

ICS 71.080.30; 71.080.99
G 17
备案号: 65328~65330—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5393~5395—2018

工业用三甲基一氯硅烷、 工业用对甲苯磺酰氯和 工业用对硝基苯甲酰氯 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5393—2018	工业用三甲基一氯硅烷	(1)
HG/T 5394—2018	工业用对甲苯磺酰氯	(13)
HG/T 5395—2018	工业用对硝基苯甲酰氯	(27)

ICS 71.080.99
G 17
备案号: 65329—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5394—2018

工业用对甲苯磺酰氯

4-Toluenesulfonyl chloride for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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。

本标准负责起草单位：浙江嘉化能源化工股份有限公司、浙江嘉化新材料有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：响水博霖医药化工有限公司。

本标准主要起草人：王宏亮、于海明、高静、徐文梅、郭付俊、张树荣。

工业用对甲苯磺酰氯

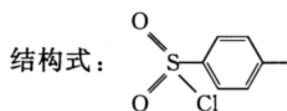
警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了工业用对甲苯磺酰氯的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和保质期等。

本标准适用于由甲苯法生产的工业用对甲苯磺酰氯。

分子式： $C_7H_7ClO_2S$



相对分子质量：190.68（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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固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 产品分类

工业用对甲苯磺酰氯优等品主要应用于国外医药行业，一等品主要应用于国内医药行业，二等品主要应用于医药中间体行业，合格品主要应用于荧光粉行业。

4 要求

4.1 外观：白色结晶，无机械杂质。

4.2 工业用对甲苯磺酰氯的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标				
	优等品		一等品	二等品	合格品
	特优型	普优型			
对甲苯磺酰氯, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 99.0	≥ 98.0	≥ 95.0
邻甲苯磺酰氯, $w/\%$	≤ 0.07	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.5	≤ 2.0
游离酸, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.5
初熔点/ $^{\circ}\text{C}$	≥ 67.0	≥ 67.0	≥ 66.0	—	—
色度/Hazen 单位 (铂-钴色号) (400 g/L 丙酮溶液)	≤ 20	≤ 30	≤ 30	—	—
水分, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.10	≤ 0.20
残留溶剂, $w/\%$	—	—	—	≤ 0.5	≤ 1.0

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

本标准所用的试剂和水，在没有注明要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

5.3 外观的测定

取适量实验室样品于无色透明样品瓶中，在自然光或日光灯下目视观察。

5.4 对甲苯磺酰氯质量分数、邻甲苯磺酰氯质量分数、残留溶剂的测定

5.4.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管柱使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法测得邻甲苯磺酰氯质量分数。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 气相色谱仪：具毛细管柱分流进样口和氢火焰离子化检测器。其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定，仪器的线性范围应满足分析要求。

5.4.2.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.4.2.3 微量进样器：10 μL 。

5.4.3 试剂

5.4.3.1 三氯甲烷。

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

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

5.4.3.4 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2，典型色谱图及各组分相对保留时间分别见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

参数名称	参 数 值
色谱柱	5 %苯基-95 %二甲基聚硅氧烷
色谱柱规格	30 m×0.53 mm×1.0 μm
汽化室温度/℃	250
柱箱温度/℃	140
检测器温度/℃	300
载气 (N ₂) 流量/(mL/min)	1.5
空气流量/(mL/min)	200
氢气流量/(mL/min)	25
尾吹气流量/(mL/min)	25
分流比	30 : 1
进样量/μL	0.5

5.4.5 测定步骤

称取约 0.5 g 试样于 30 mL 碘量瓶中，加入 10 mL 三氯甲烷溶解，摇匀。在仪器操作条件下，待稳定后，注入 0.5 μL 试样溶液。

5.4.6 结果计算

对甲苯磺酰氯质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100 - w_3 - w_4 - w_5) \quad \dots\dots\dots (1)$$

邻甲苯磺酰氯质量分数 w_2 ，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{A_2}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

残留溶剂质量分数 w_3 ，数值以 % 表示，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{A_3 f}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_1 ——对甲苯磺酰氯的峰面积；

