

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3271—2000

HG/T 3674—2000

---

工 业 氯 乙 酸  
工 业 氯 甲 烷

2000-06-05 发布

2001-03-01 实施

---

国家石油和化学工业局 发布

备案号:7492—2000

HG/T 3271—2000

## 前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3271—1990《工业氯乙酸》修订而成。

本标准与 HG/T 3271—1990 的技术差异:

——氯乙酸含量,优等品由大于等于 97.5%改为大于等于 99.0%、一等品由大于等于 96.5%改为大于等于 97.5%、合格品由大于等于 95.0%改为大于等于 96.0%。

——二氯乙酸含量,优等品由小于等于 1.0%改为小于等于 0.5%、一等品由小于等于 2.0%改为小于等于 1.5%、合格品由小于等于 3.0%改为小于等于 2.5%。

——氯乙酸含量测定的允许差由不大于 0.5%改为不大于 0.4%。

——二氯乙酸含量测定中高锰酸钾标准滴定溶液浓度的标定方法改为按 GB/T 601 的规定进行。

——乙酸含量的测定由称取熔融试样改为直接称取试样。测定的允许差由不大于 0.2%改为不大于 0.1%。

——结晶点测定的允许差由不大于 0.5℃改为不大于 0.2℃。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准自实施之日起,同时替代 HG/T 3271—1990。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

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:重庆嘉陵化学制品有限公司。

本标准参加起草单位:佛山市电化总厂、江苏北方氯碱集团有限公司、阜新市化工厂、安平县化工四厂、石家庄合成化工厂、上海赛璐珞厂。

本标准主要起草人:蒋宪学、刘永平、蔡丽萍。

本标准于 1990 年首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

## 工业氯乙酸

代替 HG/T 3271—1990

Chloroacetic acid for industrial use

## 1 范围

本标准规定了工业氯乙酸的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全等。

本标准适用于冰乙酸在催化剂存在下氯化而制得的工业氯乙酸。该产品主要用于染料、制药、农药、有机合成等工业,也用于制羧甲基纤维素等。

分子式:  $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$

相对分子质量: 94.50(按 1997 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 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3723—1983 工业用化学产品采样安全通则

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(neq ISO 3696: 1987)

GB/T 7533—1993 有机化工产品结晶点的试验方法(neq ISO 1392: 1977)

## 3 要求

3.1 外观: 无色或微黄色结晶。

3.2 工业氯乙酸质量应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯乙酸( $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$ )含量, %	$\geq 99.0$	97.5	96.0
二氯乙酸( $\text{CHCl}_2\text{COOH}$ )含量, %	$\leq 0.5$	1.5	2.5
乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )含量, %	$\leq 0.5$	—	—
结晶点, $^{\circ}\text{C}$	$\geq 60$	—	—

#### 4 试验方法

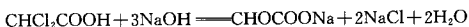
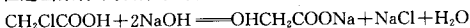
本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

#### 4.1 氯乙酸含量的测定

##### 4.1.1 方法提要

氯乙酸、二氯乙酸在适当条件下分别与氢氧化钠发生如下反应:



二者生成的氯化钠由银量法测得总氯量。乙醛酸钠与氢氧化钠继续反应生成的草酸钠,在适当条件下,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定,求得二氯乙酸的含量。氯乙酸含量由总氯量分别减去二氯乙酸含量、游离氯含量而求得。

##### 4.1.2 试剂和溶液

- 邻苯二甲酸二丁酯。
- 氢氧化钠溶液:300 g/L。
- 硝酸溶液:2+3。
- 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 硫氰酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaSCN})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 酚酞指示液:10 g/L。
- 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

