

ICS 71.080.30
G 17
备案号:38724—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4484—2012

工业用 2-氯吡啶

2-Chloropyridine for industrial use

2012-12-28 发布

2013-06-01 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。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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。

本标准起草单位:红太阳集团有限公司。

本标准参加起草单位:南京红太阳股份有限公司。

本标准主要起草人:刘奎涛、邢平、汤飞荣、王俊东。

工业用 2-氯吡啶

1 范围

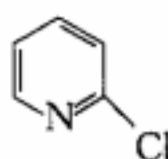
本标准规定了工业用 2-氯吡啶要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用以吡啶、氯气等为原料合成的工业用 2-氯吡啶。

本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

分子式: C_5H_4ClN

结构式:



相对分子质量: 113.55(按 2007 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,仅所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 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

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 要求

3.1 外观

无色均相透明液体。

3.2 技术要求

工业用 2-氯吡啶应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
2-氯吡啶, w/ %	≥ 99.5	99.0
水, w/ %	≤ 0.1	0.2
吡啶, w/ %	≤ 0.1	—
2,6-二氯吡啶, w/ %	≤ 0.1	—
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 20	30

4 试验方法

4.1 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。

4.2 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.3 外观的测定

在具塞比色管中加入实验室样品, 在日光或日光灯下目测。

4.4 2-氯吡啶、吡啶和 2,6-二氯吡啶含量的测定

4.4.1 方法概要

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色谱柱, 使其中各组分得到分离, 用氢火焰离子化检测器检测。根据各组分色谱峰面积和校正因子, 采用内标法得到各组分的含量。用 100 扣除总的色谱杂质含量和水分得到 2-氯吡啶含量。

4.4.2 试剂

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

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

4.4.2.3 空气: 经硅胶与分子筛干燥、净化;

4.4.2.4 丙酮;

4.4.2.5 苯甲酸甲酯: 质量分数不小于 99 %, 不应含有干扰分析的杂质。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器, 整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定, 线性范围满足分析要求。

4.4.3.2 记录仪: 色谱工作站。

4.4.3.3 进样器: 微量进样器, 1 μL。

4.4.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型的毛细管柱色谱图见附录 A 图 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的毛细管色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	固定相为涂渍聚乙二醇 20M 的弹性石英毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.5 μm
柱温/℃	160
汽化室温度/℃	220
检测器温度/℃	220
载气(N ₂)流量/(mL/min)	1.0
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	40
分流比	100 : 1
进样量/μL	0.2
内标物	苯甲酸甲酯

4.4.4 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,稳定后用进样器进样分析,用色谱工作站处理计算结果。

4.4.5 定量方法

4.4.5.1 内标溶液的制备

称取 0.05 g 苯甲酸甲酯,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀,用移液管准确移取 2 mL,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,为内标溶液。

4.4.5.2 校正因子的测定

校正因子的测定参见附录 A 的 A.3。

4.4.5.3 试样溶液的制备

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管准确加入 2 mL 内标溶液溶解,摇匀。

4.4.5.4 样品测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,直接进样测定,用色谱工作站处理计算结果。

4.4.6 结果计算

4.4.6.1 吡啶、2,6-二氯吡啶等杂质的质量分数 w_i ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i m_s f_i}{A_s m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 A_i ——试样中 i 组分的峰面积;
 A_s ——试样中苯甲酸甲酯的峰面积;
 f_i ——试样中 i 组分相对于苯甲酸甲酯的校正因子;
 m_s ——试样中内标物的质量,单位为克(g);
 m ——试样的质量,单位为克(g)。

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大于 0.01 %。

4.4.6.2 2-氯吡啶的质量分数 w ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w = 100 - \sum w_i - w_{\text{水}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\sum w_i$ ——试样中各色谱杂质等的质量分数之和的数值；

$w_{\text{水}}$ ——按照 4.5 测定的水的质量分数的数值。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283 直接电量滴定法的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10 %。

4.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。采用 50 mL 比色管。

5 检验规则

5.1 出厂检验项目为表 1 中的规定的项目，应逐批进行检验。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过一天。

5.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总量应保证检验的要求。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的棕色玻璃瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名，一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时，桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验，罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用 2-甲基吡啶产品包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 本标准编号；
- d) 商标；
- e) 批号或生产日期；
- f) 净含量；
- g) GB 190 中规定的“易燃液体”和“有毒品”标志。

6.1.2 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) 本标准编号；
- e) 产品质量检验结果或检验结论。

6.2 包装

应使用专用的清洁干燥的镀锌铁桶包装，包装容器应严加密封。

6.3 运输

6.3.1 运输过程中不得与易燃、易爆、有腐蚀性的物品混装混运。

6.3.2 运输过程中应防止外界水分的吸入。

6.3.3 装卸时应轻装轻卸，防止剧烈振荡、撞击；远离热源和火种。运输、装卸工作中应按照危险货物运输规定进行。

6.4 贮存

6.4.1 产品应贮存在干燥、通风、阴凉的地方。

6.4.2 产品不得与易燃、易爆、有腐蚀性的物品混合存放。

7 安全

7.1 危险警告

2-氯吡啶是易燃液体,有毒,具刺激性,遇明火、高热可燃,闪点为 65℃。2-氯吡啶吸入、皮肤接触及吞食有毒,生产工人可发生湿疹;其蒸气 and 气溶胶对眼睛、粘膜、呼吸道和皮肤有刺激作用;吸入、摄入或经皮肤吸收后有致死危险。

