

制定《工业用特戊酸》石油和化学工业联合会（CPCIF）团体标准

编制说明（征求意见稿）

一、任务来源

根据中国石油和化学工业联合会中石化联质标函[2018]08号《关于下达2018年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，在2020年完成《工业用特戊酸》团体标准的制定工作。本标准是由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。标准由中国化工信息中心有限公司、山东民基新材料科技有限公司、江苏建农植物保护有限公司为主要标准起草单位。

二、目的、意义

特戊酸，即三甲基乙酸，作为一种重要的精细化工中间体，在有机合成工业中得到了广泛的应用，并在精细化工的发展中占有重要的地位。特戊酸最主要的用途是生产特戊酰氯。特戊酰氯是一个重要的医药和农药中间体，在医药工业用于生产氨苄青霉素、羟氨苄青霉素、头孢唑啉类抗菌素等，还用于农药和引发剂，发展前景光明。特戊酸的需求量大、其市场广阔，其产量在逐年增加。

尽管特戊酸有较大的市场需求，但目前国内缺少该产品的标准。为适应该产品的发展需求，同时也为了规范产品的质量以及促进产品走向更加广大的国际市场，制定相应的特戊酸团体标准将有助于该产品的质量以及国内外市场竞争力的提升。

制定工业用特戊酸产品团体标准的意义主要体现在如下几个方面：

1. 确保工业用特戊酸产品质量：对从原料进厂直至成品及储运整个生产环节，均采取控制措施、技术要求和相应的检测方法及程序。
2. 促进生产企业质量管理的科学化和规范化：目前我国许多工业用特戊酸生产企业质量意识不强，质量管理水平较低，各企业均执行各自企业标准，标准差异较大难以统一：实施工业用特戊酸产品团体标准将会提高我国工业用特戊酸生产企业加强自身质量管理的自觉性，提高质量管理水平。进而推动我国工业用特戊酸生产的质量管理体系向更高层次发展。
3. 有利于工业用特戊酸产品进入国际市场：工业用特戊酸产品的质量可以成为衡量一个企业质量管理优劣的重要依据。生产企业实施工业用特戊酸产品团体标准，将会提高我国工业用特戊酸产品在国际贸易中的竞争力。
4. 提高相关部门对生产企业进行监督检查的水平：对工业用特戊酸产品生产企业进行监督检查，可使相关部门监督工作更具科学性和针对性，提高对行业企业的监督管理水平。
5. 促进工业用特戊酸生产企业的公平竞争：工业用特戊酸产品团体标准势必会大大提高产品的质量，从而带来良好的市场信誉和经济效益，同时也能起到样板作用，调动落后企业执行工业用特戊酸产品团体标准的积极性。通过加强工业用特戊酸产品的监督检查，还可淘汰一些不具备生产条件的企业，起到扶优劣汰的作用。

三、制定工业用特戊酸团体标准的必要性

目前，国内绝大多数厂家采用 KOCH 合成方法，以异丁烯、一氧化碳和水为原料来制备特戊酸。但该技术发展缓慢，国内绝大多数厂家均采用间歇操作工艺，其原料消耗高、单套生产能力小、副产物较多、工作强度大、生产环境差、且污染严重等问题突出。随着人们对生活环境、劳

动环境及劳动状况的要求越来越高，因此有必要制定工业用特戊酸生产的团体标准，以规范生产技术指标，以达到节约能耗的目的，不仅可以推动行业健康发展，更有助于促进环境生态文明建设。

目前国内工业用特戊酸生产厂家主要包括山东民基新材料科技有限公司、江苏建农植物保护有限公司、河北国晨化工有限公司、河北华旭化工有限公司、河北福德化工有限公司等企业。

目前国内工业用特戊酸的产能约 3 万吨/年，随着产品产量日益增长，急需对工业用特戊酸标准在行业内进行统一和规范，以满足国内市场及行业内的需求。

目前工业用特戊酸尚无国家标准和行业标准。因此需要制定《工业用特戊酸》团体标准来统一产品质量，以便给同行业的有序竞争提供更为科学的质量评价标准，维护生产企业和用户的利益。

四、编制过程

1. 制定标准调研阶段

根据中国石油和化学工业联合会中石化联质标函[2018]08 号《关于下达 2019 年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，标准起草组研讨了工业用特戊酸制定标准的必要性和紧迫性，广泛征集各相关单位意见，查阅了工业用特戊酸生产工艺、技术要求、使用情况等相关资料，并向相关单位发函，了解对制定《工业用特戊酸》团体标准的建议及产品生产、使用、销售现状。在此基础上，初步拟定了《工业用特戊酸》团体标准的总体架构。

