

ICS 77.150.99
CCS H 64

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

丁基锂

Butyllithium

(讨论稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。
本文件代替 YS/T 830-2012《正丁基锂》，与 YS/T 830-2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了文件名称 见封面
- b) 更改了范围的描述（见第 1 章，2012 年版的 1）；
- c) 增加了产品的分类（见第 4 章）；
- d) 更改了正丁基锂杂碱含量的要求（见 5.1.1，2012 年版的 3.1）；
- e) 增加了仲丁基锂和叔丁基锂的化学成分及活性要求（见 5.1.2 和 5.1.3）；
- f) 更改了检验项目的描述（见 7.3，2012 年版的 5.3）；
- g) 更改了产品标志、包装、运输、贮存和随行文件的要求（见第 8 章，2012 年版的第 6 章）；
- h) 更改了产品的测定方法（见附录、附录 B，2012 年版的附录 A、附录 B）；

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

本文件及所代替或废止的文件的历次版本发布情况为：

——2012 年首次发布为 YS/T 830-2012。

——本次为首次修订。

丁基锂

1 范围

本文件规定了正丁基锂、仲丁基锂和叔丁基锂的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

。

本文件适用于由金属锂与1-氯丁烷或2-氯丁烷或2-氯-2-甲基丙烷为原料反应分别制备的正丁基锂、仲丁基锂、叔丁基锂。产品主要用于橡胶、制药、精细化工和液晶等行业。

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 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB 6944 危险货物分类和品名编号

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB 40163 海运危险货物集装箱装箱安全技术要求

JT 617 汽车运输危险货物规则

3 术语和定义

总锂 total lithium

产品中丁基锂、氢氧化锂、丁醇锂、氧化锂等所有碱性锂化合物以丁基锂计的含量，也叫总碱。

4 产品分类

正丁基锂产品按化学成分分为三个牌号：BuLi-1、BuLi-2、BuLi-3；

仲丁基锂产品按化学成分分为两个牌号：SBL-1、SBL-2；

叔丁基锂产品按化学成分分为两个牌号：TBL-1、TBL-2。

5 技术要求

5.1 化学成分

5.1.1 正丁基锂产品的化学成分及活性应符合表1的规定。

表 1 正丁基锂的化学成分及活性

牌号	质量分数/%				活性/%
	总锂	活性正丁基锂	杂碱	共价氯	
BuLi-1	15.5±0.25	15±0.2	≤0.3	≤0.03	≥98.0
BuLi -2	20.5±0.25	20±0.2	≤0.3	≤0.03	≥98.0
BuLi -3	25.5±0.25	25±0.2	≤0.3	≤0.03	≥98.0
注：1.本产品溶剂主要有环己烷和正己烷，需方如对正丁基锂的化学成分或溶剂有特殊要求时，由供需双方商定；					

5.1.2 仲丁基锂产品的化学成分及活性应符合表 2 的规定。

表 2 仲丁基锂的化学成分及活性

牌号	质量分数/%				活性/%
	总锂	活性仲丁基锂	杂碱	共价氯	
SBL-1	10.5±0.2	10.0±0.2	≤0.3	≤0.02	≥98.0
SBL-2	13.5±0.2	13.0±0.2	≤0.3	≤0.02	≥98.0
注：1.可按客户要求的仲丁基锂浓度和溶剂进行调配； 2.如果使用环己烷溶剂，会加入<10%的正己烷溶剂防冻。					

5.1.3 叔丁基锂产品的化学成分及活性应符合表 3 的规定。

表 3 叔丁基锂的化学成分

牌号	质量分数/%	
	总锂	共价氯
TBL-1	10.5±0.2	≤0.02
TBL-2	15.5±0.2	≤0.02
注：本产品溶剂主要有戊烷和庚烷，需方如对叔丁基锂的化学成分或溶剂有特殊要求时，由供需双方商定。		

5.2 外观质量

正丁基锂、仲丁基锂和叔丁基锂产品均应为无色或淡黄色澄清透明液体。

6 试验方法

6.1 产品的化学成分及活性按附录 A 及附录 B 的规定进行。

6.2 产品的产品的外观质量采用目视检验。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，在收到产品之日起两个月内向供方提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批由同一牌号的产品组成，每批重量由供需双方协商确定。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、活性和外观质量的检验。检验项目应符合表 4 的规定。

