

ICS 71. 100. 40

G 71

备案号：45274—2014

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2426—2014

代替 HG/T 2426 1993

四溴乙烷

Tetrabromoethane

2014-05-12 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2426—1993《四溴乙烷》，与 HG/T 2426—1993 相比主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 取消了技术指标的分等分级(见 1993 年版第 3 章 1)；
- 提高了色度和纯度的技术指标(见表 1)；
- 延长了贮存期(见 6.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会(SAC/TC35/SC12)归口。

本标准负责起草单位：南京昂扬化工有限公司。

本标准参加起草单位：江苏仪征天宇化工股份有限公司。

本标准主要起草人：李志勇、恽齐放。

本标准于 1993 年首次发布，本次为第一次修订。

四溴乙烷

警告: 使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了四溴乙烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于溴与乙炔为原料合成的四溴乙烷。产品主要用作纤维工业的催化剂、塑料工业的阻燃剂等。

分子式: C₂H₂Br₄

结构式:



相对分子质量: 345.64(按 2012 年国际相对原子质量)

CAS RN: 79-27-6

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 605—2006 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 618—2006 化学试剂 结晶点测定通用方法

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603—1995 常用化学危险品贮存通则

3 要求

四溴乙烷技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 四溴乙烷的技术要求和试验方法

项 目	指 标	试 验 方 法
1) 外观	无色或淡黄色均匀透明液体	4. 2
2) 色度(Pt-Co)/号 \leq	60	4. 3
3) 密度(20 °C)/(g/cm³)	2.955~2.970	4. 4
4) 结晶点 ^a /℃	-2.0~0.0	4. 5
5) pH 值	5.0~7.0	4. 6
6) 无机卤化物含量 ^a /(μg/g) \leq	15.0	4. 7
7) 纯度(GC)% \geq	98.5	4. 8

^a 为根据用户要求的检测项目。

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

本标准中所用标准溶液、制剂及制品,在没有其他规定时,均按 GB/T 601—2002 的规定配制。

本标准中的试验数据的表示和修约规则按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 外观的测定

在具塞比色管中加入试验样品,在自然光下目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 605—2006 的规定进行测定。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 方法 3 密度计法的规定进行测定,测定温度为 20 °C。

两次平行测定结果的差值不大于 0.002,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 结晶点的测定

按 GB/T 618—2006 的规定进行测定。在测定过程中,应加入米粒大小的品种,从开始冷却试样起即进行搅拌。

两次平行测定结果的差值不大于 0.2,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 值的测定

4.6.1 原理

将试样与煮沸过的新鲜蒸馏水一起振摇,用水萃取,用 pH 计测定水萃取液的 pH 值。

4.6.2 溶液

4.6.2.1 盐酸[7647-01-0]溶液:0.01 mol/L。

4.6.2.2 氢氧化钠[1310-73-2]溶液:0.01 mol/L。

4.6.2.3 中性蒸馏水的制备:在硼酸玻璃或不锈钢的容器内煮沸 1 L 蒸馏水约 15 min,然后盖好,冷却至室温。用 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液或 0.01 mol/L 盐酸溶液滴定 50 mL 蒸馏水至 pH=7.0~7.3。由测定结果计算 950 mL 煮沸的蒸馏水调节到 pH=7.0~7.3 时须加氢氧化钠溶液或盐酸溶液的量。把 1 L 中性蒸馏水注入 1 000 mL 的容量瓶内或储水瓶内,摇匀。取 50 mL 中性蒸馏水,测定其 pH 值。若须进一步调节 pH=7.0~7.3,则重复以上步骤。

4.6.3 仪器

pH 计符合 GB/T 9724—2007 的规定。

4.6.4 操作步骤

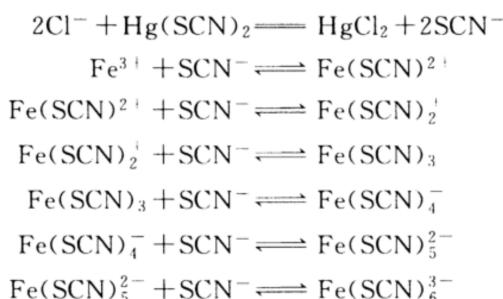
移取 50 mL 试样于装有 50 mL 中性蒸馏水的 250 mL 分液漏斗中, 摆匀, 静置分层, 2 min 后用 pH 计测定水萃取液的 pH 值。