2. 制定标准工作方案会阶段

2019 年 5 月包括山东民基新材料科技有限公司、江苏建农植物保护有限公司、河北国晨化工有限公司、河北华旭化工有限公司等企业在北京召开了制定《工业用特戊酸》团体标准工作方案会。会上与会代表经过讨论，初步确定了该产品的技术要求、指标项目及相关参数，同时初步确定了相应的试验方法、检验、包装、运输、贮存等内容。根据讨论结果，标准起草工作组提出了工作方案及工作进度安排。

3. 制定标准起草阶段

工作方案会后，标准起草单位及有关单位根据工作方案会议的安排，开展验证试验工作。2019 年 11 月在北京召开了《工业用特戊酸》团体标准制定工作组会议。标准起草工作组汇总了资料，并对资料及相关试验验证结果进行了分析，确定了《工业用特戊酸》团体标准主要内容。在此基础上提出标准征求意见稿。

五、标准编制原则

本标准的制定参照国内工业用特戊酸生产、使用的相关资料，同时参考国内企业的相关要求，引进生产的先进理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1. 确保工业用特戊酸产品使用安全；随着人们生活水平的提高，以及近年来安全的事件时有发生，人们越来越重视安全生产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故，对人员造成危害，消除生产安全隐患。因此，生产安全是首要的原则。

2. 标准要具有科学性、先进性和可操作性；科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据，新标准有利于新产品开发，有利于产品质量的提高；先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；可操作性是指新标准不能脱离我国国情，有 70%企业能做到，30%企业需要经过努力才能做到。

3. 与相关标准法规协调一致；与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法规要相一致。

4. 促进行业健康发展与技术进步。在工业用特戊酸生产企业制定团体标准，是我国工业用特戊酸行业以及使用单位一项重大举措，是从对最终产品的被动管控转向对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

六、主要条款的说明

工业用特戊酸团体标准包括范围、规范性引用文件、要求、试验方法以及检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、安全。

1. 范围

本标准规定了工业用特戊酸的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以异丁烯、一氧化碳为原料，硫酸为催化剂，经羰基合成制得的工业用特戊酸。

2. 规范性引用文件

说明了在本标准制定中引用的标准和其他参考文件。凡是注日期的引用文件，以该具体日期文件为准，凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

3. 要求

检验项目的设定参照国内企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的实验数据（见实验报告）等资源，确定了外观、水分、色度，对工业用特戊酸产品质量进行系统的控制，分析方法选择现行有效的国家和行业标准方法。具体说明如下：

（1）指标项目及参数的确定（指标项目及参数见附表）

1）外观

外观用于对产品是否正常、是否有其它机械杂质混入进行直观和定性的考察。生产工艺不同，生产出的产品颜色存在差异。大部分企业标准中均设置外观指标。本标准规定为“无色透明液体或结晶”。方法规定用目测法判定，对观测条件做出如下规定“取适量样品于无色透明比色管中，在自然光下目视观测”。

2）产品的主要成分

产品的主要成分为工业用特戊酸。产品的纯度直接影响下游产品的品质，使用纯度更高的特戊酸生产下游产品时，由于纯度较高，产生的相关杂质的量较低，降低单位产品消耗，使下游产品的生产成本得以降低，市场的接受程度、竞争力得到增高。生产过程中，采用精馏分离得到产品，随着设备的性能提高，生产控制精准度提高，得到高纯度产品。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，特戊酸的含量可达 99.0% 以上。本标准规定了一等品的含量 $\geq 99.5\%$ ，合格品的含量 $\geq 99.0\%$ 。

3）水分含量

特戊酸主要的用途是用来生产特戊酰氯，生产工艺主要是特戊酸和三氯化磷反应，反应过程中水含量越低，反应过程中的副反应越少，生产的安全性和经济性越高。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了一等品的水含量 $\leq 0.2\%$ ，合格品的水含量 $\leq 0.3\%$ 。

4）色度

现阶段市场中的特戊酸有合成特戊酸和回收特戊酸两种，合成特戊酸的含量更高、色度更低，利于下游客户的生产；回收特戊酸是将参与其他反应的特戊酸进行处理回收得到色度高、含

