

中国氯碱工业协会团体标准
《工业氯乙酸》
编制说明

中国氯碱工业协会

2020 年 9 月

目 录

1、任务来源.....	3
2、目的与意义.....	3
3、工作过程及参与单位.....	3
4、编制原则和主要内容.....	4
5、主要试验（或验证）情况分析.....	8
6、标准中涉及的专利情况.....	8
7、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况.....	8
8、与国际标准的对比情况.....	9
9、重大分歧意见的处理经过和依据.....	9
10、标准性质的建议说明.....	9
11、贯彻标准的要求和措施建议.....	9
12、废止现行相关标准的建议.....	9
13、其它应予说明的事项.....	9

《工业氯乙酸》编制说明

1、任务来源

本标准由中国平煤神马集团开封东大化工有限公司提交《团体标准项目建议书》，中国氯碱工业协会组织中国平煤神马集团开封东大化工有限公司、诺力昂氯乙酸化工（泰兴）有限公司、济源市恒通高新材料有限公司、莘县华祥盐化有限公司共同编制。

2、目的与意义

目前我国已成为全球氯乙酸主要的生产与消费国，氯乙酸装置规模和产量全球最大，技术水平取得明显进步，并达到国际先进水平，但在产品细分和下游应用多样化方面和发达国家相比仍有一定改进空间。截至 2019 年底，国内共有商品氯乙酸产能约 67 万吨，新增大型装置基本采用醋酐连续法工艺，个别醋酐间歇法企业经过不断的技术创新在产品质量方面也取得了大幅提高。

随着氯乙酸间歇法工艺的淘汰和连续法氯乙酸生产工艺的普及，氯乙酸产品质量有了飞跃式的提升，目前各个生产厂家生产的氯乙酸产品质量普遍优于现行行业标准，氯乙酸用户对产品质量的要求也远高于现行行业标准。为了更好地满足客户需求，促进行业长远、健康、高质量发展，制定新的氯乙酸团体标准十分迫切和必要。

3、工作过程及参与单位

主要工作过程：2020 年 4 月开始筹备，成立起草小组，在相关行业开展氯乙酸生产及应用的调研，在调研基础上完成团标初稿。2020 年 8 月，协会组织召开了《工业氯乙酸》团体标准起草组工作研讨会，来自平煤神马集团开封东大公司、诺力昂氯乙酸化工有限公司、济源市恒通高新材料有限公司和莘县华祥盐化有限公司的领导和专家参加了会议。与会专家针对《工业氯乙酸》团标初稿进行了深入交流，主要起草单位平煤神马集团开封东大公司介绍了该标准的整体编制过程，协会介绍了标准初稿完成后对各企业意见和建议的收集整理等情况。起草组专家结合当前氯乙酸产品的实际情况，对团标初稿中的范围规定、规范性引用文

件、质量要求、实验方法、检验规则、标志\包装\运输\贮存、安全等七大项内容进行了细致深入的交流讨论，并达成了共识。会后标准起草组根据讨论意见，在团标初稿的基础上进一步修改和补充完善，完成《工业氯乙酸》（征求意见稿），意见稿提交中国氯碱工业协会标准化委员会，征求各委员意见。

主编单位：中国平煤神马集团开封东大化工有限公司

参编单位：诺力昂氯乙酸化工（泰兴）有限公司、济源市恒通高新材料有限公司、莘县华祥盐化有限公司。

主要起草人：

所做的工作：主要负责收集资料、市场调研分析、试验方法验证、分析整理检测数据、起草标准各阶段文稿及其编写编制说明等工作。

4、编制原则和主要内容

随着科学技术的发展，仪器分析方法得到了广泛的应用，液相色谱法在氯乙酸分析上得到普及，液相色谱分析法与化学分析法比较最大的优点是误差小。在制定工业氯乙酸团体标准时，规定将液相色谱分析方法作为工业氯乙酸产品质量标准检测的仲裁法，以减小分析误差，满足产品分析的需要。