表 4 检验项目

检验项目	抽样规定	技术要求的章条号	试验方法的章节号
化学成分	7.4	5.1	6.1
活性		5.1	6.1
外观质量		5.2	6.2

7.4 抽样

每批取样按以下规定进行：产品从密闭容器中压出，用注射器密封取样，应防止产品接触空气和水分。钢瓶灌装的丁基锂，10 瓶（含）以下取 1 瓶，10 瓶~100（含）瓶取 3 瓶，100 瓶以上取 5 瓶，每瓶取 100mL，分别检测化学成分、活性和外观质量；槽罐车灌装，取 100mL 样品分别检测化学成分、活性和外观质量。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法进行判定。

7.5.2 产品的化学成分及活性检验结果不合格时，应从该批产品中另取双倍数量的试样进行重复试验。若重复检验结果仍有试样不合格，则判该批产品不合格。

7.5.3 产品外观质量不合格时，判该批不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和随行文件

8.1 标志

产品外包装上应注明：

- a) 产品名称；
- b) 批号；
- c) 净重；
- d) 供方名称；
- e) 本文件编号；
- f) 产地；
- g) GB/T 191 中“怕雨”标志。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 产品 5 吨以下采用专用钢瓶承运，5 吨以上采用专用储罐或专用槽罐车灌装，装料系数不超过 85%，罐内用氮气（99.9%）保护，保持微正压约 0.05 MPa。

8.2.2 产品化学性质极其活泼，能与水、氧、二氧化碳、醇等发生剧烈反应，并产生爆炸。严禁超温、超压、超装、超速运输，汽车运输按 JT 617 的规定进行，海运按 GB 40163 的规定进行。

8.2.3 产品应存放于干燥处，各产品的储存温度和保质期见表。

表 5 各产品储存温度及保质期

产品	储存温度	保质期
正丁基锂	20℃~25℃	6 个月
	10℃~20℃	12 个月
仲丁基锂	0℃~10℃	3 个月
叔丁基锂	10℃~25℃	6 个月

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其上注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和牌号；
- c) 批号；
- d) 净重和件数；
- e) 分析检验结果和质量监督部门印记；
- f) 本文件编号；
- g) 出厂日期（或包装日期）。

9 订货单内容

本文件所列产品的订货单应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品牌号；
- c) 技术要求；
- d) 产品净重；
- e) 本标准编号；
- f) 其他。

附录 A

(规范性)

丁基锂中总锂含量、活性丁基锂含量、杂碱含量及丁基锂的活性的测定

警告：丁基锂溶液为危险品，在空气中会自燃，同水接触会立即燃烧。丁基锂有腐蚀性，应避免与皮肤或易燃金属接触。苯甲基氯（苄基氯）对眼睛、皮肤和呼吸系统有强烈刺激性；1,2-二溴乙烷有致癌性，在光照下能缓缓分解为有毒物质，应避免存储，避免与身体直接接触，应在良好的通风环境中使用。

A.1 原理

丁基锂水解生成氢氧化锂，其它碱性杂质如丁氧基锂等也会水解生成氢氧化锂。用盐酸标准溶液滴定，得出总锂浓度（亦称总碱浓度）。丁基锂与苯甲基氯（苄基氯）或 1,2-二溴乙烷反应生成中性的氯化锂，而不与苄基氯（或 1,2-二溴乙烷）反应的碱性杂质水解后生成氢氧化锂，用盐酸标准溶液滴定，得出杂碱浓度。两者之差为活性丁基锂量，活性丁基锂量除以总锂量为丁基锂活性。

