

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

工业用 2,4-二氯苯乙酮

2,4-Dichloroacetophenone for industrial use

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本文件代替了 HG/T 4645-2014《2,4-二氯苯乙酮》，与 HG/T 4645-2014 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 产品规格由分等修改为分型，分为I型和II型；主含量指标由 $\geq 95.50\%$ 修改为 $\geq 97.00\%$ ；增加了 2,6-二氯苯乙酮项目及指标要求（见第4章和第5章，2014年版的第3章）；
- 增加了 2,6-二氯苯乙酮测定的试验方法（见 5.3）；
- 修改了水分含量测定的试验方法（见 5.4，2014年版的 5.4）。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 2）归口。

本文件起草单位：江苏隆昌化工有限公司、宁夏瑞泰科技股份有限公司、浙江中欣氟材股份有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、浙江沙星科技有限公司。

本文件主要起草人：吴春江、朱斌、王笑妍、张剑宇、袁其亮、范长春、陈寅镐、王连之、唐跃兵、崔伟伟、李宏军、俞伟樑、王超。

本文件于 2014 年首次发布，本次为第一次修订。

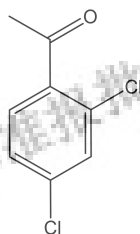
# 工业用 2, 4-二氯苯乙酮

## 1 范围

本文件规定了工业用2,4-二氯苯乙酮的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于以间二氯苯和乙酰氯为原料，经三氯化铝催化制得的工业用2,4-二氯苯乙酮。

结构式：



分子式： $C_8H_6Cl_2O$

相对分子质量：189.04（按2018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/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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分型

工业用 2,4-二氯苯乙酮按纯度分为 I 型和 II 型。

## 5 要求

工业用2,4-二氯苯乙酮应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
外观	熔融状态下无色至淡黄色液体	熔融状态下无色至浅褐色液体
2,4-二氯苯乙酮的含量(GC), w/%	≥99.00	≥97.00
2,6-二氯苯乙酮的含量(GC), w/%	≤0.50	≤2.50
水分, w/%	≤0.30	≤0.50

## 6 试验方法

警示 —— 使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。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。

### 6.1 一般规定

除非另有规定, 仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682中规定的三级水。

### 6.2 外观

取熔融样品于比色管中, 在自然光或荧光灯光照下, 目视观察所取样品。

### 6.3 2,4-二氯苯乙酮和 2,6-二氯苯乙酮含量的测定(GC)

#### 6.3.1 方法提要

采用气相色谱法, 在选定的工作条件下使样品气化后通过毛细管色谱柱使各组分得到分离, 用氢火焰离子化检测器检测, 采用峰面积归一化法求得2,4-二氯苯乙酮及2,6-二氯苯乙酮的含量。

#### 6.3.2 试剂

- 6.3.2.1 二氯乙烷: 优级纯。
- 6.3.2.2 氢气: 体积分数≥99.999%。
- 6.3.2.3 氮气: 体积分数≥99.999%。
- 6.3.2.4 空气: 经硅胶和分子筛干燥、净化。

#### 6.3.3 仪器设备

- 6.3.3.1 气相色谱仪: 配备氢火焰离子化检测器, 仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的有关规定, 线性范围满足分析的要求。
- 6.3.3.2 色谱工作站或积分仪。
- 6.3.3.3 微量注射器: 10 μL。
- 6.3.3.4 分析天平: 感量 0.0001 g。

#### 6.3.4 色谱操作条件

推荐的色谱操作条件如表2所示，典型色谱图和各组分相对保留值参见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件也可使用。

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

控制参数	操作条件
色谱柱固定相	(5%苯基) 甲基聚硅氧烷
色谱柱	内径 0.32 mm, 长 30 m, 膜厚 0.25 μm 的毛细管柱
柱温	100℃保持 2min, 然后以 10℃/min 的速率升温, 终温 260℃保持 2min
载气	氮气
载气压力/kPa	70
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
分流比	30:1
进样量/μL	1.0

### 6.3.5 测定步骤

#### 6.3.5.1 试样溶液的制备

称取2,4-二氯苯乙酮试样约 0.2 g (精确至0.0001 g) 中, 加二氯乙烷溶解。此溶液为试样溶液。

#### 6.3.5.2 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后, 进样量1.0 μL, 待出峰完毕后, 用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