7.2 安全措施

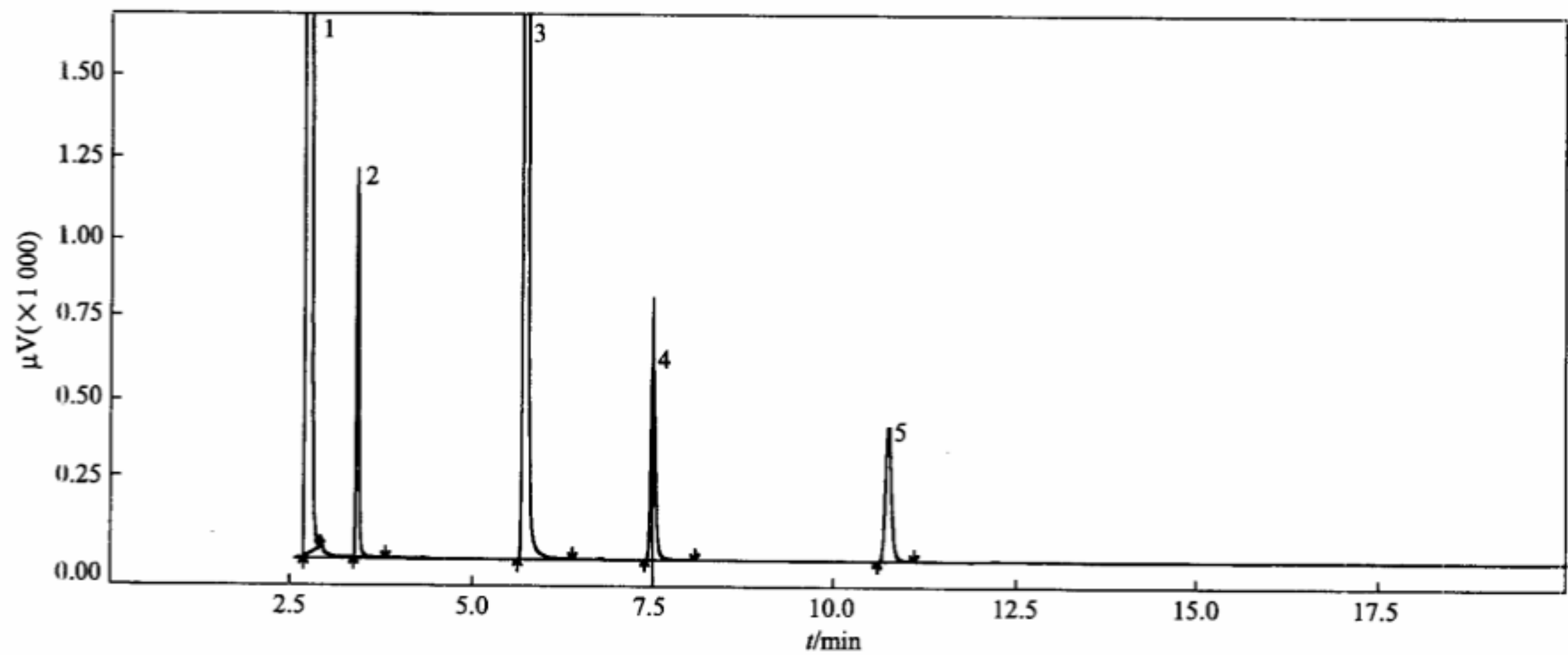
2-氯吡啶不慎与眼睛接触后,请立即用大量清水冲洗并征求医生意见。不慎与皮肤接触后,立即用大量肥皂水冲洗。穿戴适当的防护服、手套和护目镜或面具。若发生事故或感不适,立即就医。

附 录 A
(规范性附录)

2-氯吡啶、吡啶和 2,6-二氯吡啶含量测定的典型色谱图和校正因子的测定方法

A.1 2-氯吡啶的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——丙酮；
- 2——吡啶；
- 3——2-氯吡啶；
- 4——苯甲酸甲酯；
- 5——2,6-二氯吡啶。

图 A.1 2-氯吡啶的典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子

峰序号	组分名称	保留值/min	相对保留值	相对校正因子
1	丙酮	2.712	—	—
2	吡啶	3.421	0.456	0.779
3	2-氯吡啶	5.729	0.764	—
4	苯甲酸甲酯	7.500	1	1.000
5	2,6-二氯吡啶	10.751	1.433	1.678

注：如有未知杂质，其校正因子按 1.00 计算。

A.3 校正因子的测定

A.3.1 试剂

A.3.1.1 吡啶：质量分数大于 99.5 %。

A.3.1.2 2,6-二氯吡啶:质量分数大于 99.5 %。

A.3.1.3 苯甲酸甲酯:质量分数不小于 99 %,不应含有干扰分析的杂质。

A.3.2 分析步骤

分别称取吡啶、2,6-二氯吡啶和内标物苯甲酸甲酯各 0.05 g,均精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,用移液管准确移取 2 mL,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀,为校准用标准样品。

按与测定试样相同的试验条件进行测定。取两次平行测定的峰面积的算术平均值为测定结果。

A.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对苯甲酸甲酯的校正因子 f_i 按公式(A.1)计算:

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

式中:

A_s ——苯甲酸甲酯的峰面积;

A_i —— i 组分的峰面积;

m_s ——苯甲酸甲酯质量的数值,单位为克(g);

m_i ——标准品中 i 组分质量的数值,单位为克(g)。

A.3.4 相对校正因子的定期测定

校正因子应实际测定,每半月测定一次,如遇色谱操作条件变化,则应当时测定。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

工 业 用 2-氯吡啶

HG/T 4484—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 3/4 字数 16 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1533

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：12.00 元

版权所有 违者必究