

ICS 71.080.99

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC 46—2023

工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶

2,3-dichloro-5-trifluoromethylpyridine for industrial use

2023-04-27 发布

2023-06-01 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：山东汇盟生物科技股份有限公司、内蒙古佳瑞米精细化工有限公司、山东福尔有限公司、菏泽远诚生物科技有限公司、中国化工情报信息协会、北京中企标服国际信息技术研究院、中质标研（北京）标准化服务中心。

本文件主要起草人：肖才根、周礼全、霍英树、朱书平、姜长征、戚元强、肖利锋、单涛、朱继坤、刘宇、付登、张长安、张劲松、蒋春怡、姚建国、胡海燕、张冬梅。



工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶

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。

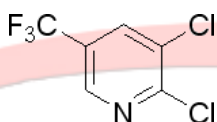
1 范围

本文件规定了工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以2-氯-5-氯甲基吡啶为原料经氯化、氟化工艺生产的2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶。2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶作为重要原料或中间体广泛用于农药和医药等精细化工产品的制备，主要用于：杀虫剂啉啉脒、氟啉脒以及杀菌剂氟啉胺、氟吡菌胺等的制备，也可用于合成除草剂氟吡禾灵(盖草能)。

分子式： $C_6H_2Cl_2F_3N$

结构简式：



相对分子质量：215.99（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/T 191-2016 包装储运图示标志
- 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 6680 液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 要求

4.1 外观

工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶为无色透明液体（或结晶体）。

4.2 技术要求

工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶的技术要求见表1。

表1 工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一级品	合格品
2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶, w/% $\geq$	99.7	99.5	99.3
单一最大杂质, w/% $\leq$	0.10	0.20	0.50
水分, w/% $\leq$	0.10		

5 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能会导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 外观的测定

保持在20℃以上，将液体产品置于50 mL无色玻璃比色管中，在自然光或日光灯下，自上向下在白色背景下用目视法判断。

5.2 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶及杂质含量的测定

5.2.1 原理

采用气相色谱法，试样经色谱分离后，用氢火焰离子化检测器检测，用面积归一化法计算其百分含量。

5.2.2 试剂或材料

5.2.2.1 氮气：体积分数不低于99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.2.2.2 氢气：体积分数不低于99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.2.2.3 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

5.2.3 仪器和设备

5.2.3.1 气相色谱仪：配备分流进样口和氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722的有关规定，检测器信号量程范围满足面积归一化法要求。

5.2.3.2 色谱数据处理器：色谱工作站。

5.2.3.3 进样器：自动进样器或1 μ L注射器。

5.2.4 色谱分析条件

色谱柱和色谱操作条件见表2。典型色谱图和各组分保留时间参见附录A。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 2 色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	5%苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱长×内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.5 μm
柱温/℃	130
检测器温度/℃	250
汽化室温度/℃	250
载气（氮气）流量/（mL/min）	1
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
尾吹气（氮气）流量/（mL/min）	30
隔垫吹扫流速/（mL/min）	5
进样量/μL	0.2

5.2.5 分析步骤

在上述操作条件下，待仪器稳定后，进 0.2 μL 试样，记录各色谱图，用面积归一化法计算各组分的含量。

5.2.6 结果计算

2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶及各单一杂质的含量（ w_i ），以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

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

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和；

w_0 ——试样中的水分含量（质量分数），%。

5.2.7 允许差

对于 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶含量测定，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，两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.1%。

对于单一最大杂质含量测定，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，两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.02%。

5.3 水分测定

按照 GB/T 6283 的规定执行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章全部项目均为出厂检验项目。每批产品应由生产厂的质量检验部门进行检验，产品检验合格并附合格证方可出厂。

6.2 组批

工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶以同等质量的均匀产品为一批。当日同一成品包装可视为一批。

6.3 取样

按照 GB/T 6680 的规定进行采样，所采总量不得少于 200 mL。混匀后分别装于两个 100 mL 的洁净干燥氟化瓶或聚乙烯瓶中；结晶体在符合要求的 30℃暖房中熔化后采样。密封后贴上标签，标签上注明：产品名称、采样日期、批号、采样人姓名等，一瓶作为检验用样品，另一瓶保存备查。并应避光保存。特殊要求时，可以根据情况适当增加取样量或延长保存时间。

6.4 结果判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 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，则应重新自两倍量的包装中采样或重新取两倍量进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装容器上应有明显的标志¹⁾，内容包括：产品名称、生产厂名、净重及GB/T 191-2016规定的序号6“怕雨”标志。每批产品应附有合格证和产品质量检验报告单，内容包括：生产厂家、产品名称、生产批号、净重、生产日期、产品质量和本文件的编号等。

7.2 包装

工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶用尼龙桶、钢塑复合桶加盖密封包装，每桶净重250 kg。如需特殊包装，供需双方另行协商。产品包装应符合GB/T 191的相关规定。