### 6.3.6 结果计算

2,4-二氯苯乙酮、2,6-二氯苯乙酮的含量  $w_i$ , 数值用%表示, 扣除溶剂峰, 按式(1)计算:

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

式中:

$A_i$  ——2,4-二氯苯乙酮组分i的峰面积, 2,6-二氯苯乙酮组分i的峰面积;

$\sum A_i$  ——各组分的峰面积的总和。

计算结果保留到小数点后两位。

### 6.3.7 允许差

2,4-二氯苯乙酮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其算术平均值的0.20%。

2,6-二氯苯乙酮两次平行测定结果的相对差值不大于10%。

## 6.4 水分的测定

按GB/T 6283中直接滴定法的规定进行。

称样量约1 g（精确至0.0001 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其算术平均值的10%。

## 7 检验规则

### 7.1 检验分类

本文件第5章表1规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。

### 7.2 出厂检验

2,4-二氯苯乙酮应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的2,4-二氯苯乙酮均符合本文件的要求。

### 7.3 组批和采样

以批为单位采样，熔融状态下取样，生产厂以均匀产品为一批。每批采样数和样品量应符合GB/T 6678中的规定。每批采样的方法按GB/T 6680规定进行。

### 7.4 判定和复验

检验结果的判定按GB/T 8170中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文件的规定时，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

## 8 标志、标签、包装、运输和贮存

### 8.1 标志

工业用2,4-二氯苯乙酮的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志，标志内容至少应有：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称；
- c) 生产厂地址；
- d) 生产日期和批号；
- e) 净含量；
- f) 产品型号。

### 8.2 标签

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、本文件编号、批号和型号。

### 8.3 包装

2,4-二氯苯乙酮用镀锌铁桶或尼龙桶或槽车。其他包装可与用户协商确定。

### 8.4 运输

运输时应避免皮肤与产品直接接触，同时注意防止日晒、碰撞和雨淋。

#### 8.5 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥、通风的环境内。

工业和信息化部标准报批公示  
工业和信息化部标准报批公示  
工业和信息化部标准报批公示  
工业和信息化部标准报批公示  
工业和信息化部标准报批公示  
工业和信息化部标准报批公示

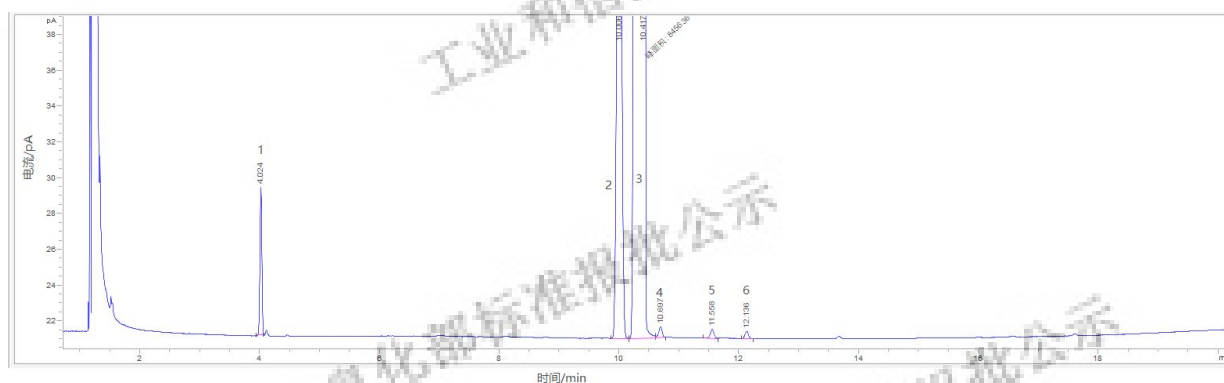
## 附录 A

(资料性)

## 2,4-二氯苯乙酮含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

## A.1 2,4-二氯苯乙酮含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图A.1。



标引序号说明：

1---间二氯苯；

2---2,6-二氯苯乙酮；

3---2,4-二氯苯乙酮；

4---3,5-二氯苯乙酮；

5---3,4-二氯苯乙酮；

6---2,4-二氯苯丙酮。

图 A.1 2,4-二氯苯乙酮含量测定的典型色谱图

## A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	间二氯苯	0.389
2	2,6-二氯苯乙酮	0.963
3	2,4-二氯苯乙酮	1
4	3,5-二氯苯乙酮	1.032
5	3,4-二氯苯乙酮	1.116
6	2,4-二氯苯丙酮	1.170