

ICS 71.080.30  
CCS G 17

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

## 工业用环丙甲酰胺

Cyclopropanecarboxamide for Industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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：。

本文件主要起草人：。

# 工业用环丙甲酰胺

**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环丙甲酰胺的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输与贮存。

本文件适用于以氯化亚砷和  $\gamma$ -丁内酯等为主要原料制得的工业用环丙甲酰胺。

分子式： $C_4H_7NO$

相对分子质量：85.10（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 包装储运图形符号标志

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值表示和判断

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 技术要求

工业用环丙甲酰胺应符合表 1 的技术要求。

表 1 工业用环丙甲酰胺的技术要求

项 目	指 标
外观	白色或类白色结晶性粉末
纯度 <sup>a</sup> , w/% $\geq$	98.00
水分, w/% $\leq$	0.50
丙酮不溶物, w/% $\leq$	1.0
<sup>a</sup> 纯度为环丙甲酰胺的色谱纯度。	

## 5 试验方法

**警示**——试验方法规定的一些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。

### 5.1 外观的测定

取适量试样置于白色背景下，在自然光下目测。

## 5.2 水分的测定

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.001 g，按 GB/T 6283-2008 规定的卡尔·费休滴定法进行测定。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应不大于 0.05%。

## 5.3 纯度的测定

### 5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用面积归一化法定量。

### 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 无水乙醇：色谱纯。

5.3.2.2 氮气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 氢气：体积分数不小于 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 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及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。

5.3.3.2 分析天平：感量为 0.0001 g。

5.3.3.3 色谱工作站。

5.3.3.4 进样器：自动进样器或微量注射器。

### 5.3.4 试验条件

推荐的色谱柱和典型操作条件见表2，典型色谱图及各组分保留时间参见附录A，其他能够达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 典型的色谱操作条件

项 目	参 数
固定相	5%苯基—95%二甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×1.0 μm
检测器温度/℃	250
柱流量/(mL/min)	0.9
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	30
载气 (N <sub>2</sub> ) 流量/(mL/min)	27
柱箱温度程序	初始柱温 130℃，保持 3min；以 30℃/min 升温至 260℃，保持 10min
进样口温度/℃	250
进样量/μL	0.5
分流比	30:1

### 5.3.5 分析步骤

#### 5.3.5.1 试样溶液制备

称取试样约 1.0 g（精确至 0.01 g），置于 20 mL 样品瓶中，加 5 mL 无水乙醇，超声溶解 30 min，摇匀，备用。

#### 5.3.5.2 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用进样器取0.5 μL试样溶液注入气相色谱仪，待各组分流出完毕，扣除溶剂峰面积，用峰面积归一法定量。

### 5.3.5.3 计算

环丙甲酰胺的纯度 $w_1$ ，以%（质量分数）表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_1$ ——试样中环丙甲酰胺的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积的总和（不包含乙醇溶剂峰面积）。

取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应不大于0.05%。

## 5.4 丙酮不溶物的测定

### 5.4.1 方法提要

适量试样用丙酮溶解，不溶物过滤并加热干燥，丙酮不溶物含量以固体不溶物占试样的质量分数计算。

### 5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 丙酮：分析纯。

### 5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

5.4.3.2 鼓风干燥箱。

5.4.3.3 分析天平：感量 0.0001g。

5.4.3.4 干燥器。

### 5.4.4 分析步骤

将玻璃砂坩埚置于（105±2）℃干燥箱中恒温干燥1 h，取出，放置在干燥器内冷却至室温后，称重，精确至0.1 mg；再将其放在（105±2）℃干燥箱内至少干燥1 h后，取出放置在干燥器内冷却至室温后，称重，精确至0.1 mg。两次称量值的质量差不大于0.3 mg视为恒重。否则应再次以相同的条件干燥，然后冷却称量，直至恒重。

称取试样约1 g，精确至0.1 mg，置于100 mL烧杯中，加入50 mL丙酮使其溶解，用已干燥至恒重的玻璃砂坩埚滤过，再用20 mL丙酮冲洗烧杯并过滤，然后将玻璃砂坩埚置于温度为105℃干燥箱中干燥1 h后，取出置于干燥器中冷却至室温，称重，精确至0.1 mg。再将其置于（105±2）℃干燥箱中干燥1 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称重，精确至0.1 mg。两次称量值的质量差不大于0.3 mg视为恒重。否则应再次以相同的条件干燥，然后冷却称量，直至恒重。

### 5.4.5 结果计算

丙酮不溶物的含量 $w_2$ ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(W_2' - W_0')}{W_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$W_2'$ ——丙酮不溶物及玻璃砂坩埚的恒重后质量，单位为克（g）；

