

ICS 71.080.20

G 17

备案号: 45317—2014

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2542—2014

代替 HG/T 2542 1993

工业用三氯乙烯

Trichloroethylene for industrial use

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 的规则起草。

本标准代替 HG/T 2542—1993《工业三氯乙烷》，与 HG/T 2542—1993 相比除编辑性修改外主要技术变化如下。

增加第 3 章“分类”，按用途对三氯乙烷产品分为 I 型和 II 型。

每个型号产品分设优等品、合格品，取消一等品（见 4.2，1993 年版的 3.2）。

取消蒸馏试验项目，指标及试验方法，增加三氯乙烷含量、1,1,2-三氯乙烷含量、四氯乙烷含量项目，指标及试验方法（见 4.2.5.5，1993 年版的 3.2.4.3）。

密度指标 I 型和 II 型均调整为 $1.460\text{ g/cm}^3 \sim 1.470\text{ g/cm}^3$ ；色度指标 I 型和 II 型合格品由 40 修改为 30；水分指标 I 型和 II 型两种型号优等品均修改为 0.008%，合格品均修改为 0.015%；酸度指标 I 型优等品定为 0.0020%，合格品定为 0.0030%；加速氧化后酸度指标 II 型增加优等品指标，定为 0.01%（见 4.2，1993 年版的 3.2）。

在试验方法中增加外观试验方法（见 5.2）。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC33/SC2）归口。

本标准负责起草单位：浙江石化股份有限公司电化厂。

本标准参加起草单位：凯化集团股份有限公司、贵州航天化工有限公司、宜宾天原集团有限公司、阿拉善达康精细化工股份有限公司、山东新龙科技有限公司、重庆晚天钾碱化工有限公司。

本标准主要起草人：周强、程治平、陈晓旭、李伟平、李庆堂。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

HG/T 2542—1993。

工业用三氯乙烯

1 范围

本标准规定了工业用三氯乙烯的分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及安全等。

本标准适用于由四氯乙烯脱氯化氢制得的工业用三氯乙烯。

分子式： C_2HCl_3

结构式：
$$\begin{array}{c} \text{H}-\text{C}-\text{C}-\text{Cl} \\ | \quad | \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array}$$

相对分子质量：131.39(按 2007 年国际相对原子质量)

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 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 709 碳素结构钢
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位 铂-钴色号)
- GB/T 4472 2011 化工产品密度、相对密度测定通则
- 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 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣测定
- 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- 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 分类

三氯乙烯按不同用途分为Ⅰ型和Ⅱ型产品。Ⅰ型产品主要作为化工生产原料，Ⅱ型产品主要用于工业清洗。

4 要求

4.1 外观

透明液体，无可见杂质。

4.2 工业用三氯乙烯应符合表 1 所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目		I 型		II 型	
		优等品	合格品	优等品	合格品
色度(铂-钴色号)/Hazen 单位	≤	15	30	15	30
密度, $\rho_{20}/(\text{g}/\text{cm}^3)$		1.460~1.470		1.460~1.470	
三氯乙烯, $w/\%$	≥	99.93	99.90	99.30	99.00
1,1,2-三氯乙烯, $w/\%$	≤	0.010	—	—	—
四氯乙烯, $w/\%$	≤	0.020	—	—	—
酸碱性	酸度(以 HCl 计), $w/\%$	≤	0.002 0	0.003 0	0.001 0
	碱度(以 NaOH 计), $w/\%$	≤	0.010	0.025	0.025
水分, $w/\%$	≤	0.008	0.015	0.008	0.015
蒸发残渣, $w/\%$	≤	0.005	0.010	0.005	0.010
游离氯		合格	—	合格	—
加速氧化试验后酸度(以 HCl 计), $w/\%$	≤	—	—	0.01	0.02

5 试验方法

警告: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。

5.1 一般规定

试验方法所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验方法中所需标准溶液、制剂及制品,在没有其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观

取 100 mL 试样于无色玻璃广口瓶中,横向观察。

5.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5.4 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 密度计法的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 $0.0005 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

