

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4485—2012

工业用哌啶

Piperidine for industrial use

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准起草单位:红太阳集团有限公司。

本标准参加起草单位:南京红太阳生物化学有限责任公司。

本标准主要起草人:刘奎涛、邢平、甘华军、刘力萍。

工业用哌啶

1 范围

本标准规定了工业用哌啶的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以吡啶、氢气等为原料合成的工业用哌啶。

本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

分子式: $C_5H_{11}N$

结构式:



相对分子质量:85.15(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位 —铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

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

3 外观

均相透明液体。

4 要求

工业用哌啶应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
哌啶, $w/\%$	≥ 99.5
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 15
水, $w/\%$	≤ 0.2
吡啶, $w/\%$	≤ 0.1
密度(ρ_{20})/(g/cm ³)	0.859~0.867
与水混合试验	通过试验

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些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。

5.2 一般规定

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

5.3 哌啶和吡啶含量的测定

5.3.1 方法概要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经汽化通过毛细管色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 氢气:体积分数不低于 99.99 %,经硅胶与分子筛干燥、净化;

5.3.2.2 氮气:体积分数不低于 99.99 %,经硅胶与分子筛干燥、净化;

5.3.2.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 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,线性范围满足分析要求。

5.3.3.2 记录仪:色谱工作站。

5.3.3.3 进样器:微量进样器,1 μ L。

5.3.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型的毛细管柱色谱图见附录 A 图 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	固定相为 10 %二甲基聚硅氧烷浸渍的弹性石英毛细管柱
柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度	30 m \times 0.32 mm \times 0.5 μ m
柱温/ $^{\circ}$ C	80
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	220
检测器温度/ $^{\circ}$ C	220
载气(N ₂)流量/(mL/min)	1.0
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	40
分流比	60 : 1
进样量/ μ L	0.2

5.3.4 分析步骤

启动气相色谱仪,按表2所列色谱操作条件调试仪器,稳定后用进样器进样分析,用色谱工作站处理计算结果。

5.3.5 定量方法

面积归一法。

5.3.6 结果计算

哌啶的质量分数或吡啶的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100 - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 哌啶或吡啶的峰面积;

$\sum A_i$ 所有组分的峰面积之和;

$w_{\text{水}}$ 按照5.5测定的水分的质量分数的数值。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,哌啶两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%,吡啶两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

5.4 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行。采用50 mL比色管。

5.5 水分的测定

按GB/T 6283中直接电量滴定法的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

5.6 密度的测定

按GB/T 4472中的比重瓶法的规定进行测定。

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0.001 g/cm³。

5.7 与水混合试验

用移液管移取10 mL实验室样品,于50 mL具塞比色管中,加入等体积水,振荡1 min,静止30 min后与另一个盛有20 mL水的比色管进行轴向比较,若样品溶液与对照溶液一样透明或无浑浊,为通过试验。

6 检验规则

6.1 表1中的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 在原材料、工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批为一个组批,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过一天。

6.3 采样按GB/T 3723、GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。采样总量应保证检验的要求。

6.4 将样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的棕色玻璃瓶中,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶供分析检验用,另一瓶保存备查。

6.5 检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果如果有某项指标达不到本标准要求时,应重新自两倍数量的采样单元中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用哌啶产品包装容器上应有牢固的标志,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 本标准编号;
- d) 商标;
- e) 批号或生产日期;
- f) 净含量;
- g) GB 190 中规定的“易燃液体”和“有毒品”标志。

7.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明,内容至少包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 生产日期和/或批号;
- d) 本标准编号;
- e) 产品质量检验结果或检验结论。

