

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—2022

工业用 2-氯-5-甲基吡啶

2-Chloro-5-methyl pyridine 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。

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

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/TC63/SC/2）归口。

本文件起草单位：南京红太阳股份有限公司、宁夏瑞泰科技股份有限公司、山东艾孚特科技有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、安徽星宇化工有限公司、浙江沙星科技有限公司、常州大学、安徽国星生物化学有限公司、南京红太阳生物化学有限公司、南京歌德福生物科技有限公司。

本文件主要起草人：谷顺明、邢平、唐青山、周倜、黄煜、张宽宇、郭登峰、范长春、于朋玲、孟阳、甘华军、李宏军、王连之、金文艺

工业用 2-氯-5-甲基吡啶

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。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。

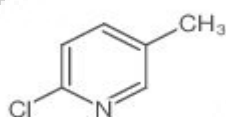
1 范围

本文件规定了工业用 2-氯-5-甲基吡啶的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以重氮化法或以吗啉-丙醛法制得的 2-氯-5-甲基吡啶。

分子式： C_6H_6NCl

结构式：



相对分子质量：127.57（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 191 包装储运图示标志

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6324.8-2014 有机化工产品试验方法 第 8 部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

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 要求

4.1 外观：室温下为无色至淡黄色透明液体，无可见机械杂质。

4.2 工业用 2-氯-5-甲基吡啶应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
2-氯-5-甲基吡啶含量, w%	≥99.5	≥99.0
2-氯-3-甲基吡啶含量, w%	≤0.2	≤0.3
水分含量, w%	≤0.1	≤0.3

5 试验方法

5.1 一般规定

本文件试验方法中所用的试剂，在没有注明其他要求时均指分析纯试剂。实验用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水的要求。

5.2 外观的测定

室温下，取适量样品，加入具塞比色管，在自然光或日光灯下，正对白色背景目视观察。

5.3 2-氯-5-甲基吡啶含量和 2-氯-3-甲基吡啶含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品用甲醇溶解，经汽化通过毛细管色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器检测。扣除水分后，采用面积归一法定量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 甲醇：色谱纯。

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

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

5.3.2.4 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 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；线性范围要满足测定要求。

5.3.3.2 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 进样器：微量进样器，1 μ L。

5.3.4 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图和保留时间参见附录 A。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	5%苯基甲基聚硅氧烷交联毛细管柱
柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度	30m \times 0.32mm \times 0.5 μ m
柱温	100 $^{\circ}$ C 保持 5min, 以 30 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 250 $^{\circ}$ C, 保持 15min
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	280
检测器温度/ $^{\circ}$ C	280
载气 (N ₂) / (柱流量, mL/min)	1.6
空气/mL/min	400
氢气/mL/min	40
分流比	30 : 1
进样量/ μ L	0.2

5.3.5 分析步骤

称取试样约 1g (精确至 0.01g), 用 5mL 甲醇溶解, 摇匀备用。

根据仪器说明书, 调节仪器至表 2 所示的操作条件, 待仪器稳定后, 用微量进样器吸取 0.2 μ L 的试样溶液进样测定, 记录色谱图和被测化合物的峰面积。

5.3.6 结果计算

2-氯-5-甲基吡啶和 2-氯-3-甲基吡啶含量 w_i , 数值以 % 表示, 按式 (1) 计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_{\text{水}}) \dots \dots \dots (1)$$

式中:

A_i —— 2-氯-5-甲基吡啶或 2-氯-3-甲基吡啶的峰面积;

$\sum A_i$ ——扣除溶剂峰的所有组分的峰面积之和；

$w_{\text{水}}$ ——按5.4测得的以质量分数表示的水分数值，%。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。2-氯-5-甲基吡啶两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%，2-氯-3-甲基吡啶两次平行测定结果之差的绝对值不大于其的算术平均值10%。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6283-2008 中“直接电量滴定法”的规定进行，允许采用其他方法测定 2-氯-5-甲基吡啶中水分含量，当测定结果有异议时，以 GB/T 6324.8-2014 规定的库伦电量法为仲裁方法。

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相对差值不大于 10%。

6 检验规则

6.1 检验项目

本文件第 4 章要求中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 组批

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数量通常不超过 60t。

6.3 采样

在室温下进行采样，采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。采样总体积应不少于 100 mL。生产厂可在包装前混合均匀的产品中采样，分装于两个干燥、清洁、磨口的玻璃瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、取样日期。一瓶用于检验部门的检验，另一瓶封好保存待查。