5.5 三氯乙烯、1,1,2-三氯乙烯、四氯乙烯含量测定

5.5.1 方法提要

采用气相色谱法,在选定的工作条件下试样汽化后通过毛细管色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测,用面积归一法分别计算各组分含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 氮气:纯度的体积分数大于 99.8%。

5.5.2.2 氢气:纯度的体积分数大于 99.8%。

5.5.2.3 空气:经干燥、净化。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪:带有氢火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。

5.5.3.2 进样器:1 μL 微量进样器。

5.5.3.3 色谱数据处理机或工作站。

5.5.4 色谱分析条件

推荐色谱条件见表2。典型色谱图及各组分的相对保留值见附录A中的图A.1和表A.1。其他能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 推荐色谱条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	100 % 二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱
毛细管色谱柱	60 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm (柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度)
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	90
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
载气(N_2)流量/(mL/min)	1~2
尾吹辅助气流率/(mL/min)	28
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
进样量/ μL	0.4
分离比	30:1

5.5.5 分析步骤

启动色谱仪,待操作条件稳定后,吸取试样0.6 μL 进样,运行至所有物质出峰结束,以面积归一化法定量。

5.5.6 结果计算

各组分含量的质量分数 w_i ,按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_j} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中:

A_i 待测组分 i 的峰面积。

$\sum A_j$ 各组分峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。三氯乙烯含量两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%;1,1,2-三氯乙烷含量两次平行测定结果的绝对差值不大于0.003%;四氯乙烯含量两次平行测定结果的绝对差值不大于0.003%。

5.6 蒸发残渣的测定

用移液管移取实验室样品100 mL,于 $95^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的水浴上蒸发。其余按GB/T 6324.2的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0005%。

5.7 酸度或碱度的测定

5.7.1 方法提要

以水萃取试样中的酸或碱,静置分层,提取水层部分,用氢氧化钠或盐酸标准溶液滴定,计算得到酸度或碱度。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

临用前,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液稀释制备。

5.7.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

临用前,用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液稀释制备。

5.7.2.3 没食子香酚蓝指示液: 1 g/L 。

5.7.2.4 水。

用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液或 0.01 mol/L 盐酸标准滴定溶液调至 pH 值为 $6.6 \sim 7.0$ 。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 微量滴定管: 10 mL , 分度值 0.01 mL 。

5.7.3.2 实验室常规分析仪器。

5.7.4 分析步骤

用量筒分别量取 50 mL 试样和 100 mL 水,置于分液漏斗中,剧烈振荡 3 min (约 200 次),静置分层后,用移液管吸取水相 50 mL ,于三角瓶中,加入没食子香酚蓝指示液 5 滴 ~ 6 滴。如果溶液呈黄色,溶液为酸性;如果溶液呈蓝色,溶液为碱性;如果溶液呈绿色,溶液为中性。

溶液为酸性:用氢氧化钠标准滴定溶液(5.7.2.1)滴定至颜色变为浅蓝色为终点。

溶液为碱性:用盐酸标准滴定溶液(5.7.2.2)滴定至颜色变为黄色为终点。

溶液为中性,按溶液为酸性处理。

5.7.5 结果计算

酸度(以 HCl 计)或碱度(以 NaOH 计)的质量分数 w_1 ,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V_1 \times M}{V_2 \times \rho_1 \times 500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 试样消耗氢氧化钠(5.7.2.1)或盐酸(5.7.2.2)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c 氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 试样体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ_1 试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M 氢氧化钠或盐酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NaOH}) = 40.00$, $M(\text{HCl}) = 36.46$]。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0005% 。

5.8 水分的测定

5.8.1 卡尔·费休库仑电量法(仲裁法)

5.8.1.1 试剂

库仑电量法卡尔·费休试剂(市售)。

5.8.1.2 仪器

5.8.1.2.1 库仑电量法水分测定仪:精度 $0.1 \mu\text{g H}_2\text{O}$,测量范围 $10 \mu\text{g} \sim 100 \text{ mg H}_2\text{O}$ 。5.8.1.2.2 天平:精度 0.01 g 。5.8.1.2.3 气密性注射器: 1 mL 。