7.2 包装

应使用专用的清洁干燥的镀锌铁桶包装,或专用槽车包装,或按供需双方协商并符合安全规定要求的包装,包装容器应严加密封。

7.3 运输

7.3.1 运输过程中不得与易燃、易爆、有腐蚀性、强氧化剂、强酸类的物品混装混运。

7.3.2 运输过程中应防止外界水分的吸入。

7.3.3 装卸时应轻装轻卸,防止剧烈振荡、撞击;远离热源和火种。运输、装卸工作中应按照危险货物运输规定进行。

7.4 贮存

7.4.1 产品应贮存在干燥、通风、阴凉的地方。

7.4.2 产品不得与易燃、易爆、有腐蚀性、强氧化剂、强酸类的物品混合存放。

8 安全

8.1 危险警告

哌啶是易燃液体,闪点为 16℃,沸点为 106℃。遇热、明火易引起激烈燃烧或爆炸。

8.2 安全措施

哌啶泄漏时应移除全部引燃源。尽可能将泄漏液收集在有盖的容器中。用砂土或惰性吸收剂吸收残液,并转移到安全场所。不要冲入下水道。着火时,用干粉、抗溶性泡沫、大量水、二氧化碳等进行灭火。应避免哌啶与皮肤接触,如果溅到皮肤上或眼睛里时,应迅速用大量清水冲洗,急速医治。

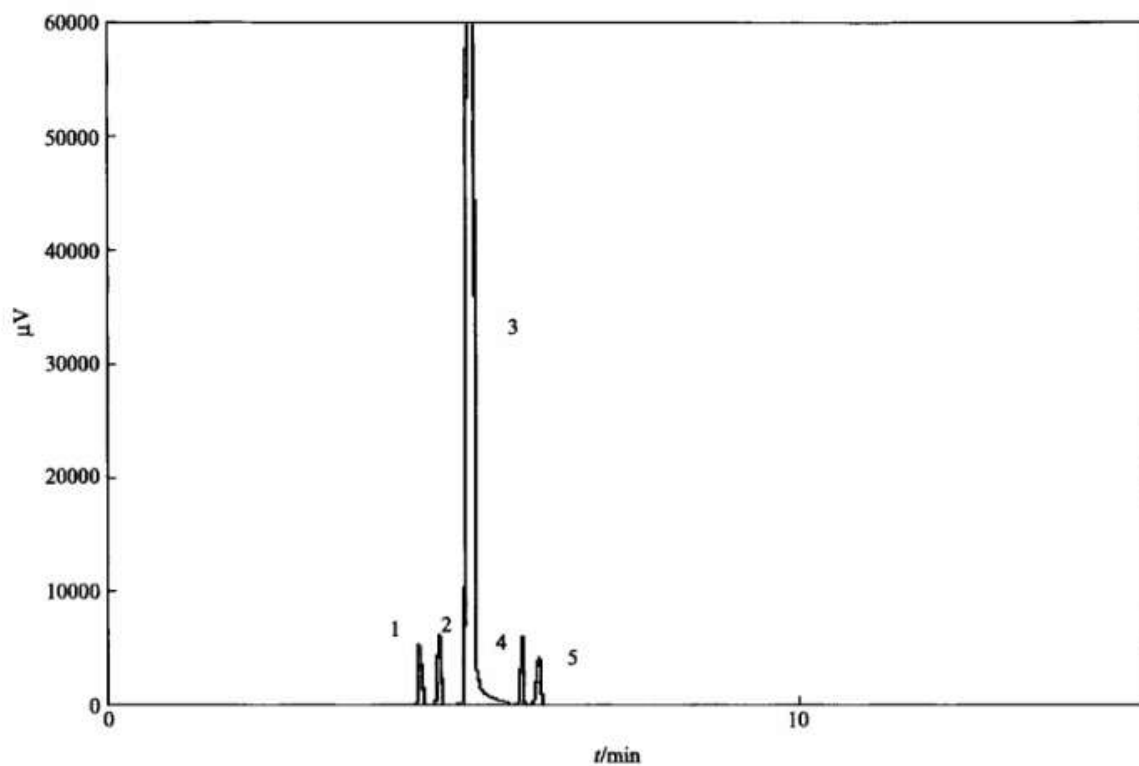
附录 A

(规范性附录)

哌啶和吡啶含量测定的典型色谱图和相对保留值

A.1 哌啶和吡啶含量测定的典型色谱图

哌啶和吡啶含量测定的典型色谱图见图 A.1。



- 1 — 2-甲基吡咯烷；
 2 吡啶；
 3 哌啶；
 4 2-甲基哌啶；
 5 2-甲基吡啶。

图 A.1 典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	2-甲基吡咯烷	0.887
2	吡啶	0.921
3	哌啶	1.000
4	2-甲基哌啶	1.147
5	2-甲基吡啶	1.171