

中国石油和化学工业联合会标准

T/CPCIF XXXXX—XXXX

工业用特戊酰氯

Pivaloyl chloride for industrial use

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由中国石油和化学工业联合会标准工作委员会归口。

本标准负责起草单位：中国化工信息中心有限公司。

本标准参加起草单位：

本标准主要起草人：

# 工业用特戊酰氯

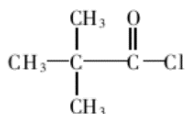
**警示**——本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了特戊酰氯的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存、复验期。本标准适用于特戊酸和三氯化磷反应生成的特戊酰氯。

分子式：(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>CCOCl

CAS号：3282-30-2



结构式：

分子量：120.58（按2016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 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 3723 工业用化工产品采样安全通则
- 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
- GB 12268 危险货物物品名表
- GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB 19434 危险货物中型散装容器检验安全规范

## 3 要求

工业用特戊酰氯应符合表1的要求。

表 1 产品技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
外观	无色透明液体，无机械杂质	
特戊酰氯含量， $w/\%$	$\geq$ 99.50	99.00
特戊酸含量， $w/\%$	$\leq$ 0.20	0.50
特戊酸酐含量， $w/\%$	$\leq$ 0.20	0.50
三氯化磷含量， $w/\%$	$\leq$ 0.30	—

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

4.1 一般规定

本标准中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备与标定。

4.2 外观的判定

取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观测。

4.3 特戊酰氯、特戊酸、特戊酸酐含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，使用氢火焰离子化检测器（FID）监测，采用面积归一法定量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氢气和氮气：体积分数不低于 99.99%的高纯气体，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.2 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）及分流装置，整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的有关规定。该气相色谱仪应具有足够的线性范围，能满足色谱分离要求。

4.3.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.3.3.3 自动进样器或微量注射器。

4.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

本标准推荐的毛细管色谱柱及典型操作条件见表 2，典型色谱图见附录 A 图 A. 1，其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱操作条件亦可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	内涂 SE-30 固定液
柱长×柱内径×液膜厚度	30m×0.32mm×1.0 μm
柱温度/℃	90℃恒温
检测器/℃	240
汽化室/℃	240
载气 (N <sub>2</sub> ) /Mpa	0.05
氢气/Mpa	0.05
空气/Mpa	0.1
分流比	30:1
进样量/μL	0.2

#### 4.3.5 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。待仪器基线平稳后，吸取0.2μL试样迅速注入色谱汽化器中，待各组分出峰完毕，记录峰面积，由色谱工作站按面积归一化法定量，计算各组分的含量。

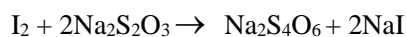
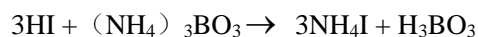
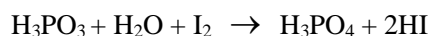
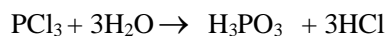
#### 4.3.6 允许差

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得大于 0.20%。

### 4.4 三氯化磷的测定

#### 4.4.1 方法提要

三氯化磷与水反应生成亚磷酸，用过量的碘将亚磷酸氧化成正磷酸，该反应是可逆的，为使氧化完全，用硼酸铵中和该反应生成的碘化氢，剩余的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，以淀粉溶液为指示液判定终点。反应式如下：



#### 4.4.2 试剂和材料

警示——硫酸、盐酸具有强腐蚀性。

4.4.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液：c(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=0.1mol/L。

4.4.2.2 硼酸铵缓冲溶液：c[1/3(NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>]=1mol/L。

称取 20g 硼酸溶解于 170mL10%氨水中，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.2.3 碘标准溶液：c(1/2I<sub>2</sub>)=0.1mol/L。

4.4.2.4 淀粉指示液：10g/L。

4.4.2.5 硫酸溶液：3mol/L。

4.4.2.6 盐酸溶液：0.5mol/L。

#### 4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 一般实验室仪器。

4.4.3.2 滴定管：50mL，A级，分度值0.1 mL。

4.4.3.3 单标线吸量管：25 mL，A级。

#### 4.4.4 分析步骤

##### 4.4.4.1 测定

取 50mL 容量瓶加水约 30mL，称量后加入试样 0.7g~0.9g（约 1mL），摇匀后立即称量（两次称量之差即为样品重量），冷却后用水稀释至刻度。取上述溶液 20mL 于 250 碘瓶中，准确加入 15.00mL 碘标准溶液，再迅速加入 20mL 硼酸铵缓冲溶液，立即盖紧，水封，置于 20℃~30℃ 的恒温水浴中避光静置 20 分钟。冷却至室温后加入 10mL 硫酸溶液，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴过量碘，在临近终点时（溶液呈淡黄色）加入 2mL 淀粉指示液，继续滴至蓝色消失即为终点。