5.8.1.3 分析步骤

用洁净、干燥的 1 mL 气密性注射器抽取 1 mL 试样,在天平上称量,精确至 0.01 g 。将试样迅速注入库仑电量法卡尔·费休水分测定仪中,再次称量注射器,精确至 0.01 g ,得到注入试样的准确质量。按仪器要求进行电量测定。由仪器读出水的质量,计算得到水分含量,或直接从仪器读出水含量。

5.8.2 卡尔·费休容量法

按 GB/T 6283 的规定进行。

5.8.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.002 %。

5.9 游离碘的测定

5.9.1 方法提要

游离碘在酸性介质中,与碘化钾作用,生成游离碘,碘遇淀粉呈蓝色,根据有无蓝色生成确定游离碘是否存在。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 碘化钾溶液:100 g/L。

5.9.2.2 乙酸溶液:1+1。

5.9.2.3 淀粉溶液:5 g/L。

5.9.3 分析步骤

用移液管吸取 20 mL 试样于比色管中,加水 50 mL,剧烈振荡 3 min(约 200 次),静置分层后,用移液管吸取水相 20 mL 于另一比色管中,按顺序加入碘化钾溶液 0.1 mL、乙酸溶液 1 mL、淀粉溶液 0.1 mL,振荡至均匀,在避光处静置 5 min,观察有无蓝色出现,无蓝色为合格。

5.10 加速氧化试验后酸度测定

5.10.1 方法提要

在试样中放入铜片,向其通入水和氧气,并使氧气达到饱和,同时用灯泡加热并回流 48 h,定量吸取水相,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.10.2 试剂

氧气:体积分数 $\geq 99.9\%$ 。

5.10.3 仪器

5.10.3.1 磨口三角瓶:500 mL。

5.10.3.2 磨口直管冷凝器:长 500 mm。

5.10.3.3 白炽灯:220 V,150 W。

5.10.3.4 不锈钢灯罩: $\phi 178\text{ mm} \times 190\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ 。

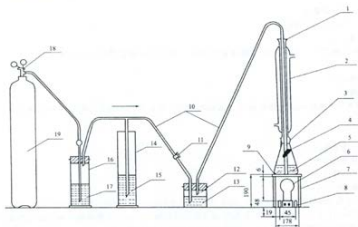
5.10.3.5 不锈钢支撑板: $\phi 195\text{ mm} \times 6\text{ mm}$,中孔 $\phi 83\text{ mm}$ 。

5.10.3.6 铜片:符合 GB 700 中 A、薄板的要求,切割尺寸 A 片 $20\text{ mm} \times 6\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 、B 片 $50\text{ mm} \times 13\text{ mm} \times 2\text{ mm}$,用细砂纸磨光,然后用三氯乙烯洗净,备用。

5.10.3.7 吹塑管: $\phi 3\text{ mm}$ 。

5.10.3.8 加速氧化试验装置。

示意图见图 1。



说明:

- | | |
|-------------|----------------------------|
| 1——气体出口; | 10——氧气输入管(内径 $\phi 3$ mm); |
| 2——磨口直管冷凝器; | 11——考克; |
| 3——磨口三角瓶; | 12——氧气计数器; |
| 4——铜片(B片); | 13、15、17——水; |
| 5——铜片(A片); | 14——氧气调节阀; |
| 6——灯座; | 16——水洗瓶; |
| 7——不锈钢网罩; | 18——减压阀; |
| 8——通气孔(4个); | 19——氧气; |
| 9——不锈钢支撑板; | |

图1 加速氧化试验装置示意

5.10.4 分析步骤

量取试样 200 mL 于 500 mL 磨口三角瓶中,放入铜片 A,将氧气管端套上吹塑管并插入磨口直管冷凝器中,距瓶底 6 mm,铜片 B 用聚四氟乙烯带系结在氧气输入管的下方(如图 1 所示),然后分别向磨口三角瓶中通入水和氧气并用灯泡加热,调节氧气流量每分钟 10 个~12 个气泡,调节水流量使样品在磨口直管冷凝器一半以下高度冷凝回流,连续加热回流 48 h,冷却至室温。将磨口三角瓶中的溶液充分振摇,静置分层,以下按 5.7.4 规定测定。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 第 3 章要求中的全部项目均为型式检验项目。在正常情况下,每 1 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- 更新关键生产工艺,主要原料有变化;
- 停产又恢复生产;
- 发生重大质量事故时;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;