量低的产品，该种产品杂质含量较复杂，对后期生产的影响不明确，尤其在医药生产领域不良影响明显，该指标主要是限制色度高、含量低的特戊酸进入市场，提高整个特戊酸市场的准入标准。。通过对重点生产企业实物质量进行统计分析，本标准规定了一等品的色度 ≤ 30 ，合格品的色度 ≤ 50 。

产品性能指标包括：纯度、水分、色度，这些指标是考核产品应用效果的重要指标。

4. 试验方法

工业用特戊酸产品在本标准中的纯度、水分、色度的测定法，基本采用相关标准中的试验原理。

1) 工业用特戊酸纯度的测定

标准中规定，工业用特戊酸纯度的测定采用气相色谱法，其测定原理为：在选定的色谱操作条件下使样品气化后经毛细管色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器检测，用面积归一化法定量。

2) 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的方法进行。

3) 色度的测定

按 GB/T 6488 规定的方法进行。

5. 检验规则

本部分规定了工业用特戊酸产品检验型式，产品批量、样品的采样、留样及合格产品的判定要求。

6. 标志、标签及包装、运输、贮存

本部分规定了工业用特戊酸产品标志、标签及包装、运输、贮存的要求均应符合相关规定。

七、标准属性

根据我国对标准属性的划分原则，本标准为您推荐性标准。

八、标准水平分析

本标准为适应目前国内实际生产及使用的要求，对产品进行分类，标准的指标项目设置、技术要求及试验方法方面均能满足使用的要求。试验方法方面，产品水分的测定采用化学分析法进行测定，产品主含量、色度采用仪器分析法进行测定。这些方法可操作性强，结果准确可靠。促进了环境保护及保障了分析人员的健康安全。综合分析，本标准在各项指标项目设置方面适应了目前企业的使用要求，保证了产品的使用安全，分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。

工业用特戊酸
实验报告

1. 工业用特戊酸含量的测定

T/CPCIF XXXXX. X-20XX 工业用特戊酸团体标准，以下简称为本标准。按本标准拟定方法中 4.3 对三批特戊酸进行三平行重复测定（选用内涂 SE-30 固定液或 FFAP 柱形石英色谱柱进行了试验），色谱图见图 1.1、图 1.2、图 1.3、图 2.1、图 2.2、图 2.3、图 3.1、图 3.2、图 3.3，试验结果见表 1。