A_2 ——邻甲苯磺酰氯的峰面积；

A_3 ——残留溶剂二氯甲烷的峰面积；

$\sum A_i$ ——溶剂峰和残留溶剂峰之外的其余所有峰面积之和；

w_4 ——以质量分数表示的游离酸（以 $C_7H_8SO_3$ 计）含量，以 % 表示；

w_5 ——以质量分数表示的水分含量，以 % 表示；

f ——二氯甲烷的相对校正因子（测定方法见附录 A.3。若采用的是水作为溶剂，则 $f=1$ ）。

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应不大于 0.05 %。

5.5 游离酸质量分数的测定

5.5.1 试剂和溶液

5.5.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.1.2 氯化钠冷饱和溶液：称取氯化钠适量，用热蒸馏水制成饱和溶液（约 30 %），冷却后贮存在冰箱中。

5.5.1.3 酚酞指示液：10 g/L。

5.5.2 测定步骤

称取 1.5 g~2.5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于放有数粒玻璃珠的 250 mL 三角烧瓶中，加入 30 mL 氯化钠冷饱和溶液，加入 3 滴~4 滴酚酞指示液，稍加振摇后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色为终点。同时进行空白试验。

5.5.3 结果计算

游离酸（以甲苯磺酸计）的质量分数 w_4 ，数值以 % 表示，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{[(V - V_0) / 1\,000] c M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V_0 ——滴定空白试样时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V ——滴定试样时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——甲苯磺酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=172$ ）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的结果之差不得大于 0.005 %。

5.6 初熔点的测定

称取 3 g~4 g（精确至 0.1 g）试样，置于扁形称量瓶（25 mm×40 mm）中，于（50±3）℃的恒温干燥箱中干燥 3 h，取出，置干燥器中冷却至室温，按 GB/T 617 的规定执行。允许使用熔点测定仪。

5.7 色度的测定

按 GB/T 3143 中的规定执行。称取 20 g（精确至 0.1 g）试样，置于 100 mL 小烧杯中，加入

50 mL 丙酮，搅拌至样品溶解为止，静置片刻，移取 50 mL 溶液至 50 mL 比色管中，盖上瓶塞。与铂-钴色度标准比较。

5.8 水分的测定

按 GB/T 606 中的规定执行。其中称取 1 g~2 g（精确至 0.01 g）试样。用 w_5 表示。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果之差不超过平均值的 10 %。

6 检验规则

6.1 本标准第 3 章中规定的所有项目均为型式检验项目，其中外观、对甲苯磺酰氯质量分数、邻甲苯磺酰氯质量分数、游离酸质量分数、色度、水分、残留溶剂为出厂检验项目。

在正常生产情况下，每 3 个月应进行一次型式检验。

当出现以下情况时，应及时进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 合同规定；
- g) 质量监督机构依法提出要求时。

6.2 在相同原料、相同配方和相同工艺的条件下，经一次投料所得产品为一批。可按生产周期组批。

6.3 按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定采样，所采样品的总量不少于 250 g。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的玻璃瓶或聚四氟乙烯瓶中，贴上标签。一份供检验用，另一份保存备查。

6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。重新检验的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、贮存和保质期

7.1 标志

7.1.1 工业用对甲苯磺酰氯产品包装容器上应有牢固、清晰的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) GB 190 中规定的“腐蚀品”标志¹⁾和 GB/T 191 中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

7.1.2 每批出厂的工业用对甲苯磺酰氯应附有一定格式的质量证明书，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) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

7.2 包装

采用洁净、干燥的直口塑料桶包装，净含量 50 kg/桶。也可根据用户要求采用其他包装方式，包装方式应安全、可靠。

7.3 运输

运输车辆应配备相应品种的消防器材，严禁与强氧化剂、食用化学品等混装混运。运输途中应防潮、防日晒、防雨淋、防高温、防静电。

7.4 贮存

应贮存在通风、干燥的仓库中，防止受潮、雨淋和日晒。与强氧化剂、强碱等分储，远离火种、热源。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