4.1 外观：白色结晶或微黄色结晶。

4.2 工业氯乙酸质量标准。

工业氯乙酸质量应符合表1要求：

表 1

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
氯乙酸（CH ₂ ClCOOH）含量，%≥	99.3	99.0	97.8
二氯乙酸（CHCl ₂ COOH）含量，%≤	0.4	0.6	1.0
乙酸(CH ₃ COOH) 含量，%≤	0.2	—	—
结晶点，℃≥	60	—	—

4.3 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

4.3.1 液相色谱分析法

氯乙酸、二氯乙酸、乙酸含量的测定。

方法提要

在选定的工作条件下,氯乙酸样品通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用紫外光检测器检测,通过外标法计算二氯乙酸、羟基乙酸、乙酸等组分的含量,氯乙酸含量由 100%减去二氯乙酸、羟基乙酸、乙酸等组分的总量和水的含量而求得。

试剂和材料

- a) 硫酸：高纯试剂；
- b) 二氯乙酸（质量分数不小于 99.0%）；
- c) 羟基乙酸（质量分数不小于 99.0%）；
- d) 乙酸（质量分数不小于 99.0%）；
- e) 水（符合 GB/T6682-2008 中规定的一级水）。

仪器、设备

- a) 液相色谱仪

检测器：紫外光检测器；

记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站；

进样器：带 20μL 进样环，或自动进样器。

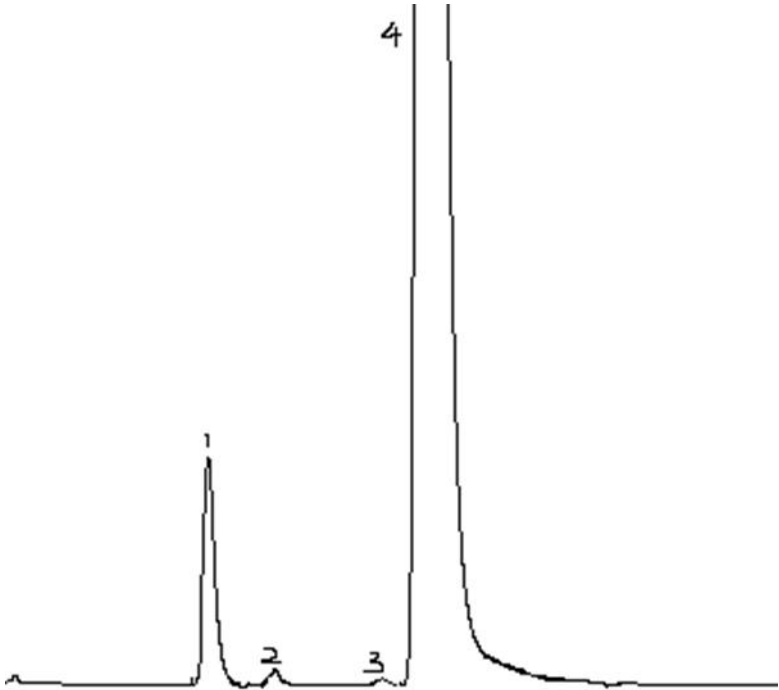
- b) 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型的操作条件见表 2，各组分在色谱柱上相对保留时间见表 3，典型色谱图见图 1。允许根据不同仪器做适当变动，应得到合适的分离度。

表 2

项 目	条 件
色谱柱材质	不锈钢管

柱长/mm	300
柱内径/mm	6.5
固定相	Metacarb67H
流动相	0.02mol/L 硫酸溶液
流动相流速/（ml/min）	0.5
柱温/℃	40
检测器波长/nm	210
进样体积/μL	20