特戊酸产品及杂质含量测定测定的典型色谱图及保留时间、峰面积等见下图。

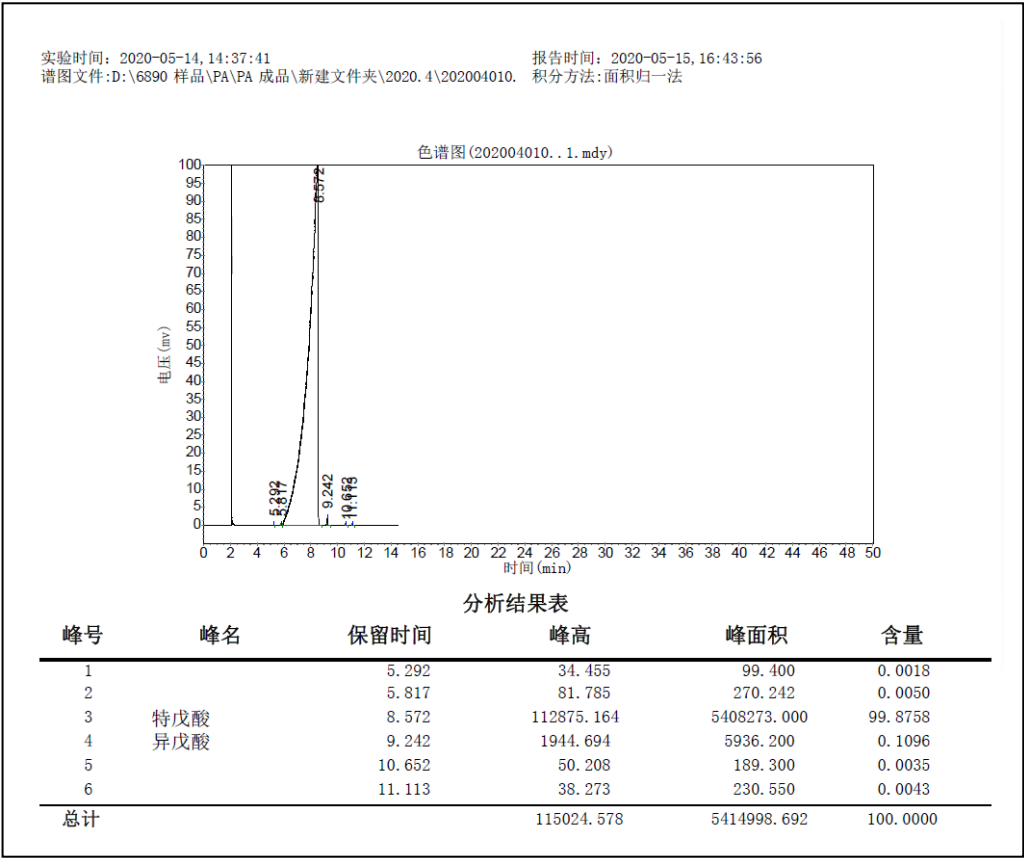


图 1.1 1#样品一次测试色谱图

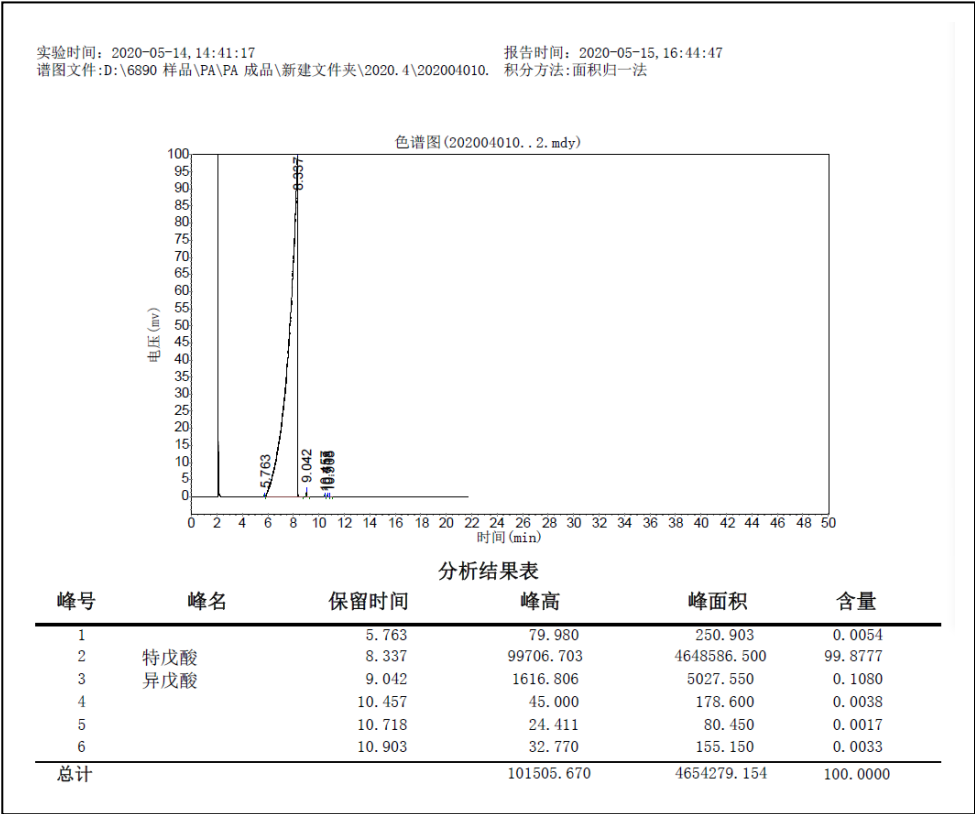


图 1.2 1#样品二次测试色谱图

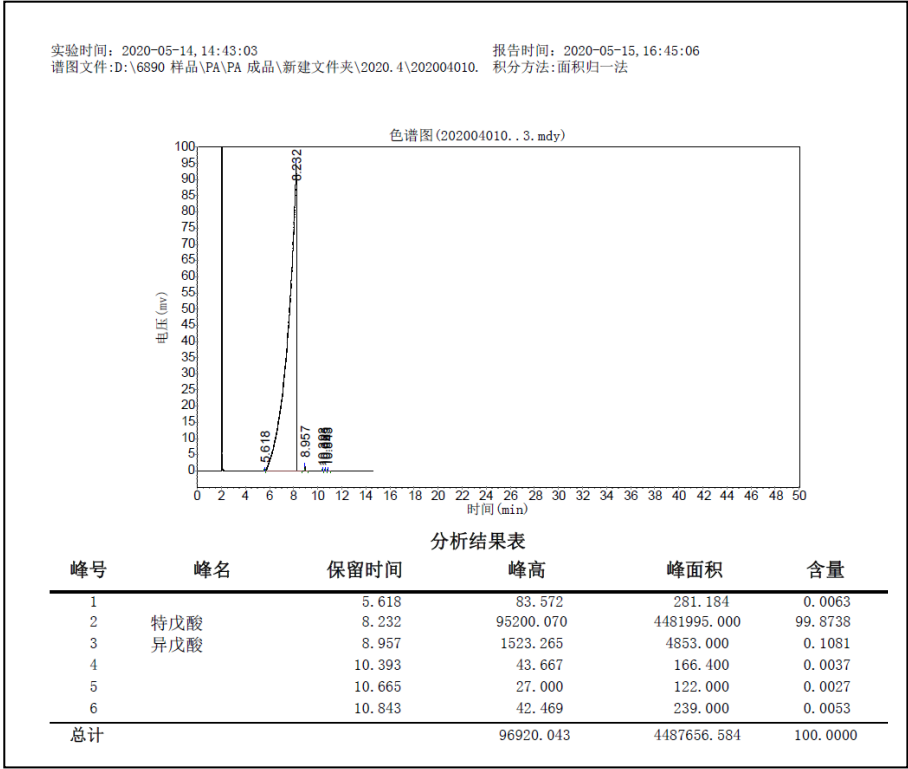


图 1.3 1#样品三次测试色谱图

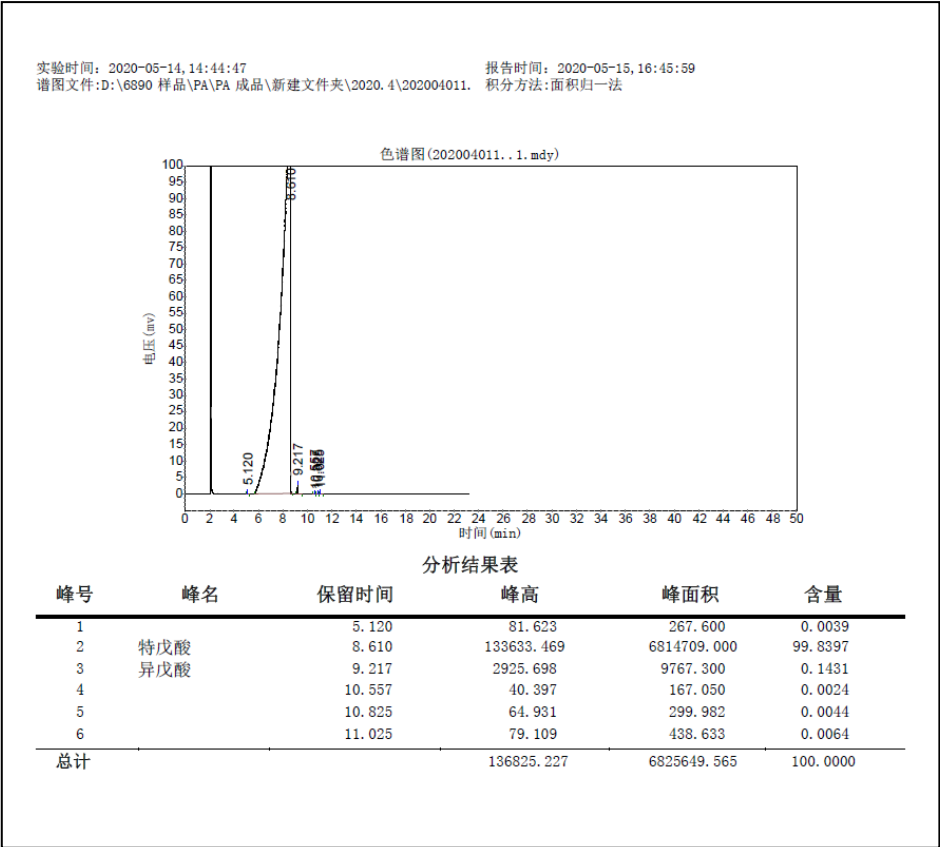