$W_0'$ ——空玻璃砂坩埚的恒重后质量，单位为克（g）；

$W_1$ ——试样质量，单位为克（g）。

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应不大于0.1%。

## 6 检验规则

## 6.1 出厂检验

本文件第4章规定的项目均为出厂检验项目。

## 6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，同一成品罐的产品为一批，每批产品不超过30t。

## 6.3 采样

按照GB/T 6678的规定确定采样单元数。每一桶为一包装单元。采样时，从每个选取的包装单元中，取出不少于100 g的样品，将所采样品混匀后装入两个清洁干燥的取样瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂家名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为试验室样品，另一瓶保存三个月备查。

## 6.4 判定

6.4.1 环丙甲酰胺由生产厂家的质量监督检验部门按本文件的规定进行检验。生产厂家应保证每批出厂产品都符合本文件要求，检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，应自两倍量的包装中重新采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

6.4.2 本文件中质量指标合格判断按 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行。

## 7 标志、包装、运输与贮存

### 7.1 标志

工业用环丙甲酰胺包装容器上应有牢固清晰的标志<sup>1)</sup>，其内容包括产品名称、规格、商标、净含量、批号或生产日期、本文件编号及生产单位，并按GB/T 191的规定标明“避免雨淋”标志。

### 7.2 包装

7.2.1 工业用环丙甲酰胺采用塑料桶包装或符合安全要求的其他材料包装。工业用环丙甲酰胺出厂时可以带包装，也可以散装。

7.2.2 每批出厂的环丙甲酰胺都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

### 7.3 运输

工业用环丙甲酰胺在运输过程中应有遮盖物，不应与能导致产品污染的货物混装。产品存放要防止灰尘及其他杂物的污染，防止雨淋。

### 7.4 贮存

工业用环丙甲酰胺应贮存在干燥、良好的通风之处，防止雨淋、受潮，不得与酸类物质及其他氧化剂类等物质混贮。

---

1) 工业用环丙甲酰胺的安全信息参见附录 A。

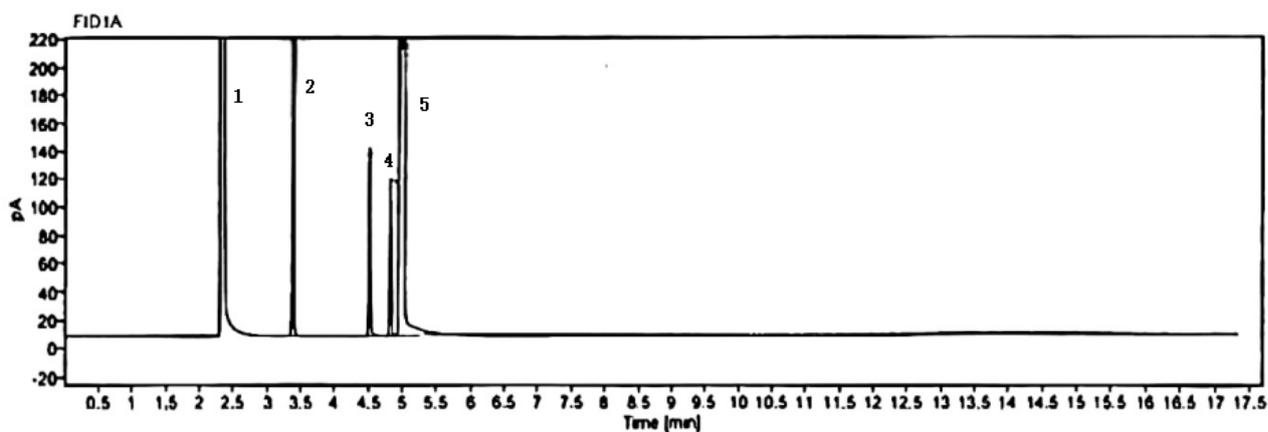
## 附录 A

(资料性)

## 环丙甲酰胺的典型色谱图及各组分保留时间

## A.1 环丙甲酰胺的典型色谱图

环丙甲酰胺的典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明:

- 1——乙醇（溶剂）；
- 2——环丙甲酸甲酯；
- 3—— $\gamma$ -丁内酯；
- 4——4-氯丁酸甲酯；
- 5——环丙甲酰胺。

图 A.1 环丙甲酰胺典型色谱图

## A.2 各组分相对保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	乙醇	2.378
2	环丙甲酸甲酯	3.373
3	$\gamma$ -丁内酯	4.506
4	4-氯丁酸甲酯	4.814
5	环丙甲酰胺	5.010

## 附录 B

### (资料性) 安全信息

- B.1 工业用环丙甲酰胺熔点120 °C~122 °C，沸点248.5 °C，应远离火源。失火时可用水雾、干粉、泡沫或二氧化碳灭火剂。
- B.2 工业用环丙甲酰胺具有腐蚀性，应避免与皮肤直接接触。不慎与眼睛接触后，应立即用大量清水冲洗并及时就医。
- B.3 工业用环丙甲酰胺分装和搬运作业应注意个人防护，穿戴适当的防护服、手套和护目镜。

---

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](http://www.ciesc.cn)