^a 1-二氯乙酸；2-羟基乙酸；3-乙酸；4-氯乙酸

图1 工业氯乙酸中二氯乙酸、羟基乙酸、乙酸、氯乙酸的典型色谱图

表 3

顺 序	组分名称	保留时间 min
1	二氯乙酸	9.5
2	羟基乙酸	10.5
3	乙酸	13.0
4	氯乙酸	14.1

4.3.2 定量方法

采用外标法。

4.3.2.1 标准样品的配制

分别称取 0.5g 二氯乙酸、0.5g 羟基乙酸、0.5g 乙酸，精确至 0.0001g，置于 100ml 容量瓶中，稀释至刻度。

4.3.2.2 标准曲线绘制

分别量取 1、2、5、7、10mL 标准样品，置于 5 个 100mL 的容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀。分别精确进样 20 μ L 至液相色谱中，在 210nm 的波长下记录色谱图，并分别计算出各组分的保留时间和峰面积。

以各组分含量(mg)为横坐标，与其对应的峰面积为纵坐标分别绘制各组分的标准曲线。

分析步骤

a) 试样的制备

称取 2g~10g 氯乙酸样品(精确到 0.01g)，加水溶解，转移至 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

b) 测定

根据仪器说明书，按表 2 的条件调整仪器，待仪器稳定后开始进行分析。精确进样 20 μ L，用色谱数据处理机或色谱工作站处理计算结果。

c) 结果计算

样品中各组分的质量百分数以 X_i (X_i 为 X_1 、 X_2 、 X_3 的总称) 计，数值以%表示。按式计算：

$$X_i = \frac{m_i \times 10^{-3}}{m_s} \times 100 = \frac{m_i \times 10^{-1}}{m_s} \dots\dots\dots \text{式 (1)}$$

式中：

m_i —由标准曲线上查得的各组分 (m_1 为二氯乙酸、 m_2 为羟基乙酸、 m_3 为乙酸) 的质量数值，单位为毫克(mg)；

m_s —试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果，平行测定结果之差的绝对值不大于 0.02%。

d) 氯乙酸含量的质量分数 X，数值以%表示，按下式计算：

$$X = 100 - \sum X_i - X_{H_2O} \dots\dots\dots \text{式 (2)}$$

式 (2) 中：

$\sum X_i$ —二氯乙酸、羟基乙酸和乙酸含量的总和，%；

X_{H_2O} —水分的质量分数，%。

注：式 (2) X_{H_2O} 按卡尔·费休测定方法测定水分。

e) 允许差

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 0.1%。

5、主要试验（或验证）情况分析

同一样品（同时作两个平行样）进行分析化验，化学分析法与液相色谱法的结果比较：

	氯乙酸 (%)	二氯乙酸 (%)	醋酸 (%)	水 (%)
液相色谱法	99.31	0.31	0.08	0.30
	99.31	0.31	0.08	0.30
化学分析法	99.41	0.26	0.03	0.30
	99.21	0.36	0.13	0.30

6、标准中涉及的专利情况

不涉及专利权。

7、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

随着国内氯乙酸行业生产技术的不断改进和升级，先进的仪器检测方法得到普及和业内认可。目前国内主要的大型氯乙酸生产企业均采用了液相色谱分析法，如：中国平煤神马集团开封东大化工有限公司、诺力昂氯乙酸化工（泰兴）有限公司、莘县华祥盐化有限公司等。

8、本标准技术水平评价

通过与现行行业标准（HG/T 3271-2000）的对比可得出，本标准水平达到国内先进水平。

9、重大分歧意见的处理经过和依据

无

10、标准性质的建议说明

本标准在各项指标项目设置方面适应了目前国内农药、医药、羧甲基纤维素、日化等行业使用工业氯乙酸的要求，保证了产品的使用安全，分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。根据我国对标准属性的划分原则，本标准为团体产品标准。

11、贯彻标准的要求和措施建议

目前氯乙酸产品质量的检测可采用液相色谱分析法和化学分析法，两种检测方法并存，建议化学分析法可作为过渡方法，要求将液相色谱分析方法作为检测的仲裁法。

12、废止现行相关标准的建议

无

13、其它应予说明的事项

无