图 2.1 2#样品一次测试色谱图

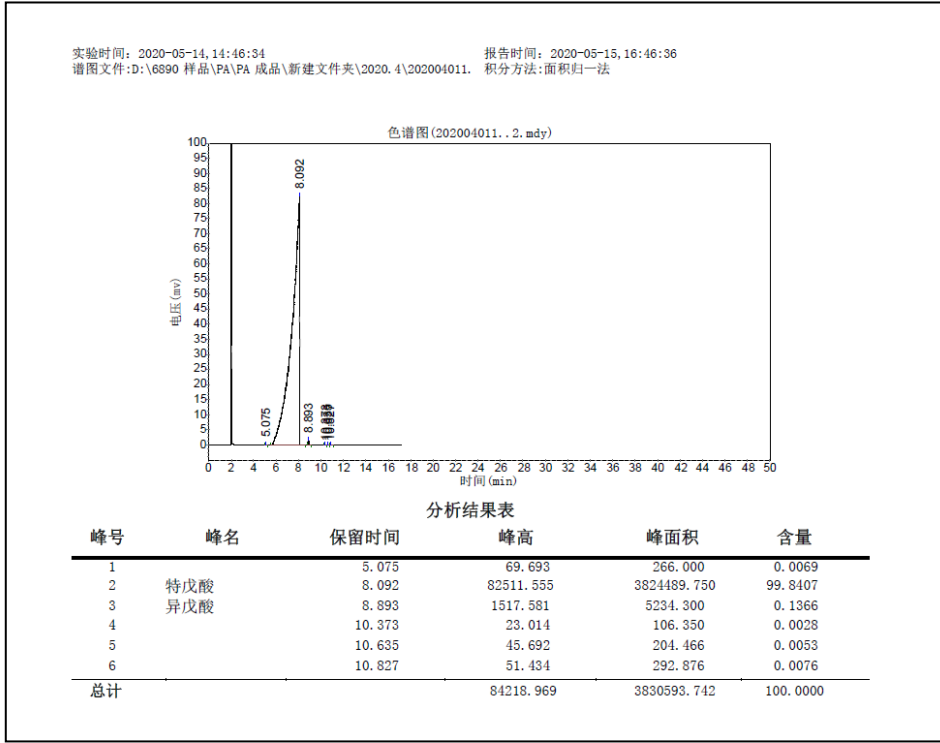


图 2.2 2#样品二次测试色谱图

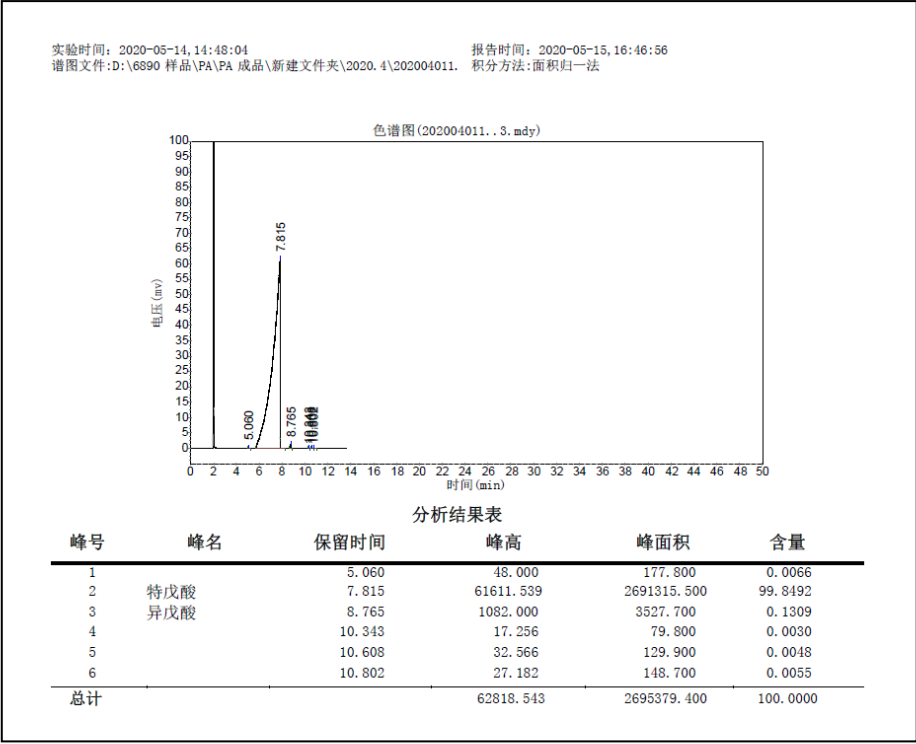


图 2.3 2#样品三次测试色谱图

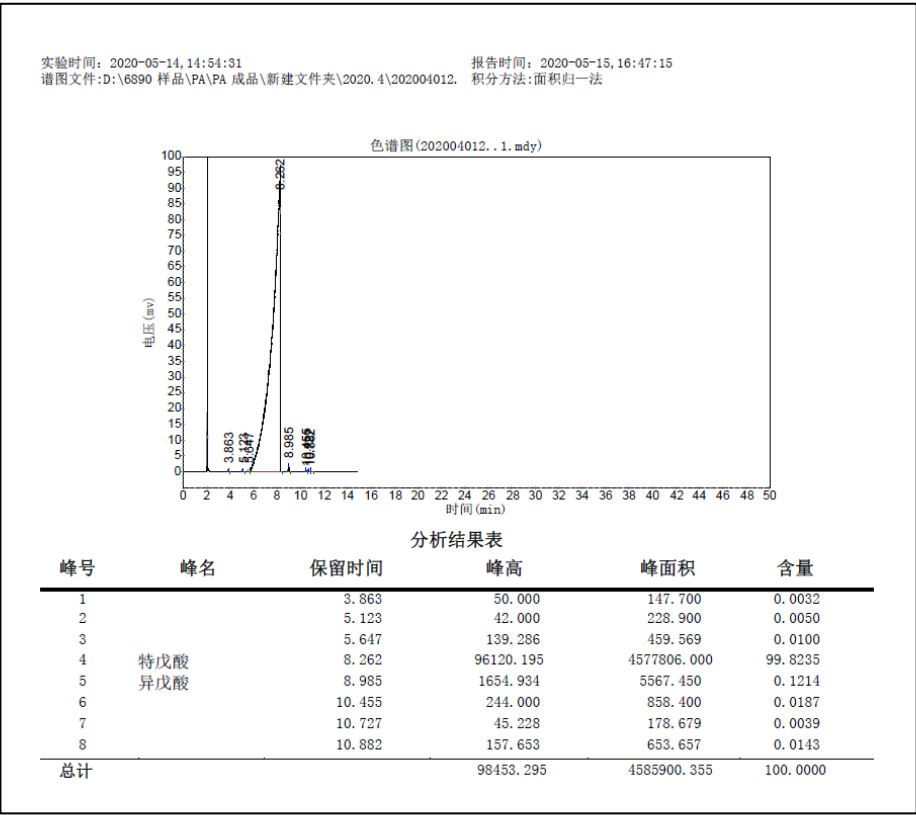
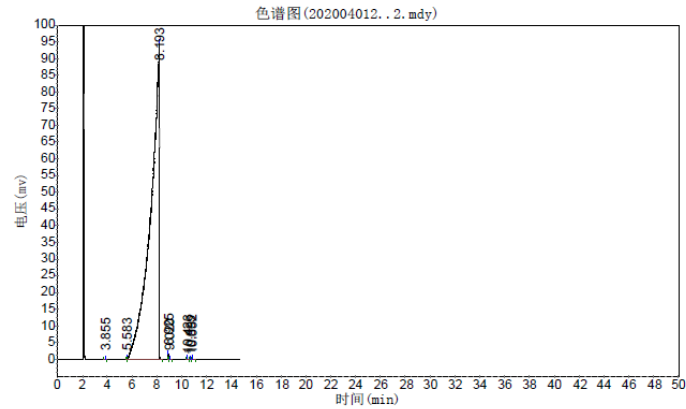


图 3.1 3#样品一次测试色谱图