两次平行测定结果的差值不大于 0.2, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 无机卤化物含量的测定

4.7.1 原理

用水萃取试样, 硫氰酸汞为显色剂, 在 460 nm 波长下测定形成络合物的吸光度。其反应式为:



4.7.2 溶液

4.7.2.1 硫氰酸汞乙醇饱和溶液: 将 0.3 g 硫氰酸汞溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

4.7.2.2 硫酸铁铵-硝酸混合液: 称取 120.550 g 硫酸铁铵, 用 1+1 的硝酸溶液稀释至 1 L。

4.7.2.3 氯化物标准溶液: 准确称取 1.648 5 g 光谱纯的氯化钠, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用蒸馏水溶解并稀释至刻度, 摆匀静置。此溶液浓度为 1 000 mgCl/L。用移液管移取 10 mL 该溶液于 1 000 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摆匀静置。此溶液浓度为 0.01 mgCl/mL, 即 10 μgCl/mL 的氯化物标准溶液。

4.7.3 仪器

紫外-可见分光光度计, 符合 GB/T 9721—2006 的规定。

4.7.4 操作步骤

4.7.4.1 制作氯化物工作曲线

用移液管准确移取氯化物标准溶液 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 于 6 个 25 mL 容量瓶中, 在各个容量瓶中加入 2 mL 硫酸铁铵-硝酸混合液和 2 mL 硫氰酸汞乙醇饱和溶液, 每加完一次试剂, 充分振荡, 用蒸馏水稀释至刻度, 静置 10 min。在 460 nm 波长下, 在 2 cm 吸收池中测定蒸馏水的吸光度, 即试剂空白值。依次测定氯化物标准溶液的吸光度, 分别减去试剂空白值, 然后对相应的氯的质量(μg)做工作曲线。

4.7.4.2 样品测定

移取 25 mL 四溴乙烷和 25 mL 新煮沸过冷却后的蒸馏水于 250 mL 分液漏斗中, 摆匀, 静置分层。移取 20 mL 萃取液于 25 mL 容量瓶中, 加 2 mL 硫酸铁铵-硝酸混合液及 2 mL 硫氰酸汞乙醇饱和溶液, 每加完一次试剂, 充分振荡, 用蒸馏水稀释至刻度, 摆匀, 静置 10 min。在 460 nm 波长下, 在 2 cm 吸收池中测定其吸光度。同时做一空白试验。试样的吸光度减去空白值, 在工作曲线上查出待测的氯的质量(μg)。

4.7.4.3 结果计算

无机卤化物含量以无机氯化物的质量分数 w_1 计, 数值以微克每克(μg/g)表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m}{\rho V} \times \frac{25}{20} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

m —— 工作曲线上查出的氯的质量, 单位为微克(μg);

V —— 试样的体积, 单位为毫升(mL);

ρ 试样的密度, 单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

两次平行测定结果的差值不大于 0.2, 取其算术平均值作为测定结果。

4.8 纯度的测定

4.8.1 仪器

4.8.1.1 气相色谱仪的灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定。

4.8.1.2 检测器: 氢火焰离子化检测器(FID)。

4.8.1.3 色谱柱: 长 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm 毛细管柱, 固定液为 5% SE-30。

4.8.1.4 注射器: 10 μ L 微量注射器。

4.8.1.5 角度工作站或数据处理站

4.8.2 鱼谱分析条件

鱼礁分析条件见表 2。

表 2 色谱分析条件

控制参数	操作条件
载气(氮气)/MPa	0.3
柱前压/MPa	0.1
氢气压力/MPa	0.1
柱温/℃	180
检测器温度/℃	200
定量方法	面积归一法

4.8.3 样品的测定

在仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 $0.2 \mu\text{L} \sim 0.3 \mu\text{L}$ 试样溶液进样,待出峰完毕后,用色谱工作站或数据处理机进行结果处理。

