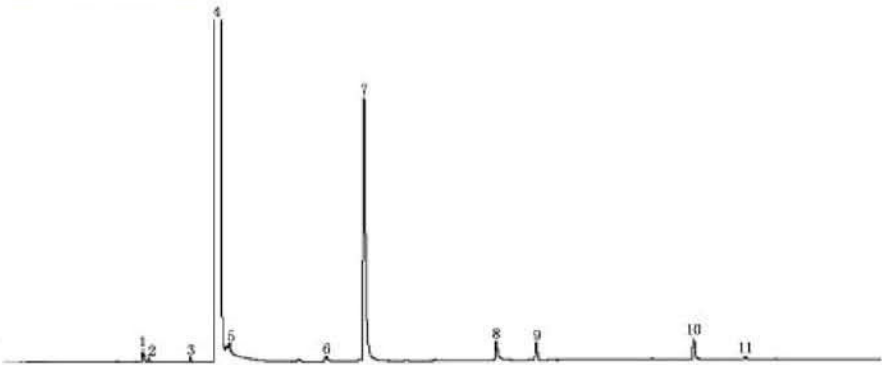
7.3 叔丁胺遇强酸、氧化剂发生激烈反应。溢出的叔丁胺可用沙土、干燥石灰或苏打灰混合,然后使用无火花工具收集运至废物处理场处置;也可用大量水冲洗,并排入废水处理系统;所有处理和清除步骤应在通风条件下戴上防毒面具进行。消防器材应用泡沫、二氧化碳、干粉灭火器、沙土等。

附 录 A
(规范性附录)

叔丁胺含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 叔丁胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——甲醇；
- 2——丁烯；
- 3——甲酸甲酯；
- 4——叔丁胺；
- 5——叔丁醇；
- 6——甲基叔丁基醚；
- 7——甲基叔丁胺；
- 8——二甲基叔丁胺；
- 9——未知峰；
- 10——未知峰；
- 11——未知峰。

图 A.1 叔丁胺的典型色谱图

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 各组分相对保留值

序 号	组 分	相对保留值
1	甲醇	0.66
2	丁烯	0.69
3	甲酸甲酯	0.88
4	叔丁胺	1.00
5	叔丁醇	1.05

表 A.1 (续)

序 号	组 分	相对保留值
6	甲基叔丁基醚	1.48
7	甲基叔丁胺	1.66
8	二甲基叔丁胺	2.25
9	未知峰	2.43
10	未知峰	3.13
11	未知峰	3.36