



# 聊城金鲁裕化工有限公司企业标准

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月25日 10点53分

## 氯乙酰氯

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月25日 10点53分

2020-10-4 发布

2020-10-08 实施

聊城金鲁裕化工有限公司发布



## 前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准为第一次修订，首次发布为 2017-1-3。

本标准有聊城金鲁裕化工有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：刘亚军。

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月25日 10点53分

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年11月25日 10点53分



## 氯乙酰氯

### 1 范围

本标准规定了氯乙酰氯的要求、试验方法、检验规定、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由氯乙酸、氯气与硫磺为原料生产的氯乙酰氯。

### 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/T191 包装储运图示标志

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T9722-2006 化学试剂 气象色谱法通则

### 3 要求

氯乙酰氯的技术要求见表 1。

表 1 氯乙酰氯技术指标

项目	质量指标
氯乙酰氯含量（质量分数）%	99
外观	无色透明液体

### 4 试验方法

#### 4.1 外观

目测



## 4.2 氯乙酰氯、二氯乙酰氯质量分数的测定

### 4.2.1 方法提要

试样用毛细管石英柱和 FID 检测器，对试样中的氯乙酰氯进行气相色谱分离和测定，用面积归一法进行计算。

### 4.2.2 试样材料

- (1) 氯乙酰氯标样；
- (2) 氮气，纯度大于等于 99%
- (3) 氢气，纯度大于等于 99%
- (4) 净化空气或氧气

### 4.2.3 仪器

- (1) 气相色谱仪：具有氢火焰离子检测器，灵敏度和稳定性应符合 GB/T9722-2006 的规定；
- (2) 色谱数据处理器；
- (3) 色谱柱：30m×0.25mm 熔融石英柱，内涂固定液，膜厚 3um；
- (4) 进样系统：具有分流（不分流）进样装置和熔融的石英内衬；
- (5) 微量注射器：0.5ul

### 4.2.4 色谱分离度

色谱柱对氯乙酰氯分离值必须大于 1. 分离度 R 值的计算按公式 (1) 计算：

$$R = \frac{2x(tr1-tr2)}{W1-w2}$$

(1) 式中：

tr1—氯乙酰氯的保留值，min



tr2—高峰后续相邻组分的保留值, min

w1—氯乙酰氯的基线宽度, mm

w2—氯乙酰氯高峰后续相邻组分的基线宽度, mm

#### 4.2.5 色谱柱的老化

将色谱柱的入口端不气化室相连, 出口端暂不接检测器, 以 20mL/min 流量通入载气 (N<sub>2</sub>), 在低于柱子最高使用温度 5℃ - - - 10℃下, 至少老化 24h。

#### 4.2.6 毛细管气相色谱条件:

(1) 温度 (°C): 柱室 80, 气化室 160, 检测器 170;

(2) 气体流量 (mL/min); 载气 (N<sub>2</sub>): 30, 氢气 (H<sub>2</sub>): 35, 空气: 300;

(3) 进样量: 0.2μl;

(4) 保留时间: 氯乙酰氯约 1.6, 二氯乙酰氯约 1.91.

注: 以上操作参数是典型的, 可根据不同特点对给定操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

#### 4.2.7 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针响应值的重复性, 待相邻两针的响应值变化小于 1%后, 用微量进样器吸收样品迅速注入色谱气化器中, 待各组分 6 完毕, 由色谱数据处理机测量峰面积, 采用面积归一法计算各组分质量分数。

#### 4.2.8 计算

##### 4.2.8.1 校正因子的计算



试样中各组分的校正因子  $f_1$  按公式 (2) 计算:

$$F_1 = \frac{m_1 \times A_s}{m_s \times A_1}$$

(2) 式中:

$f_1$ — $i$  组分的质量校正因子;

$m_i$ — $i$  组分的质量;

$m_s$ —基准物的质量;

$A_i$ — $i$  组分的流出峰面积,  $\text{mm}^2$ ;

$A_s$ —基准物的峰面积,  $\text{mm}^2$ ;

#### 4.2.8.1 质量分数的计算

试样中各组分的质分数  $X_i$  (%) 按公式 (3) 计算:

$$X_i = \frac{f_i A_i}{\sum_{i=1}^n f_i A_i} \times 100\%$$

(3) 式中:

$f_i$ — $i$  组分的质量校正因子;

$A_i$ — $i$  组分的峰面积,  $\text{mm}^2$ ;

#### 4.2.9 允许值

各组分中的质分数两次平行测定结果之差不大于 0.3%。

### 5 检验规则

#### 5.1 出厂检验

氯乙酰氯出厂前应由公司质检部门进行检验, 检验合格后方可出厂。

#### 5.2 组批



生产过程中，以基本相同的原料、设备和生产条件制得氯乙酰氯在同一蒸馏釜中的产品构成一批。

### 5.3 抽样

取样按 GB/T6678-2003 的规定进行。样本单位为桶，每批抽样量不少于 3 个，取样量不少于 1000ml。将采集的样品混匀后，平均分成两份放入清洁的干燥玻璃瓶中，密封。贴上标签，注明产品名称、生产商名称、日期、批号、等级和取样者的姓名。一份供检验用，另一份保存备查。

### 5.4 判定规则

出厂检验结果符合本标准表 1 的规定，则判定该批产品合格。

### 5.5 复验规则

如出厂检验结果中有不符合第 3 章表 1 的不定时，按 GB/T6678-2003 的不定自同批产品中重新抽取双倍量样品，对不合格项目进行复验。复验结果如仍不符合要求，则判定该批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

产品包装桶上应有牢固醒目的标志，内容包括：厂商、厂址、产品名称，等级、生产日期、批号、质量、产品标准编号及 GB 190 中规定的标志。储运图示标志应符合 GB 191 的标志。

### 6.2 包装

采用乙烯塑料桶包装，充装量 85%左右，每桶净质量 280Kg。



### 6.3 运输

铁路运输时应严格按照铁道部《危险货物运输规则》中的危险货物配装表进行配装。起运时包装瓶、桶、箱要完整、装载要稳妥。运输过程中要确保容器不泄露、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与氧化剂、水、醇类、食用化学品等混装混运。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。装运本品的车辆排气管须有阻火装置，禁止使用易产生火花的机械设备和工具装卸。夏季最好早晚运输。运输途中应防爆晒、防雨淋、防高温。公路运输时按规定路线行驶，勿在居民区和人口稠密区停留。

7. 本品不燃。能与很多物质发生剧烈反应导致爆炸。受热或遇水分解放热，放出有毒的腐蚀性烟气。具有较强的腐蚀性。严禁与氧化剂、水、醇类、食用化学品等一起存放。