实验时间: 2020-05-14, 14:55:51 报告时间: 2020-05-15, 16:47:31
谱图文件:D:\6890 样品\PA\PA 成品\新建文件夹\2020.4\202004012. 积分方法:面积归一法

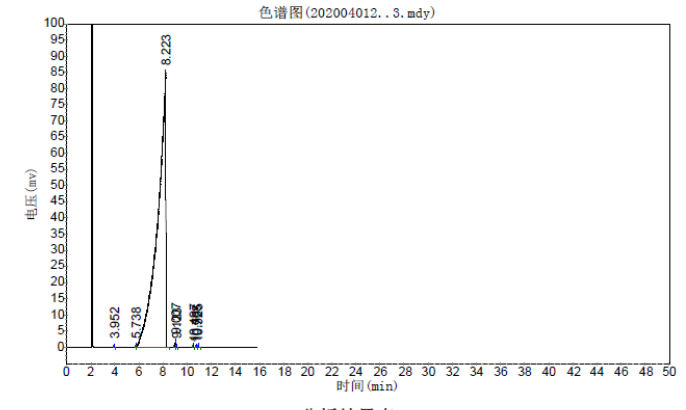


分析结果表

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量
1		3.855	50.000	142.900	0.0031
2		5.583	143.681	444.591	0.0098
3	特戊酸	8.193	94770.516	4534840.000	99.8249
4	异戊酸	8.925	1625.267	5336.854	0.1175
5		9.020	70.617	259.484	0.0057
6		10.423	236.706	845.800	0.0186
7		10.695	38.828	160.600	0.0035
8		10.852	173.000	764.800	0.0168
总计			97108.614	4542795.030	100.0000