e) 质量监督机构依法提出要求时。

6.1.2 表1技术指标中的色度、密度、三氯乙烯含量、1,1,2-三氯乙烯含量、四氯乙烯含量、酸碱性、水分为出厂检验项目。

6.2 工业用三氯乙烯由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证出厂产品各项技术指标均符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书。内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称、等级;
- c) 产品生产日期或批号;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号等。

6.3 工业用三氯乙烯以同等质量的均匀产品为一批,一般以贮槽为一批。

6.4 工业用三氯乙烯的采样单元数按 GB/T 6678 的规定确定。采样方法按 GB/T 6680 的规定进行,每批采样量不少于 500 mL。采样和混匀样品时,应尽量避免与空气接触。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,贮槽产品应重新加倍取样进行检验,小包装产品应重新自两倍数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。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

工业用三氯乙烯包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名、厂址;
- c) 产品型号或生产日期;
- d) 净含量;
- e) 本标准编号;
- f) GB 190 中的“毒性物质”和 GB/T 191 中的“怕晒”标志。

7.2 包装

工业用三氯乙烯根据产品的贮运、用途或用户要求,可加入适当的稳定剂。包装时采用干净、干燥的槽车、罐式集装箱或镀锌铁皮桶、聚氯乙稀桶包装,或在符合安全要求的条件下根据用户要求采用合格的容器包装。包装容器应牢固严密。采用镀锌铁皮桶或聚氯乙稀桶包装前应用氮气对容器进行置换,包装容器应至少留有 5% 空间。

7.3 运输

工业用三氯乙烯在运输、搬运时应防止猛烈撞击,避免桶皮裂口破裂,同时防止雨淋、日晒。

7.4 贮存

工业用三氯乙烯应贮存于通风良好的库房或罩棚内。

8 安全

8.1 危险警告

三氯乙烯为毒性物质,蒸气遇明火、高热能引起燃烧或爆炸,对水生生物有害。本品与火焰接触,可产生剧毒的光气。

8.2 安全措施

三氯乙烯皮肤接触应立即脱去被污染的衣服,用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤,就医。眼睛接触应提起眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗,就医。吸入应迅速离开现场至空气新鲜处,保持呼吸道通畅;如呼吸困难,给吸氧。食入应饮足量温水,催吐,就医。

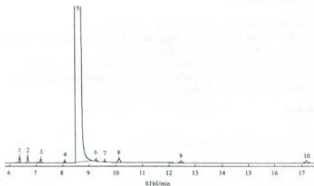
附录 A

(规范性附录)

三氯乙烯、三氯乙烷、四氯乙烯含量测定的典型
色谱图和各组分的相对保留值

A.1 三氯乙烯、三氯乙烷、四氯乙烯含量测定的典型色谱图

三氯乙烯、三氯乙烷、四氯乙烯含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明:

- | | |
|-----------------|-------------------|
| 1——1,1 二氯乙烯; | 6——二氯乙酸; |
| 2——反式 1,2 二氯乙烯; | 7——三氯乙酸; |
| 3——顺式 1,2 二氯乙烯; | 8——1,1,2-三氯乙烷; |
| 4——四氯化碳; | 9——四氯乙烯; |
| 5——三氯乙烯; | 10——1,1,2,2-四氯乙烷。 |

图 A.1 三氯乙烯、三氯乙烷、四氯乙烯含量测定的典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分的相对保留值

峰号	物质名称	相对保留值
1	1,1-二氯乙烯	0.74
2	反式 1,2-二氯乙烯	0.78
3	顺式 1,2-二氯乙烯	0.83
4	四氯化碳	0.94
5	三氯乙烯	1
6	二氯乙烯氯	1.08
7	三氯乙烯	1.11
8	1,1,2-三氯乙烯	1.18
9	四氯乙烯	1.45
10	1,1,2,2-四氯乙烯	2.00