

ICS71.080.30

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC **—202*

工业用五氯吡啶

Pentachloropyridine for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

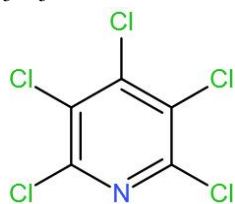
工业用五氯吡啶

警示——本文件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

本文件规定了工业用五氯吡啶的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以吡啶与氯气为原料经氯化反应制得的五氯吡啶产品。

分子式： C_5Cl_5N



结构简式：

相对分子质量：251.31（按 2022 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1600 农药水分测定方法
- 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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用五氯吡啶产品的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 工业用五氯吡啶技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	白色或淡黄色固体	
五氯吡啶含量, w/%	≥ 99.5	99.0
2, 3, 5, 6-四氯吡啶, w/%	≤ 0.3	0.5
水分, w/%	≤ 0.2	

5 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。

5.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯。

5.2 外观的测定

取适量样品，置于滤纸上，在日光或日光灯下目测检查。

5.3 五氯吡啶含量及 2, 3, 5, 6-四氯吡啶含量的测定

5.3.1 方法原理

用气相色谱法，在选定的色谱条件下，使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.4 二氯甲烷。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID），仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：10 μ L。

5.3.3.4 天平：感量为 0.001g。

5.3.4 实验条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表2，典型色谱图及各组分相对保留时间参见附录A中的图A.1和表A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱操作条件

项目	参数
色谱柱固定相	(14%-氰丙基-苯基)-甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚	30m×0.25mm×0.25μm
载气(氮气)流速/(mL/min)	4
燃烧气(氢气)流速/(mL/min)	26
助燃气(空气)流速/(mL/min)	400
尾吹气(氮气)流速/(mL/min)	26
柱箱温度/℃	初始温度60℃, 保持3min, 以15℃/min升至270℃, 保持10min
汽化室温度/℃	220
检测器温度/℃	280
分流比	40:1
进样体积/μL	0.5

5.3.5 分析步骤

称量0.2g样品(精确至0.001g), 加入5mL二氯甲烷溶解后, 开启色谱仪, 达到上述色谱操作条件并稳定后, 用微量进样器或自动进样器进样分析, 记录色谱图。用色谱工作站记录各组分的峰面积, 扣除溶剂面积, 采用面积归一化法计算结果。

5.3.6 结果计算

五氯吡啶含量或2, 3, 5, 6-四氯吡啶含量以 w_i 计, 数值以% (质量分数) 表示, 按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_0) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——五氯吡啶含量或2, 3, 5, 6-四氯吡啶的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和;

w_0 ——试样中水分的含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 计算结果保留到小数点后两位, 五氯吡啶两次平行测定结果的绝对差值不大于0.20%。2, 3, 5, 6-四氯吡啶两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

5.4 水分的测定

按照GB/T 1600 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章要求规定的所有项目均为出厂检验项目, 出厂检验每批进行一次。

6.2 组批

产品以同等质量的均匀产品为一批, 或按生产周期进行组批。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6679的规定进行。采样总量不少于100g。将所取的试样混匀，分装入两个清洁、干燥的试样袋中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号和取样日期，一袋由质量检验部门检验，另一袋保存备查。

6.4 判定规则

检验结果的判定采用GB/T 8170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文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装袋上应有牢固的标志¹⁾，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、商标、批号、净含量、本文件编号及GB 190中规定的“有毒品”标志。

7.2 包装

产品用聚乙烯塑料袋包装，在满足安全要求的情况下，也可按客户要求包装。

7.3 运输

产品在运输、装卸工作中应按照危险货物运输规定进行。产品在运输过程中防止受潮，雨淋。不与易燃易爆、有腐蚀性的物品混放。装卸时应轻装轻卸，远离热源和火种。

7.4 贮存

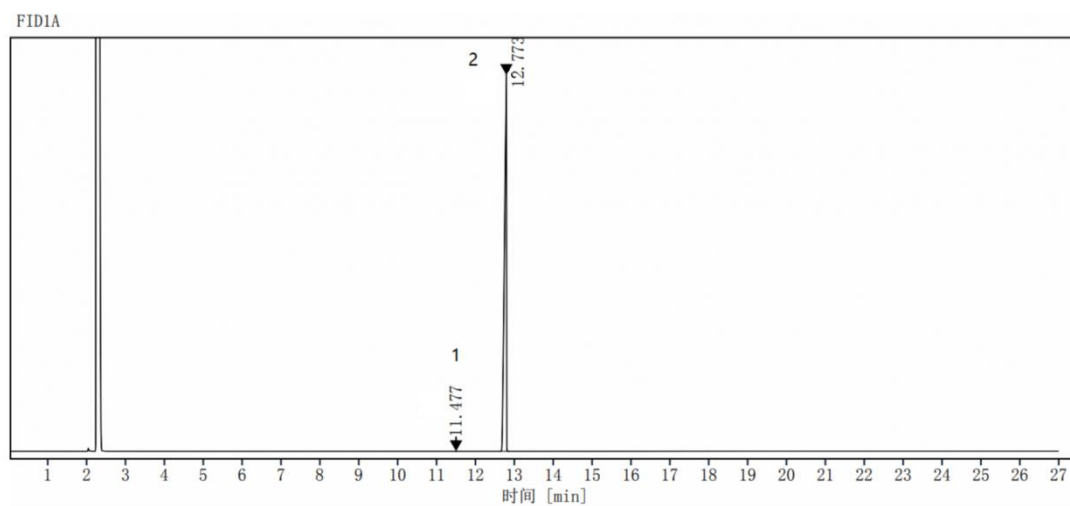
7.4.1 产品应贮存在干燥、通风、阴凉的库房内，不与强氧化剂混合存放。

7.4.2 在规定的储运条件下，产品的保质期从生产日期算起为2年。

1) 工业用五氯吡啶安全信息的内容见附录B。

附录 A
(资料性)
五氯吡啶的典型色谱图及各组分保留时间

A.1 五氯吡啶的典型色谱图



标引序号说明：

1——2, 3, 5, 6-四氯吡啶；

2——五氯吡啶。

图 A.1 五氯吡啶典型色谱图

A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	2, 3, 5, 6-四氯吡啶	11.477
2	五氯吡啶	12.773

附录 B
(资料性)
安全信息

B.1 工业用五氯吡啶熔点：125℃，沸点：282.3℃，闪点：151.5℃。吸入、摄入或经皮肤吸收后对身体有害。对眼睛、皮肤、粘膜和上呼吸道有刺激作用。

B.2 应避免产品与皮肤接触，如果溅到皮肤上或眼睛里，应迅速用大量的清水冲洗，急速就医。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn