

T/HEBQIA

团 体 标 准

T/HEBQIA XXXX—2022

1, 1, 3-三氯丙酮

1,1,3-Trichloroacetone

(征求意见稿)

2022 - XX - XX 发布

2022 - XX - XX 实施

河北省质量信息协会 发布

目 次

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 要求	1
5 试验方法	2
5.1 警示	2
5.2 外观	2
5.3 1, 1, 3-三氯丙酮含量	2
5.4 净含量	3
6 检验规则	3
6.1 组批	3
6.2 抽样	3
6.3 检验分类	3
6.4 判定规则	4
7 标志、标签、包装、运输和贮存	4
7.1 标志、标签	4
7.2 包装	4
7.3 运输	4
7.4 贮存	4
8 安全	4
参 考 文 献	5

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。

本文件由故城县渤海化工有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：故城县渤海化工有限公司、海南省元亨生物科技有限公司、河北亿昌化工有限公司。

本文件主要起草人：秘文瑞、李素娜，赵广义、马进生、郭俊俊。

本文件首次发布。

引 言

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到 9 项专利的使用：一种生产三氯丙酮用的蒸馏真空泵、一种三氯丙酮生产用液氯备用储罐、一种方便连接的三氯丙酮生产用精馏真空泵、一种生产三氯丙酮用的缓冲罐、一种生产三氯丙酮用氯气缓冲器、一种三氯丙酮生产用防腐蚀二级盐酸循环泵、一种用于三氯丙酮生产的盘管式氯气气化器、一种盘管式氯气气化器、一种三氯丙酮生产用氯气缓冲罐。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可证进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：故城县渤海化工有限公司

地址：故城县夏庄工业项目区杨庄大街西侧

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

1, 1, 3-三氯丙酮

1 范围

本文件规定了1, 1, 3-三氯丙酮的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

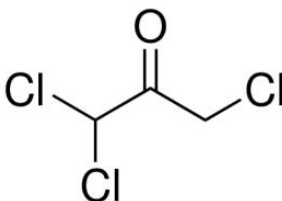
本文件适用于以丙酮为原料经氯化制得的1, 1, 3-三氯丙酮。该产品是一种医药中间体，是抗贫血药叶酸（维生素B₉）的原料。

分子式：C₃H₃Cl₃O

CAS号：921-03-9

相对分子质量：161.41（按2016年国际相对原子质量计）

结构式：



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 191 包装储运图示标志（ISO 780:1997，MOD）

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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

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：浅黄至棕红色液体。

4.2 1, 1, 3-三氯丙酮应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项目	指标	
	一等品	合格品
1,1,3-三氯丙酮含量, %	≥ 65.0	60.0
净含量, kg	250	250
允许短缺量, kg	±0.5	±0.5

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验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。

5.2 外观

在具塞比色管中，加入试样，在自然光下，采用目测的方法进行检验。

5.3 1,1,3-三氯丙酮含量

5.3.1 检测仪器

5.3.1.1 气相色谱仪，配有氢火焰离子化检测器（FID），灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中有关规定。

5.3.1.2 色谱数据处理机或积分仪。

5.3.1.3 微量注射器：1 μL。

5.3.2 检测方法

采用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经气化通过色谱柱，使其中的各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一法定量。

5.3.3 试剂

5.3.3.1 氮气：体积分数≥99.99%，经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.3.2 氢气：体积分数≥99.99%，经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.3.3 空气：应无腐蚀性杂质，经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.4 推荐的色谱柱及色谱操作条件

本文件推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	5%OV-17 毛细管色谱柱
汽化温度/ (°C)	150
柱箱温度/ (°C)	150
检测器温度/ (°C)	230

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件（续）

载气（氮气）流量/（mL/min）	30
燃气（氢气）流量/（mL/min）	50
助燃气（空气）流量/（mL/min）	500
分流比	1:20:50
进样量/（ μL ）	0.3