6.4 判定和复验

6.4.1 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 修约值比较法进行。

6.4.2 复验

检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用 2-氯-5-甲基吡啶的包装容器上应有牢固清晰标志，其内容包括：

a) 生产厂厂名和厂址；

- b) 产品名称、等级、净含量；
- c) 生产日期或批号；
- d) 本文件编号；
- e) GB/T 191 规定的“怕晒”标志。

注：本产品相关的安全信息参见附录 B。

7.1.2 每批包装出厂的工业用 2-氯-5 甲基吡啶都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名和厂址；
- b) 产品名称、等级、净含量；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品质量符合本文件的证明；
- e) 本文件编号。

7.2 包装

工业用 2-氯-5 甲基吡啶应包装在干燥清洁的塑料桶中，每桶净含量不大于 200 kg，或者根据用户要求或订货协议，可以采取其他形式包装。

7.3 运输

在装卸及运输过程中，应轻拿轻放，防止包装及容器损坏，防止猛烈撞击，防止日晒雨淋。

7.4 贮存

工业用 2-氯-5 甲基吡啶应贮存于干燥、洁净的仓库内。与酸碱隔离。远离火源。

附录 A

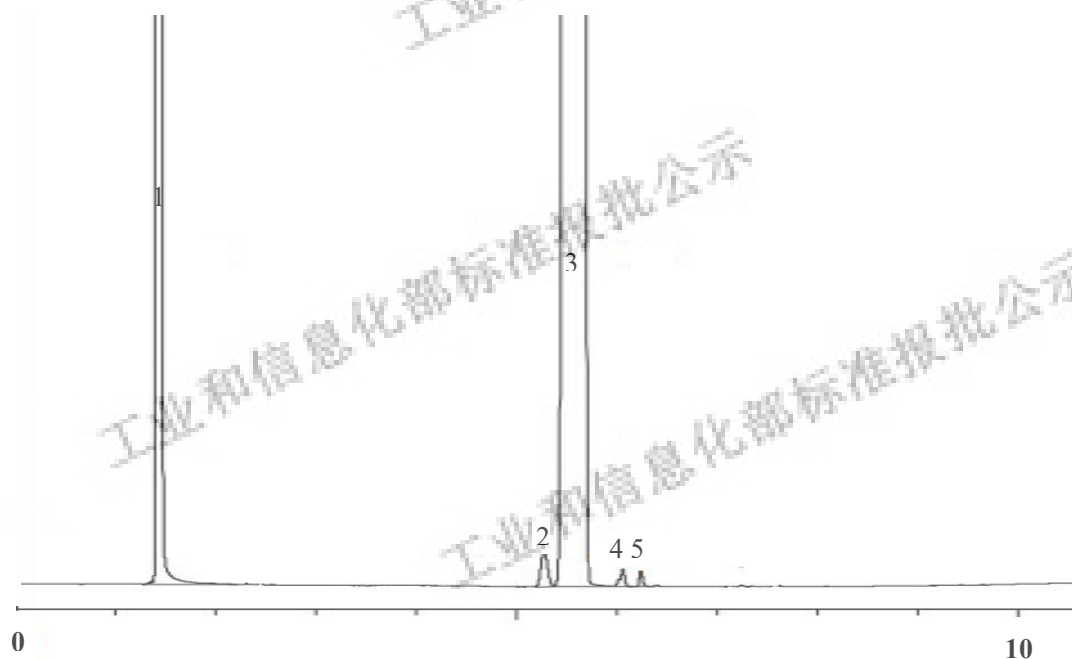
(资料性)

2-氯-5-甲基吡啶含量和 2-氯-3-甲基吡啶含量

测定的典型色谱图及组分的相对保留值

A.1 2-氯-5-甲基吡啶的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

1—甲醇；

2—2-氯-3-甲基吡啶；

3—2-氯-5-甲基吡啶；

4—未知峰；

5—未知峰。

图 A.1 典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
-----	------	-------

1	甲醇	0.250
2	2-氯-3-甲基吡啶	0.933
3	2-氯-5-甲基吡啶	1.000
4	未知峰	1.072
5	未知峰	1.104

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 B

(资料性)

安 全

B.1 2-氯-5-甲基吡啶为无色至淡黄色均相液体，沸点 191℃，闪点 81℃，为可燃物，储存时应远离火源。

B.2 处理工业用 2-氯-5-甲基吡啶时，避免与眼睛及皮肤接触。如果溅到皮肤上或眼睛里时，应迅速用大量清水冲洗，急速医治。