图 3.1 3#样品二次测试色谱图

实验时间: 2020-05-14, 14:56:40 报告时间: 2020-05-15, 16:47:47
谱图文件:D:\6890 样品\PA\PA 成品\新建文件夹\2020.4\202004012. 积分方法:面积归一法



分析结果表

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量
1		3.952	40.421	105.100	0.0027
2		5.738	136.859	425.449	0.0109
3	特戊酸	8.223	84617.656	3893080.000	99.8286
4	异戊酸	9.007	1448.848	4535.917	0.1163
5		9.123	58.052	200.046	0.0051
6		10.497	206.206	724.900	0.0186
7		10.768	37.526	152.496	0.0039
8		10.925	132.004	538.676	0.0138
总计			86677.573	3899762.584	100.0000

图 3.3 3#样品三次测试色谱图

以下是产品 3 批次（各 3 平行）试验数据。

表 1 含量的试验数据

指标	1#	2#	3#
含量，%	99.8758	99.8397	99.8235
	99.8777	99.8407	99.8249
	99.8738	99.8492	99.8286
平均值，%	99.8758	99.8432	99.8257
绝对偏差，%	0.001953	0.005228	0.00264

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法中 4.4 对 3 批特戊酸进行测定，试验结果见表 2。

水分的测定采用卡尔·费休法，按照 GB/T 6283《化工产品水含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）》的规定进行测定。

重复性试验见表 2。

表 2 水分试验数据

指标	1#	2#	3#
水分/w/%	0.1927	0.1852	0.1702
	0.1924	0.1849	0.1701
	0.1926	0.1850	0.1704
平均值	0.1926	0.1850	0.1702

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

3. 色度的测定

按本标准拟定方法中 4.5 对 3 批特戊酸进行测定，试验结果见表 3.1。

色度的测定，采用液体化学产品颜色测定法，按 GB/T 3143《液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位-铂-钴色号）》的规定进行测定。

重复性试验见表 3。

表 3 色度试验验证数据

指标	1#	2#	3#
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	10	10	10
	10	10	10
	10	10	10
平均值	10	10	10

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟订方法可行。

表 4 产品试验数据汇总

项 目	指 标		
	1#	2#	3#
特戊酸， $w/\%$ \geq	99.88	99.84	99.82
水分， $w/\%$ \leq	0.19	0.18	0.17
色度（铂钴色号）/Hazen 单位 \leq	10	10	10

工业用特戊酸实验报告
山东民基新材料科技有限公司

1. 工业用特戊酸含量的测定

按本标准拟定方法，对本公司产品进行测定，结果见表 1.1。

以下是本公司产品 3 批次试验数据。

表 1.1 产品含量试验数据

指标	202004002	202004003	202004004
含量，%	99.9003	99.8877	99.8625
	99.9241	99.8899	99.8948
	99.9051	99.8756	99.8595
平均值，%	99.9098	99.8844	99.8723
绝对偏差，%	0.01260	0.007709	0.01960

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

2. 水分的测定

按本标准拟定方法，对本公司产品 3 批次进行测定，结果见表 2.1。

表 2.1 水分的试验数据

指标	202004002	202004003	202004004
水分，w/%	0.1815	0.1659	0.1757
	0.1813	0.1653	0.1755
	0.1816	0.1657	0.1753
平均值，w/%	0.1815	0.1656	0.1755

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

3. 色度的测定

按本标准拟定方法，对本公司产品 3 批次进行测定，结果见表 3.1。

表 3.1 色度的试验数据

指标	202004002	202004003	202004004
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	10	10	10
	10	10	10
	10	10	10
平均值	10	10	10

实验结果：实测数据符合拟定指标，试验方法无异常。

表 4 产品试验数据汇总

项目	指标		
	202004002	202004003	202004004
特戊酸， $w/\%$	99.91	99.88	99.87
水分， $w/\%$	0.18	0.17	0.18
色度（铂钴色号）/Hazen 单位	10	10	10