##### 4.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器及 400 mm 直形冷凝管。

##### 4.1.4 分析步骤

称取 3 g 试样(精确至 0.000 2 g),于 250 mL 锥形瓶中,加 40 mL 氢氧化钠溶液,装上冷凝管,在电炉上煮沸并回流 10 min,冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即成储备液 A。准确移取储备液 A 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加 40 mL 水、2 滴酚酞指示液,用硝酸溶液中和并过量 5 mL,准确加入 50 mL 硝酸银标准滴定溶液、3 mL 硫酸铁铵指示液、4 mL 邻苯二甲酸二丁酯,用硫氰酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅棕红色保持 30 s 不褪色为终点。

##### 4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯乙酸( $\text{CH}_2\text{ClCOOH}$ )含量 X 按式(1)计算:

$$X = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2) \times 0.094\ 50 \times 100}{m \times 25/250} - X_1 \times 1.466$$

$$= \frac{94.50(V_1c_1 - V_2c_2)}{m} - 1.466X_1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V_1$ ——加入硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$c_1$ ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_2$ ——滴定消耗硫氰酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c_2$ ——硫氰酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样质量, g;

0.094 50——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [ $c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氯乙酸

的质量;

$X_1$ ——按 4.2 测定的二氯乙酸含量, %;

1.466——二氯乙酸换算成氯乙酸的系数。

注:式(1)忽略游离氯含量的扣除。必要时按附录 A(提示的附录)游离氯含量的测定方法测定游离氯。

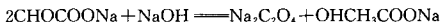
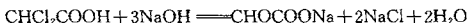
#### 4.1.6 允许差

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大于 0.4%。

### 4.2 二氯乙酸含量的测定

#### 4.2.1 方法提要

二氯乙酸在适当条件下与氢氧化钠发生如下反应:



反应生成的草酸钠,在适当条件下,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定,求得二氯乙酸的含量。

#### 4.2.2 试剂和溶液

- 硫酸溶液:1+4。
- 硫酸锰混合液。
- 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### 4.2.3 分析步骤

准确移取 4.1.4 中制备的储备液 A 100 mL 于 250 mL 锥形瓶中,以刚果红试纸指示,滴加硫酸溶液至刚果红试纸由红色变为蓝色,再过量 20 mL,加热至 40℃,加 10 mL 硫酸锰混合液,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈淡粉红色保持 15 s 不褪色为终点。

同时作空白试验。

#### 4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氯乙酸( $\text{CHCl}_2\text{COOH}$ )含量  $X_1$  按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.12894}{m \times 100/250} \times 100 = \frac{32.235(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V$ ——滴定消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样质量, g;

0.12894——与 1.00 mL 高锰酸钾 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的二氯乙酸的质量。

#### 4.2.5 允许差

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大于 0.1%。

### 4.3 乙酸含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的氯乙酸、二氯乙酸、乙酸,根据氢氧化钠用量求得总酸量。由总酸量分别减去氯乙酸和二氯乙酸的含量求得乙酸含量。

#### 4.3.2 试剂和溶液

- 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 酚酞指示液:10 g/L。

#### 4.3.3 分析步骤

称取 3 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 烧杯中,加适量水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,准确吸取 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴

定至溶液呈淡粉红色保持 30 s 不褪色为终点。

同时作空白试验。

#### 4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )含量  $X_2$  按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(V - V_0)c \times 0.060\,05 \times 100}{m \times 25/250} - (0.635\,4 \times X + 0.465\,7 \times X_1) \\ = \frac{60.05(V - V_0)c}{m} - (0.635\,4X + 0.465\,7X_1) \quad \text{..... (3)}$$

式中:  $V$ ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样质量, g;

0.060 05——与 1.00 mL 氢氧化钠 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的乙酸的质量;

$X$ ——按 4.1 测定的氯乙酸含量, %;

0.635 4——氯乙酸换算成乙酸的系数;

$X_1$ ——按 4.2 测定的二氯乙酸含量, %;

