

中国石油和化学工业联合会标准

T/CPCIF XXXXX—XXXX

工业用氯代特戊酰氯

Chloropivaloyl chloride e for industrial use

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

## 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化工作委员会归口。

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：

# 工业用氯代特戊酰氯

**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

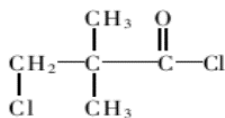
本标准规定了氯代特戊酰氯的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、复验期。

本标准适用于特戊酸、特戊酰氯与氯气为主要原材料反应生成的氯代特戊酰氯。

分子式： $\text{ClCH}_2(\text{CH}_3)_2\text{CCOCl}$

CAS号：4300-97-4

结构式：



分子量：155.02（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 工业用化学产品采样安全通则
- 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 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 19434 危险货物中型散装容器检验安全规范

## 3 要求

### 3.1 技术指标

工业用氯代特戊酰氯应符合表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	
氯代特戊酰氯含量，w/% ≥	99.00	98.50
二氯特戊酰氯含量，w/% ≤	0.50	0.50
特戊酰氯含量，w/% ≤	0.30	0.50
氯代特戊酸酐，w/% ≤	0.20	0.50

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 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与氯代特戊酰氯含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中氯代特戊酰氯色谱峰的保留时间与标样中氯代特戊酰氯的色谱峰的保留时间一致。

4.3 外观的判定

在自然光或日光灯下目视观测。

4.4 氯代特戊酰氯、特戊酰氯、二氯特戊酰氯含量的测定

4.4.1 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。

4.4.2 试剂和材料

- 4.4.2.1 氢气和氮气：体积分数不低于 99.99%的高纯气体，经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 4.4.2.2 空气：经活性炭、硅胶或分子筛干燥、净化。
- 4.4.2.3 氯代特戊酰氯标样：已知准确质量分数。

4.4.3 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。

#### 4.4.4 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	初始温度为 120℃，保持 8min，以 10℃/min 的升温速率升至 160℃，160℃保持 10min
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	0.4

#### 4.4.5 试验步骤

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0.2 μL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。

#### 4.4.6 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%。

### 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。或以产品储罐组批，以同等质量均匀的产品为一批。

5.3 按 GB/T 3723、GB/T6778、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 标志和随行文件

6.1 工业用氯代特戊酰氯包装容器上应有牢固、清晰的标志，符合 GB 12268 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) 符合氯代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 本品采用清洁、干燥的塑料桶或复合桶包装, 桶内充入氮气后密封, 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 工业用氯代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 3 个月。开封后应尽快使用。

---

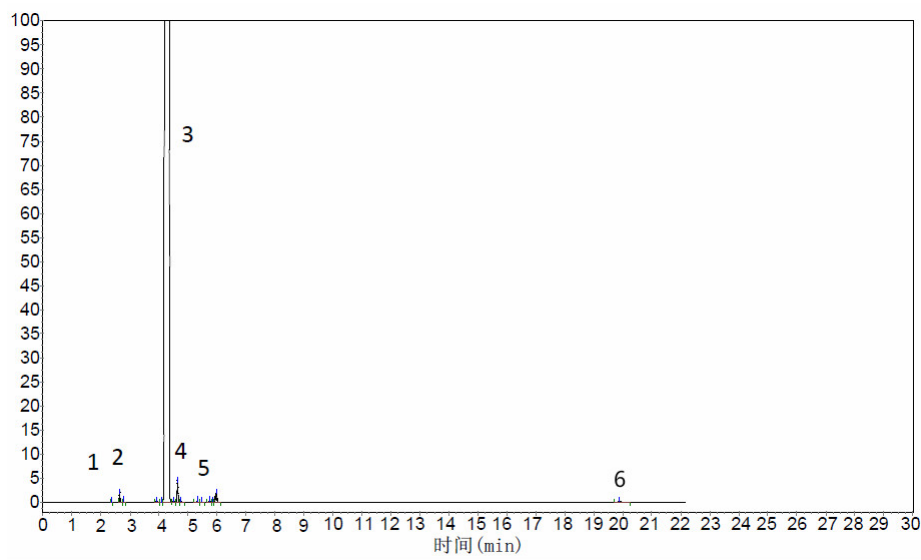
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附录 A  
(规范性附录)

氯代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 氯代特戊酰氯及杂质含量测定的典型色谱图

氯代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-----特戊酰氯
  - 3-----氯代特戊酰氯
  - 4-----未知
  - 5-----二氯特戊酰氯
  - 6-----氯代特戊酸酐

图 A. 1 氯代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	2. 357	0. 54
2	特戊酰氯	2. 648	0. 61
3	氯代特戊酰氯	4. 343	1. 00
4	未知	4. 498	1. 04
5	二氯特戊酰氯	4. 648	1. 07
6	氯代特戊酸酐	19. 882	4. 58

## 附 录 B

### (资料性附录)

#### 安全

##### B.1 危害信息

氯代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。

---