A.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

A.2.1 0.1mol/L、0.3mol/L 盐酸标准溶液：按 GB/T601 的规定进行配制与标定。

A.2.2 苯甲基氯（苄基氯）或 1,2-二溴乙烷：用带有胶塞的玻璃瓶保存，使用前用五氧化二磷脱水。

A.2.3 正己烷

A.2.4 甲基橙指示剂，(1g/L)：称取 0.10g 甲基橙，溶于 100mL 纯水中。

A.3 仪器设备

A.3.1 滴定管，50mL，分度为 0.1mL。

A.3.2 微量滴定管，10mL，分度为 0.05mL。

A.3.3 一次性注射器：5mL。

A.3.4 带胶塞铝盖玻璃试剂瓶，250mL。

A.3.5 电子分析天平，分度值 0.1mg，量程：200g。

A.3.6 三角烧瓶，250mL。

A.4 分析步骤

A.4.1 杂碱量的测定（叔丁基锂不测杂碱）

A.4.1.1 将洗净烘干后的 250mL 玻璃试剂瓶瓶口向上直立放置，打开瓶盖；开启氩气钢瓶阀门，调节减压阀使氩气流量达到 5~10L/min；将出气管端插入瓶底，并将瓶盖斜放盖在瓶口上，充气 3~5min，充分置换瓶内空气。置换好后，抽出氩气管，立即盖紧瓶盖。

A.4.1.2 检查针头与注射器连接处是否密封后，将针头插入氩气管内，用氩气置换三次。最后充满氩气，用硅橡胶垫堵上针头。

A.4.1.3 用充满氩气的注射器针头插入样品瓶中，将氩气压入，抽取约 4mL 样品，拔出注射器，用滤纸擦净针头表面，用硅橡胶垫堵上针头，置分析天平上称其重量，称准至 0.0002g，记下重量 m_1 (注射器+样品+硅橡胶垫的重量)。

A.4.1.4 将称好重量的样品快速插入试剂瓶，均速将样品推进瓶内，取出注射器，用硅橡胶垫堵上针头，称其重量，精确至 0.0002g，记下重量 m_2 (注射器+硅橡胶垫的重量)。

A.4.1.5 将充满氩气的注射器针头插入苄基氯 (或 1,2-二溴乙烷) 瓶中，将氩气压入，抽取 5mL 苄基氯 (或 1,2-二溴乙烷)，注入到称好的丁基锂试剂瓶内，轻轻摇动，使丁基锂与苄基氯 (或 1,2-二溴乙烷) 充分的混合均匀，待反应过后，放置 20min。

A.4.1.6 旋开试剂瓶瓶盖，用少量蒸馏水多次冲洗瓶内壁，加水使瓶内液体达到 60mL。

A.4.1.7 加 3~4 滴甲基橙指示剂，用微量滴定管、0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液由黄色变橙红色为终点，消耗盐酸标准溶液的体积为 V_1 。

A.4.2 总锂量的测定

A.4.2.1 检查针头与注射器连接处是否密封后，将针头插入氩气管内，用氩气置换三次。最后充满氩气，用硅橡胶垫堵上针头。

A.4.2.2 移取 20mL 正己烷于干燥洁净的 250mL 三角烧瓶中。

A.4.2.3 用充满氩气的注射器针头插入样品瓶中，将氩气压入，抽取约 2mL 样品，拔出注射器，用滤纸擦净针头表面，用硅橡胶垫堵上针头，置分析天平上称其重量，称准至 0.0002g，记下重量 m_3 (注射器+样品+硅橡胶垫的重量)。

A.4.2.4 将样品注入三角烧瓶内，取出注射器，堵上硅胶垫，置分析天平上称其质量，精确至 0.0002g，记下质量 m_4 (注射器+硅橡胶垫的重量)。

A.4.2.5 旋转摇动锥形瓶，使溶液混合；用蒸馏水冲洗瓶内壁并不停摇动瓶子，直到样品全部水解，然后继续加入更多的水，直到被加的水达到 35mL 为止。

A.4.2.6 加 3~4 滴甲基橙指示剂，用 0.3mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液由黄色变橙红色为终点，消耗盐酸标准溶液的体积为 V_2 。

A.5 实验数据处理

A.5.1 杂碱量 w_1 按式 A.1 计算：

$$w_1 = \frac{0.06405 \times c_1 \times V_1}{m_1 - m_2} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

0.06405——丁基锂的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

c_1 ——滴定碱性杂质所用的盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ——滴定碱性杂质消耗的盐酸标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m_1 ——注射器+样品+硅橡胶垫的重量，单位为克 (g)；

m_2 ——注射器+硅橡胶垫的重量，单位为克 (g)。

A.5.2 总锂量 w_2 按式 A.2 计算：

$$w_2 = \frac{0.06405 \times c_2 \times V_2}{m_3 - m_4} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