4.8.4 结果计算

四溴乙烷的纯度以质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum_i A_i} \times 100 \quad \dots \quad (2)$$

武川

A 四溴乙烷峰面积的数值;

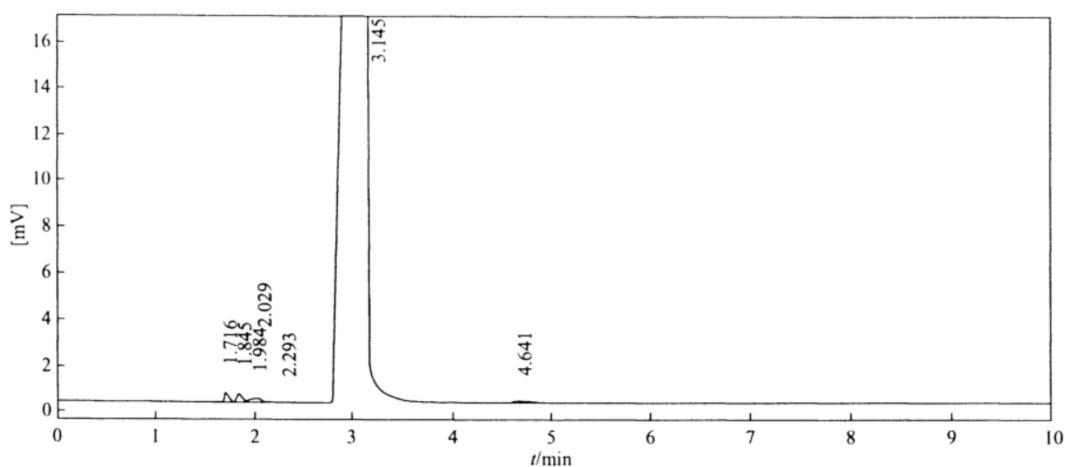
$\sum A_i$ ——各组分峰面积数值之和的数值。

4.8.5 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.2, 取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.8.6 色谱图

四溴乙烷的样品分析色谱图见图 1。



注:3.145 min——四溴乙烷。

图1 四溴乙烷样品分析色谱图

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准第3章表1中规定的第1)、2)、3)、5)、7)项,即外观、色度、密度、pH值、纯度检测项目,为出厂检验项目;其余第4)、6)项,即结晶点和无机卤化物含量两项,为根据用户要求的检测项目。

5.2 出厂检验

四溴乙烷应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂产品符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有质量检验合格证或一定格式的质量证明书,其内容包括产品名称、生产厂名称、批号、生产日期、本标准编号等。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

以批为单位采样。按照GB/T 6680—2003的规定进行。用干燥、洁净的取样管上、中、下均匀采样,采样量不少于500 g,样品分别装于清洁、干燥的两个容器中,瓶口加封贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样人,一份供检验,另一份保存备查。

5.5 复检

检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍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。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

四溴乙烷的包装容器上应有明显、牢固的标志,内容包括生产厂名称、厂址、产品名称、商标、生产日期、批号、净含量、本标准编号和符合GB 190—2009规定的“毒性物质”标志以及GB/T 191—2008中“向上”标志等有关规定。

6.2 包装

四溴乙烷用清洁、干燥、坚固的内衬聚乙烯塑料的铁桶包装,每桶净含量150 kg。也可以根据用户要求采用其他包装形式。产品的包装应符合GB 12463—2009的有关规定。

6.3 运输

四溴乙烷在运输过程中应防雨、防晒,搬运时轻装、轻卸,防止撞击。

6.4 贮存

四溴乙烷的贮存应符合 GB 15603—1995 的有关规定。在规定的运输、贮存条件下,自生产之日起贮存期为 12 个月。

7 安全

根据 GB 12268—2012 的规定,四溴乙烷属于 6.1 类毒性物质,操作时要穿戴好个人防护用品,防止皮肤直接接触。

中华人民共和国

化工行业标准

四溴乙烷

HG/T 2426—2014

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3/4 字数 1.6 千字

2014 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 1716

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00 元

版权所有 违者必究