

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

ICS 71.080.20

备案号:10964—2002

HG/T 3261—2002

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3261—1989 《工业六氯乙烷》修订而成。

本标准与 HG/T 3261—1989 的主要技术差异是:增设了安全条款。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3261—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位:常熟市虞东化工厂。

本标准主要起草人:方展程、严卫良、张戟、顾仁华。

本标准于 1989 年 5 月首次发布。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业用六氯乙烷

Hexachloroethane for industrial uses

HG/T 3261—2002

代替 HG/T 3261--1989

1 范围

本标准规定了工业用六氯乙烷的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全等。

本标准适用于天然气热氯化法生产四氯化碳的釜液回收和四氯乙烯经氯化结晶干燥生产的工业用六氯乙烷。该产品用于有机合成的原料,冶炼铝及其合金的脱气剂、发烟剂等。

分子式: C_2Cl_6

相对分子质量:236.74(按1999年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 617—1988 化学试剂 熔点范围测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982 GM25.2)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760:1978)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 7531—1987 有机化工产品灰分的测定(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业用六氯乙烷应符合表1的要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
纯度, %	≥ 99.5	99.0	98.0
初熔点, °C	≥ 184	183	
水分, %	≤ 0.02	0.06	0.08
灰分, %	≤ 0.02	0.04	0.06
铁(以 Fe 计)含量, %	≤ 0.006	0.008	0.015
游离氯(Cl ₂)试验	合格	-	
氯化物(以 Cl 计)含量, %	≤ 0.01	0.04	0.06
醇不溶物含量, %	≤ 0.02	0.05	0.10

4 试验方法

试验方法中所用试剂为分析纯试剂,所用的水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 纯度的测定

4.1.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样中的各组分得到分离,用热导检测器检测,用校正面积归一化法计算六氯乙烷的纯度。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 三氯甲烷。

4.1.2.2 6201 型载体:粒径 0.18~0.25 mm, 0.15~0.18 mm。

4.1.2.3 硅酮弹性体 E-301。

4.1.2.4 氢气:纯度不低于 99.5%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

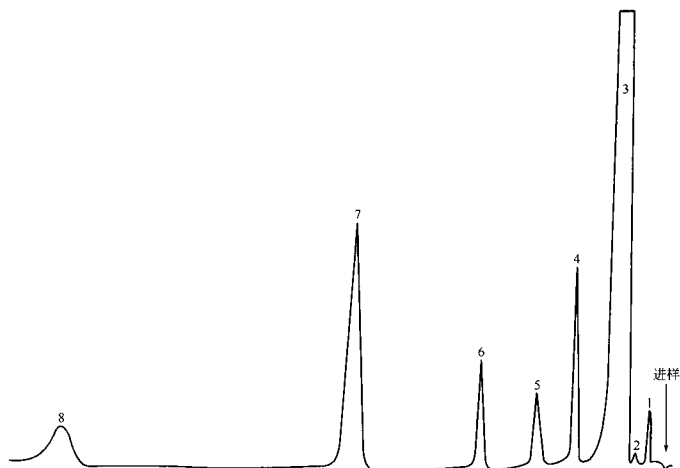
4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 气相色谱仪:配有热导检测器,其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

4.1.3.2 色谱柱及典型工作条件:本标准推荐的色谱柱及典型工作条件见表 2,六氯乙烷典型色谱图见图 1,各主要组分的保留时间 t_R 见表 3,各组分在热导池检测器上的相对校正因子见表 4。能达到同等分离程度的色谱柱及工作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型工作条件

参数名称	参 数 值
色谱柱长/柱内径	3m/3~4mm
固定相	E-301 : 6201 = 20 : 100
填充量	5.5 g/m
色谱柱温度	130°C
汽化温度	170°C
检测温度	170°C
桥电流	150 mA
载气(氢气)流速	40 mL/min
进样量(试样溶液)	4~6 μ L



1 空气;2—二氯甲烷;3—三氯甲烷;4—四氯乙烯;5—1,1,2,2-四氯乙烷;
6—五氯乙烷;7—六氯乙烷;8—六氯丁二烯

图1 六氯乙烷典型色谱图

表3 各组分的保留时间 t_R

组分名称	空气	四氯乙烯	1,1,2,2-四氯乙烷	五氯乙烷	六氯乙烷	六氯丁二烯
保留时间 t_R	56 s	4 min 20 s	6 min 7 s	8 min 54 s	14 min 51 s	28 min 48 s

表4 各组分的相对校正因子 f_i

组分名称	四氯乙烯	1,1,2,2-四氯乙烷	五氯乙烷	六氯乙烷	六氯丁二烯
相对校正因子 f_i	1.00	1.01^{-1}	0.89^{-1}	0.80^{-1}	0.80^{-1}