0.465 7——二氯乙酸换算成乙酸的系数。

#### 4.3.5 允许差

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大于 0.1%。

#### 4.4 结晶点的测定

##### 4.4.1 分析步骤

取适量的试样,按 GB/T 7533 的规定进行测定,其中熔融温度为 80℃,冷却温度为室温。

##### 4.4.2 允许差

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大于 0.2℃。

#### 5 检验规则

5.1 本标准所列项目均为型式检验项目。其中氯乙酸、二氯乙酸、乙酸为出厂检验项目。在正常情况下,每半年至少进行一次型式检验。

5.2 工业氯乙酸应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证出厂产品符合本标准的要求,并附有质量证明书。内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

5.3 以同等质量的产品为一批,每批产品不超过 50 t。

5.4 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样必须符合 GB/T 3723 的要求。采样技术应符合 GB/T 6679—1986 中第 2 章的规定。采样时,用不锈钢或塑料取样管迅速插入包装容器的上、中、下部位,均匀采样,每件取样不少于 30 g,混合缩分后,总量不少于 400 g,分别装入两个清洁干燥带磨口塞的瓶中,粘贴标签并注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存一个月备查。

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复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则该批产品判为不合格。

#### 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氯乙酸包装物上应有牢固明显的标志,其内容包括:生产厂名称、产品名称、商标、净含量、本标准编号及 GB 190 中规定的“腐蚀品”标志、GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 工业氯乙酸内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.08 mm;外包装采用聚丙烯塑料编织袋。包装时,用维尼龙绳或其他质量相当的绳先将内包装封口,再将外包装用缝包机或手工缝口。包装必须严密,不允许泄漏。每袋净含量 $(25\pm 0.2)$ kg、 $(40\pm 0.2)$ kg 或 $(50\pm 0.3)$ kg。

6.3 工业氯乙酸在运输过程中应防止阳光直射、雨淋、包装破损,不得倒置。

6.4 工业氯乙酸应贮存在阴凉、通风处,远离火种、热源,防止阳光直射、受潮,应与氧化剂、碱类、易燃物等物品分开存放。

## 7 安全

7.1 工业氯乙酸为酸性腐蚀品,有刺激性气味。对眼、黏膜、皮肤等有灼伤危险。严禁与人体接触,如皮肤接触,立即用水冲洗,若有灼伤,就医治疗;如误与眼睛接触,立即提起眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗至少 15 分钟;如误吸入,迅速脱离现场至空气清新处,必要时进行人工呼吸,就医。

7.2 操作人员应配戴防护眼镜、胶手套、胶靴等劳动防护用品。

## 附录 A

(提示的附录)

## 工业氯乙酸中游离氯含量的测定方法

## A1 方法提要

用银量法测定试样中的游离氯,根据硫氰酸钠用量求得游离氯含量。

## A2 试剂和溶液

A2.1 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A2.2 硫氰酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaSCN})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A2.3 邻苯二甲酸二丁酯。

A2.4 氢氧化钠溶液:300 g/L。

A2.5 硝酸溶液:2+3。

A2.6 酚酞指示液:10 g/L。

A2.7 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

## A3 仪器、设备

一般实验室仪器及 400 mm 直形冷凝管。

## A4 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水、5 mL 硝酸溶液、10.00 mL 硝酸银标准滴定溶液、3 mL 硫酸铁铵指示液、4 mL 邻苯二甲酸二丁酯,用硫氰酸钠标准滴定溶液滴定至溶液所呈浅棕红色保持 30 s 不褪色为终点。

## A5 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离氯( $\text{Cl}^-$ )含量  $X_A$  按式(A1)计算:

$$X_A = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 0.03545}{m} \times 100 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 3.545}{m} \quad \text{..... (A1)}$$

式中:  $c_1$ ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——加入硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$c_2$ ——硫氰酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_2$ ——滴定消耗硫氰酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——试样质量, g;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银溶液 [ $c(\text{AgNO}_3)=1.000\text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的游离氯的质量。

## A6 允许差

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大于 0.002%。