式中：

0.06405——丁基锂的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

c_2 ——滴定碱性杂质所用的盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——滴定碱性杂质消耗的盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_3 ——注射器+样品+硅橡胶垫的重量，单位为克（g）；

m_4 ——注射器+硅橡胶垫的重量，单位为克（g）。

A.5.3 活性丁基锂的质量分数 w_3 按式 A.3 计算：

$$w_3 = w_2 - w_1 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

w_1 ——以丁基锂质量分数表示的杂碱量，%；

w_2 ——以丁基锂质量分数表示的总锂量，%。

A.5.4 丁基锂的活性 w_4 按式 A.4 计算：

$$w_4 = \frac{w_3}{w_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

w_2 ——以丁基锂质量百分数表示的总锂量，%；

w_3 ——活性丁基锂浓度，%。

附录 B

(规范性)

丁基锂溶液中共价氯含量的测定

B.1 方法原理

丁基锂溶液水解后，1-氯丁烷、2-氯丁烷和2-氯-2-甲基丙烷残留在有机相中，可通过气相色谱仪测定，利用试样（有机相）中各组分在气相和固定液液相间的分配系数不同分离各组分，通过测定氯丁烷的含量折算成共价氯。

B.2 试剂或材料

B.2.1 正己烷（或环己烷）：用于1-氯丁烷、2-氯丁烷和2-氯-2-甲基丙烷标准溶液的配制。

B.2.2 1-氯丁烷：纯度 $\geq 99.5\%$ ，2-氯丁烷：纯度 $\geq 99.5\%$ ，2-氯-2-甲基丙烷：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

B.2.3 氮气，体积分数 $\geq 99.999\%$ 。

B.2.4 氢气，体积分数 $\geq 99.999\%$ 。

B.2.5 净化空气，无油。

B.3 仪器设备

B.3.1 气相色谱仪：氢火焰离子化检测器。

仪器参考工作条件：

——色谱柱：KB-1毛细管柱，30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.5 μ m；

——汽化温度：150 $^{\circ}$ C；

——柱温：70 $^{\circ}$ C；

——检测器温度：150 $^{\circ}$ C；

——载气(氮气)流量：30mL/min；

——氢气流量：30mL/min；

——助燃气(空气)流量：300ml/min；

——分流比：50：1；

——进样量：0.5 μ L。

B.3.2 微量注射器：1 μ L。

B.4 分析步骤

B.4.1 标准溶液的配制：以正己烷（或环己烷）为溶剂，用50ml容量瓶，分别配制1-氯丁烷、2-氯丁烷和2-氯-2-甲基丙烷浓度分别为0.05%、0.10%、0.15%的标准样品。

B.4.2 试样的处理：将装有 20~30mL 水的 60mL 锥形瓶置于冰浴中，盖上瓶塞，瓶塞边缘插入粗针头用于排气，用注射器抽取 4mL 丁基锂样品，然后一边摇动一边将样品小心注入到锥形瓶中，试样经水解后，加水至水相体积为 50mL，混匀。静置分层至有机相清亮。取有机相用于气相色谱分析。

B.4.2 待仪器稳定后，用微量注射器吸取 0.5 μ L 配置好的 1-氯丁烷、2-氯丁烷和 2-氯-2-甲基丙烷标准溶液注入色谱仪气化室，根据所得组分的峰面积对组分的含量做出标准曲线。

B.4.3 同样条件下，用微量注射器注入 0.5 μ L 试样水解后的有机相，用色谱数据工作站分析，自动记录峰面积。

B.4.4 标准曲线 $R^2 \geq 0.999$ ，以各自仪器的外标法为准，测试完毕后记录外标法所示结果 w_5 。

B.5 分析结果的计算

共价氯的质量分数 w_6 按公式(B.1)计算：

$$w_6 = w_5 \times 0.3835 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

w_5 ——丁基锂试样 1-氯丁烷、2-氯丁烷和 2-氯-2-甲基丙烷含量，以质量分数%计；

0.3835——1-氯丁烷、2-氯丁烷和 2-氯-2-甲基丙烷折算成共价氯的系数。