##### 4.4.4.2 空白试验

空白试验与样品测定同时进行，其测定步骤和所用试剂用量均与测定样品时相同，只是用 20mL 盐酸溶液代替试样。

#### 4.4.5 结果计算

以质量百分数表示的三氯化磷含量  $X_1$ ，按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]CM/2}{m_1 \times 20/50} \times 100 = \frac{(V_0 - V_1)CM}{m_1 \times 8} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$C$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——三氯化磷的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=137.34$ ）。

$m_1$ ——试样的质量，单位为克（g）；

### 5 检验规则

5.1 第 3 章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 在原材料、生产工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批次为一批。或以产品贮罐组批，以同等质量均匀的产品为一批。

5.3 按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。采样总量不得少于 300mL。将样品混合均匀后，分别装于两个清洁、干燥的试剂瓶中，贴上标签，注明：产品名称、等级、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶作质量检验用，另一瓶密封保存留样备查。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中加倍采样进行复验，复检结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品应做降等或不合格处理。

## 6 标志、标签

6.1 工业用特戊酸包装容器上应有牢固、清晰的标志，符合 GB 12268、GB 15258 规定，其内容包括：

- a) 生产企业名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号；
- f) 符合特戊酰氯的危险性及GB/T 191规定的“怕湿”、“向上”标志及GB 190规定的标志<sup>1)</sup>。

6.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容包括：

- a) 生产企业名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号或生产日期；
- d) 产品检验结果和检验结论；
- e) 本标准编号。

## 7 包装、运输、贮存、复验期

7.1 产品采用塑料桶或复合桶包装，符合 GB 12463、GB 19434 规定。用户对包装规格有特殊要求时，可供需协商，也可根据用户要求采取其他包装方式。

7.2 产品应采用专用运输工具运输，应防火、防高温、防曝晒、防雨淋，并应轻装轻卸，防止包装破损等。

7.3 工业用特戊酰氯产品储存于干燥、通风良好的库房。远离火种、热源。包装必须密封，切勿受潮。应与氧化剂、碱类、醇类、食用化学品等分开存放，切忌混储。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

7.4 在符合本标准规定条件下，自生产日期起，复验期为 6 个月。开封后应尽快使用。

---

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

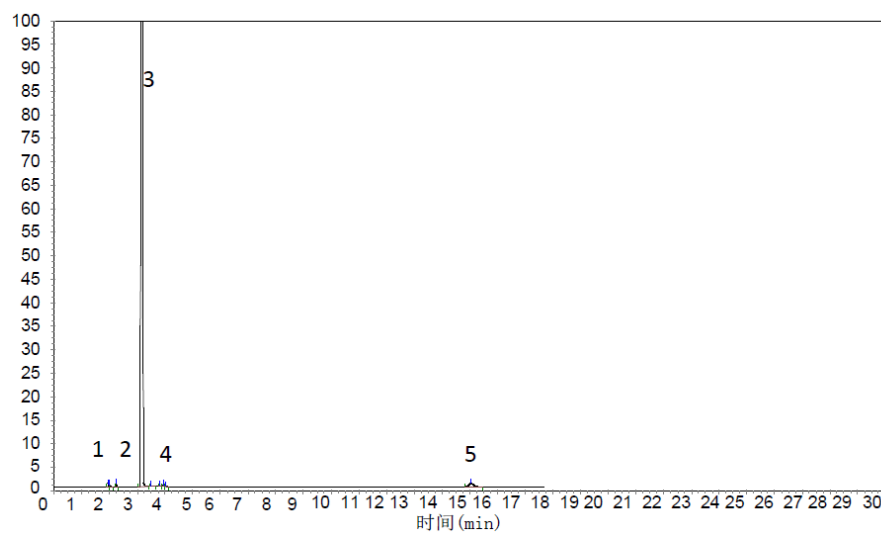
附录 A

(规范性附录)

特戊酰氯及杂质含量测定的典型色谱图与各组分的保留值

A.1 特戊酰氯及杂质含量测定的典型色谱图

特戊酰氯及杂质含量测定的典型色谱图见图 A. 1



- 说明：
- 1——未知
  - 2——未知
  - 3——特戊酰氯
  - 4——特戊酸
  - 5——特戊酸酐

图 A. 1 特戊酰氯及杂质含量测定的典型色谱图

A.2 各组分的保留时间和相对保留值

各组分的保留时间和相对保留值见表 A. 1。

表 A. 1 各组分的保留时间和相对保留值

序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	未知	1. 957	0. 61
2	未知	2. 240	0. 70
3	特戊酰氯	3. 190	1. 00
4	特戊酸	3. 932	1. 23
5	特戊酸酐	15. 057	4. 72



## 附 录 B

(资料性附录)

### 安全

#### B.1 危害信息

特戊酰氯系有害物质，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热极易燃烧爆炸。与氧化剂接触猛烈反应。遇水发生剧烈反应，散发出具有刺激性和腐蚀性的氯化氢气体。受高热分解放出有毒的气体。遇潮时对大多数金属有腐蚀性。若遇高热，容器内压增大，有开裂和爆炸的危险。

#### B.2 安全措施

操作人员在进行作业时应戴橡胶耐酸碱手套和防护眼镜、口罩等防护用品，避免与皮肤直接接触。

---