4.1.3.3 色谱数据处理机或记录仪。

4.1.3.4 微量进样器。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 固定相的配制

称取适量 E-301,用三氯甲烷溶解,将已称量过的 6201 型载体倒入上述溶液混匀,在红外灯下烘干。

4.1.4.2 色谱柱的老化

通入载气,于 120℃ 老化 8h。

4.1.4.3 试样溶液的制备

4.1.4.3.1 在 100 mL 三氯甲烷中加 15~20 g 变色硅胶(硅胶预先进行干燥处理)进行脱水,30min 后可用于试样溶液的制备。

4.1.4.3.2 称取约 2 g 试样(精确至 0.01 g),置于锥形瓶中,注入 5 mL 上述经过脱水处理的三氯甲

烷,用橡皮塞塞住瓶口,轻轻振摇,至试样完全溶解,此为试样溶液 A。

4.1.4.4 试样的测定

启动色谱仪,待选定的工作条件稳定后即可进样,试样溶液 A 进样量为 4~6 μ L。待色谱峰流出完毕,测量各组分的峰面积。

4.1.4.5 分析结果表述

以质量百分数表示的纯度 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{Af}{\sum(A_i f_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: f ——六氯乙烷的相对校正因子;

A ——六氯乙烷的峰面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.2%。

4.2 熔点的测定

按 GB/T 617 的规定进行。

4.3 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。滴定池中溶剂为 25 mL 甲醇与 25 mL 四氯化碳的混合液(1:1)。

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相对偏差不得大于 10%。

4.4 灰分的测定

按 GB/T 7531 的规定进行。灼烧温度为(750 \pm 25) $^{\circ}$ C,保留灼烧后的残渣 B 用于铁含量的测定。

4.5 铁含量的测定

按 GB/T 3049 的规定进行。

4.5.1 试液的制备

在装有残渣 B 的坩埚中加入(1+1)盐酸溶液 2mL,加热溶解。

4.5.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{W \times 10^{-6}}{m} \times 100 = \frac{W \times 10^{-4}}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: W ——从标准曲线查得的铁的质量, μ g;

m ——4.4 中称取的试样的质量,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相对偏差不得大于 15%。

4.6 游离氯试验

4.6.1 原理

用水萃取试样中的游离氯,游离氯与碘化钾反应析出碘,碘被淀粉吸附呈蓝色。



4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 碘化钾溶液:100g/L。

4.6.2.2 淀粉指示液:5g/L。

4.6.3 分析步骤

称取 10.0g 试样(精确至 0.01g),置于 250 mL 具塞磨口锥形瓶中,加 30 mL 水,振摇 5 min 后静置 20 min,过滤于 50 mL 比色管中,再用适量水振摇洗涤滤渣,过滤于同一比色管中,加水至 50 mL。加 2.0 mL 碘化钾溶液和 1 mL 淀粉指示液后,溶液应无蓝色。保持 30 s 不变色即为合格。

4.7 氯化物含量的测定

称取约 10 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 具塞磨口锥形瓶中,加 30 mL 水,振摇 5 min 后静置 20 min,过滤于 500 mL 锥形瓶中,用 10 mL 水振摇洗涤滤渣,过滤于同一锥形瓶中,再加入 120 mL 无水乙醇,其他均按 GB/T 3051 的规定进行。

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相对偏差不得大于 15%。

4.8 醇不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

试样用无水乙醇溶解,用玻璃砂坩埚抽吸过滤,干燥至恒重,计算醇不溶物含量。

4.8.2 试剂和材料

无水乙醇。

4.8.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径 15~40 μm ,容量 30 mL。

4.8.4 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.001 g),放入盛有 100 mL 无水乙醇的 250 mL 锥形瓶中,加热振摇至完全溶解,用已于 100~105℃干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用 20 mL 无水乙醇冲洗锥形瓶和滤渣,带有滤渣的玻璃砂坩埚于 100~105℃干燥至质量恒定。

4.8.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的醇不溶物含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——带有滤渣的玻璃砂坩埚的质量, g;

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.002%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为型式检验项目,其中纯度、初熔点、水分、灰分、铁含量为出厂检验项目。在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。

5.2 工业用六氯乙烷由生产厂的质量检验部门进行检验。每批出厂的产品都应符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.3 工业用六氯乙烷以每釜生产量为一批。

5.4 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 确定采样单元数,采样技术应符合 GB/T 6679 的规定。将所采样品混匀后,按四分法缩分至约 200 g,分别装于两个清洁、干燥的具塞磨口瓶中。贴上标签并注明产品名称、产品等级、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶密封保留二个月备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业用六氯乙烷包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括产品名称、商标、生产厂名、厂址、净含量、批号、本标准编号和 GB 191 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.2 工业用六氯乙烷采用内衬聚乙烯塑料袋、外套袋或桶包装。每袋或每桶净含量 25 kg 或 50 kg,或根据用户要求包装。

6.3 运输过程中应防止受热、受潮和雨淋。

6.4 工业用六氯乙烷应贮存于阴凉、通风、干燥处。

7 安全

工业用六氯乙烷遇明火、高热易引起燃烧。与氧化剂发生反应,有燃烧危险。触及皮肤易经皮肤吸收或误食、吸入粉尘蒸气会引起中毒。