7.3 运输和贮存

7.3.1 工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶产品在运输过程中应轻装轻卸，防止包装及容器破损。接触或搬运时应使用防护用品，防止直接接触皮肤、溅入眼睛或吸入体内。

7.3.2 工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶产品贮存时应严防雨淋和日晒，保持通风良好，不得与食物、种子、饲料等混放，避免与皮肤接触。

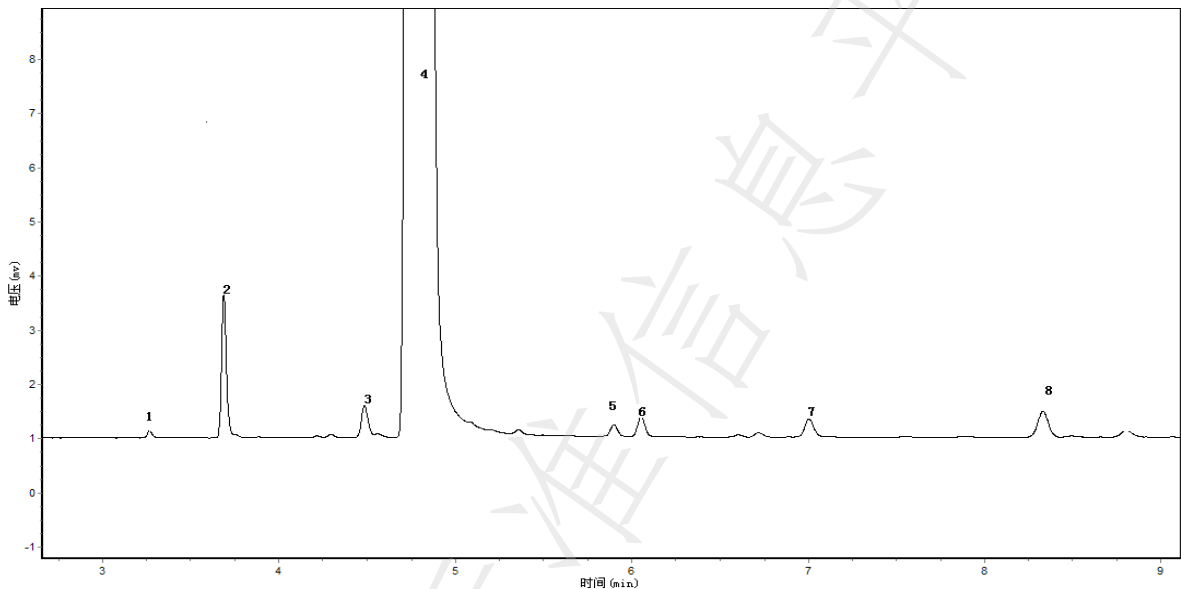
1) 工业用2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶安全信息的内容参见附录B。

附 录 A
(资料性)

2, 3-二氯-5-三氟甲基吡啶典型色谱图和各组分保留时间

A. 1 2, 3-二氯-5-三氟甲基吡啶典型色谱图

2, 3-二氯-5-三氟甲基吡啶典型色谱图见图 A. 1。



- 标引序号说明：
- 1——2-氟-3-氯-5-三氟甲基吡啶；
 - 2——2-氯-5-三氟甲基吡啶；
 - 3——未知杂质；
 - 4——2, 3-二氯-5-三氟甲基吡啶；
 - 5——未知杂质；
 - 6——2, 6-二氯-3-三氟甲基吡啶；
 - 7——未知杂质；
 - 8——2, 3, 6-三氯-5-三氟甲基吡啶。

图 A. 1 2, 3-二氯-5-三氟甲基吡啶典型色谱图

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-氟-3-氯-5-三氟甲基吡啶	3. 265
2	2-氯-5-三氟甲基吡啶	3. 687
3	未知杂质	4. 485

表 A.1 各组分保留时间 (续)

序号	组分名称	保留时间/min
4	2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶	4.825
5	未知杂质	5.898
6	2,6-二氯-3-三氟甲基吡啶	6.052
7	未知杂质	7.005
8	2,3-二氯-5-二氟一氯甲基吡啶	8.330



附 录 B
(资料性)
安全

B.1 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶沸点 (°C): 80 (20 mmHg), 熔点 (°C): 9, 爆炸极限值: 无数据, 与水不互溶。

B.2 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶常温下是无色液体, 遇明火、高热可燃。受热和接触火焰可能会产生膨胀或爆炸性分解。吞咽和皮肤接触有害, 对水生生物毒性大。使用时应处于通风良好处进行操作, 接触时应戴防护手套、穿防护服、戴护目镜、戴面罩。如果皮肤 (或头发) 接触应立即除去、脱掉所有沾染的衣物, 用大量水冲洗, 并就医。灭火时, 应佩戴呼吸面具 (符合 MSHA/NIOSH 要求的或相当的), 并穿上全身防护服。在上风向、安全距离处、有充足防护的情况下灭火。

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