7.5 保质期

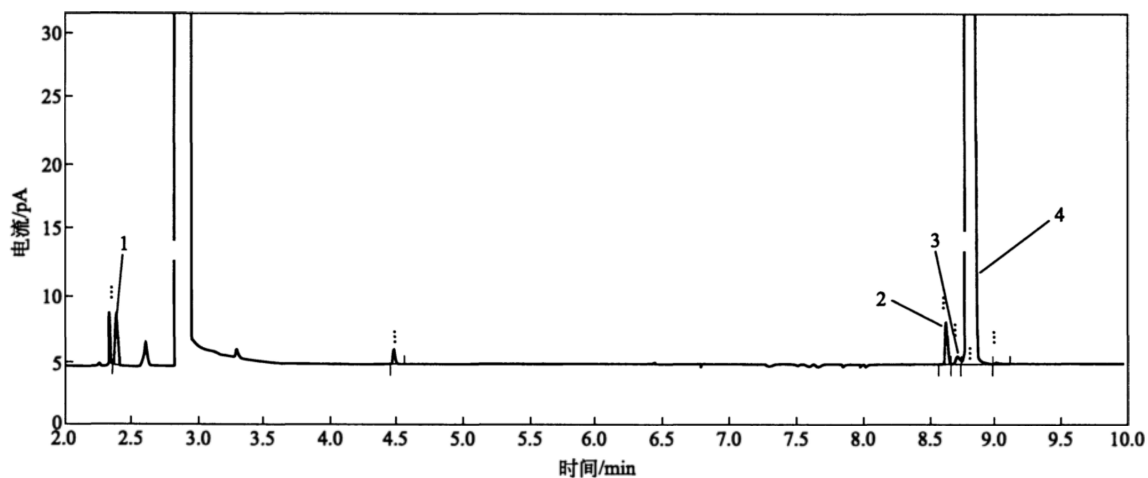
在贮运条件良好的情况下，产品从生产日期算起，贮存期合格品为 3 个月、其余规格产品为 6 个月（本产品易分解，不宜久存）。超过贮存期，可按本标准再行检验，如符合要求仍可使用。

附录 A (规范性附录)

工业用对甲苯磺酰氯含量测定的典型色谱图 及各组分相对保留时间、残留溶剂相对校正因子的测定

A.1 典型色谱图

工业用对甲苯磺酰氯含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——二氯甲烷；
- 2——邻甲苯磺酰氯；
- 3——间甲苯磺酰氯；
- 4——对甲苯磺酰氯。

图 A.1 对甲苯磺酰氯、邻甲苯磺酰氯、残留溶剂含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留时间

工业用对甲苯磺酰氯各组分相对保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留时间

峰序号	组分名称	相对保留时间
1	二氯甲烷	0.294
2	邻甲苯磺酰氯	0.977
3	间甲苯磺酰氯	0.986
4	对甲苯磺酰氯	1.000

A.3 相对校正因子的测定 (该方法适用于残留溶剂为二氯甲烷)

A.3.1 试剂

A.3.1.1 二氯甲烷：色谱纯。

A.3.1.2 对甲苯磺酰氯。

A.3.2 分析步骤

使用清洁、干燥、可密封的磨口瓶，用准确称量的方法加入被测组分二氯甲烷和校准使用标准物对甲苯磺酰氯，两种试剂配制比例与实际样品中组分比例相近。按表 2 推荐的色谱操作条件测定校准用标准品，平行测定 3 次，取 3 次测定结果的算术平均值为测定结果。

A.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对二氯甲烷的校正因子 f 按公式 (A.1) 计算：

$$f = \frac{m_i A_s}{m_s A_i} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_i ——校准用试液中二氯甲烷组分 i 的质量的数值，单位为克 (g)；

A_i ——二氯甲烷组分 i 的峰面积；

m_s ——校准用试液中对甲苯磺酰氯的质量的数值，单位为克 (g)；

A_s ——对甲苯磺酰氯的峰面积。

A.4 校正因子的定期测定

校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

附 录 B
(资料性附录)
安 全

眼睛接触该物质，用大量清水冲洗后及时就医。皮肤接触，脱去污染的衣服和鞋子，用温和的肥皂水和清水彻底冲洗暴露部位，如刺激症状持续，就医。发生火灾时，可用泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

中华人民共和国
化工行业标准
工业用三甲基一氯硅烷、
工业用对甲苯磺酰氯和
工业用对硝基苯甲酰氯
(2018)

HG/T 5393~5395—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2 $\frac{3}{4}$ 字数60.5千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2539

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：42.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