5.3.5 检测步骤

- 5.3.5.1 开氮气（载气）瓶，调至标准（压力 0.04 MPa）等待。
- 5.3.5.2 开氢气、空气瓶（空气调至 0.1 MPa、氢气调至 0.03 MPa、尾气调至 0.05 MPa）等待。
- 5.3.5.3 开气相色谱仪电源，将柱箱、进样 1、检测器调整为“开”，后设定色谱条件参数，等待升温，直至机器显示“准备好”。
- 5.3.5.4 打开在线色谱工作站——“采集数据”或“设定基线”。
- 5.3.5.5 点火（可先调大氢气易着点后，再调回标线）后稳定 10 分钟左右。基线稳定。
- 5.3.5.6 放弃采集。
- 5.3.5.7 使用微量注射器抽取 0.8 μL 样品，推出空气留 0.3 μL 。
- 5.3.5.8 使用微量注射器快速进样。点击“采集数据”。如保留点“停止”，不保留点“放弃”。
- 5.3.5.9 积分：峰宽 4，斜率 400，最小面积 4000。

5.3.6 检测结果

色谱数据处理机或积分仪直接给出数据色谱图及结果。最高峰为 1, 1, 3-三氯丙酮含量，其前峰为低氯含量。

5.4 净含量

按 JJF 1070 的规定进行。

6 检验规则

6.1 组批

同一条生产线生产的包装完好的同一种产品为一组批。

6.2 抽样

每批产品按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定随机取样，取样量不少于 200 g，然后分成两份，分装于两个清洁、干燥的留样瓶中，并贴上标签，注明产品名称、批号、数量、生产日期等。一份检验用，一份留样备查。留样保存三个月。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

- 6.3.1.1 每批产品须经质量检验部门检验合格并出具检验合格报告单方可出厂。
- 6.3.1.2 出厂检验项目包括外观、1, 1, 3-三氯丙酮含量、净含量。

6.3.2 型式检验

6.3.2.1 有下列情况之一，应进行型式检验：

- a) 新产品投产前；
- b) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- c) 更换设备、主要原辅材料或更改关键工艺可能影响产品质量时；
- d) 停产半年及以上，再恢复生产时；
- e) 国家质量技术监督机构提出进行型式检验要求时。

6.3.2.2 型式检验项目为本标准的规定的全部项目。

6.4 判定规则

6.4.1 合格判定条件

检验项目全部符合本标准的规定，判定该批产品为合格产品。

6.4.2 不合格判定条件

检验结果中有指标不符合本标准要求时，应重新从同批产品两倍量的包装中取样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合要求，则判定该批产品为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

产品包装储运图示标志应符合GB 190和GB/T 191的规定。标签上应有下列标志：产品名称、批号、净含量、生产日期、生产厂名称。

7.2 包装

7.2.1 产品采用塑料桶包装，每桶净含量 250 kg。

7.2.2 每批包装好的成品都应附有随行文件，内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、产品合格证、带有检验员签名或盖章的检验合格报告单及执行标准号。

7.3 运输

运输时应防止猛烈撞击，以免桶皮破裂，应注意防水、避热、避光。搬运装卸时应小心轻放，应避免包装破损、滚动或倒置，避免日晒、雨淋。

7.4 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内，避免阳光直接照射，应与其他物品分开存放。产品在上述贮运条件下，自生产之日起，有效贮存期为12个月。

8 安全

产品系毒性物质，吞咽会中毒，吸入有害、皮肤接触有害，对水生生物毒性极大。因此，操作时应防火、防高温、防静电，操作人员应佩戴安全防护用品。灭火剂为雾状水、泡沫、干粉和二氧化碳。

参 考 文 献

- [1] 国家质量监督检验检疫总局【2015】第75号令《定量包装商品计量监督管理办法》
 - [2] 故城县渤海化工有限公司企业标准Q/GCBH 006-2022《1, 1, 3-三氯丙酮》
-