

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2542—93

工 业 三 氯 乙 烯

1993-09-25 发布

1994-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

工业三氯乙烯

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业三氯乙烯的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。本标准适用于由四氯乙烯脱氯化氢后，经蒸馏而制得的工业三氯乙烯。

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1989年国际相对原子质量）

2 引用标准

- 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 试验方法中所用试剂及制品的制备
 GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
 GB 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）
 GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
 GB/T 6324.2 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法
 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 6678 化工产品采样总则
 GB/T 6680 液体化工产品采样通则
 GB/T 7534 工业用挥发性有机液体沸程的测定

3 技术要求

3.1 外观：无悬浮物和沉淀物的透明液体。

3.2 三氯乙烯质量应符合下表要求。

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度 (Hazen 单位 铂-钴色号) \leq	15	30	40
密度 ρ_{20} (g/cm^3)	1.460~1.466		1.457~1.472
蒸馏试验 (0°C 101.325 kPa)			
初馏点, °C \geq	85.5	85.0	84.5
干点, °C \leq	91.0	91.0	91.0
馏出 95% (V/V) 的温度, °C \leq	88.5	89.0	90.0

续表

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
蒸发残渣, %	≤	0.005	0.010
酸度 (以 HCl 计), %或 碱度 (以 NaOH 计), %	≤	0.001 0.025	0.001 0.025
水分, %	≤	0.01	0.02
游离氯		合格	—
加速氧化试验后酸度 (以 HCl 计), %	≤	0.02	—

4 试验方法

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

本标准所用标准溶液、制剂和制品在没有注明其他特殊要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 规定进行制备。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 规定进行。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472 中 2.3.3 条密度计法规定进行。

将 16~40℃ 温度下, 所测得密度 ρ_t 换算成 20℃ 时的密度 ρ_{20} , ρ_{20} 按式 (1) 计算。

$$\rho_{20} = \rho_t + 0.0017(t - 20) \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ_{20} ——实验室样品在 20℃ 时的密度, g/cm³;

ρ_t ——实验室样品在 16~40℃ 所测得的密度, g/cm³;

t ——在测得实验室样品密度时的温度, °C;

0.0017——三氯乙烯密度的温度校正系数, g/cm³。

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 0.0005 g/cm³。

4.3 蒸馏试验

按 GB/T 7534 规定进行。三氯乙烯沸点随压力变化率: $3.2 \times 10^{-4} \text{°C/Pa}$ 。

4.4 蒸发残渣的测定

取实验室样品 100±1.0 mL。其它操作条件按 GB/T 6324.2 规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果之差不得大于 0.0005 %。

4.5 酸度或碱度的测定

4.5.1 方法提要

以水萃取实验室样品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滴定溶液滴定, 求得酸度或碱度。

4.5.2 试剂和溶液

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

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

c. 溴百里香酚兰指示液：1 g/L；

d. 水：用 0.01 mol/L 的氢氧化钠或 0.01 mol/L 的盐酸标准滴定溶液调至 pH 值为 6.6~7.0。

4.5.3 仪器

一般实验室仪器。

4.5.4 分析步骤

用量筒分别量取 50±1.0 mL 实验室样品和 100±1.0 mL 水于分液漏斗中，激烈振荡 3 min（约 200 次），静置分层后，用移液管吸取水层部分 50 mL 于三角瓶中，加入溴百里香酚兰指示液 5~6 滴，如果溶液为酸性，溶液呈黄色。如果溶液为碱性，溶液呈兰色。如果溶液为中性，溶液呈绿色。

溶液为酸性：在磁力搅拌下，用 0.01 mol/L 的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至颜色变为兰色即为终点。

溶液为碱性：在磁力搅拌下，用 0.01 mol/L 的盐酸标准滴定溶液滴定至颜色变为黄色即为终点。

溶液为中性：按溶液为酸性处理。

4.5.5 分析结果的计算

酸度（以 HCl 计）或碱度（以 NaOH 计）的质量百分含量 X 按式（2）计算：

$$X = \frac{V_1 \cdot c \cdot E}{V_2 \cdot \rho_s \cdot 0.5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_1 ——样品消耗氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——实验室样品的体积，mL；

ρ_s ——实验室样品的密度，g/cm³；

E ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的盐酸的质量。或与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氢氧化钠的质量。

当溶液为中性，以酸度≤0.001%报出结果。

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 0.0005%。

4.6 水分的测定

用移液管吸取实验室样品 10 mL。其它操作条件按 GB/T 6283 规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.005%。

4.7 游离氯的测定

4.7.1 方法提要

游离氯在酸性介质中，与碘化钾作用，生成游离碘，碘遇淀粉呈兰色。根据有无兰色生成，确定氯的存在。

4.7.2 试剂和溶液

a. 碘化钾溶液：100 g/L；

b. 乙酸溶液：1+1；

c. 淀粉溶液：5 g/L。

4.7.3 仪器

一般实验室仪器。

4.7.4 分析步骤

用量筒量取实验室样品 20 mL 于比色管中，加水 50 mL，激烈振荡 3 min（约 200 次），静置分

层后,吸取水层部分 20 mL 于另一支比色管中,按照顺序用刻度吸管加入 0.1 mL 碘化钾溶液, 1 mL 乙酸溶液。0.1 mL 淀粉溶液。振摇均匀,放在暗处约 5 min,观察有无兰色出现,如果没有兰色,则认为合格。

4.8 加速氧化试验后酸度的测定

4.8.1 方法提要

在钢片存在下,向试样中通入以水饱和的氧气,同时用灯泡加热试样并回流 48 h 后,用水萃取,吸取水层,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定,求取酸度。

4.8.2 仪器

- a. 标准磨口三角瓶: 500 mL;
- b. 标准磨口直管冷凝器: 长 500 mm;
- c. 灯泡: 220 V、150 W;
- d. 不锈钢灯罩: $\Phi 178 \times 190 \times 1$ mm;
- e. 不锈钢支撑板: $\Phi 195 \times 6$ mm, 中孔 $\Phi 83$ mm;
- f. 钢片 GB 700 中 A₃ 薄板切成如下尺寸:
A 片: $20 \times 6 \times 2$ mm (1 个)
B 片: $50 \times 13 \times 2$ mm (1 个)
用细砂纸磨光,然后用三氯乙烯洗净使用;
- g. 氧气及氧气钢瓶;
- h. 加速氧化试验装置。

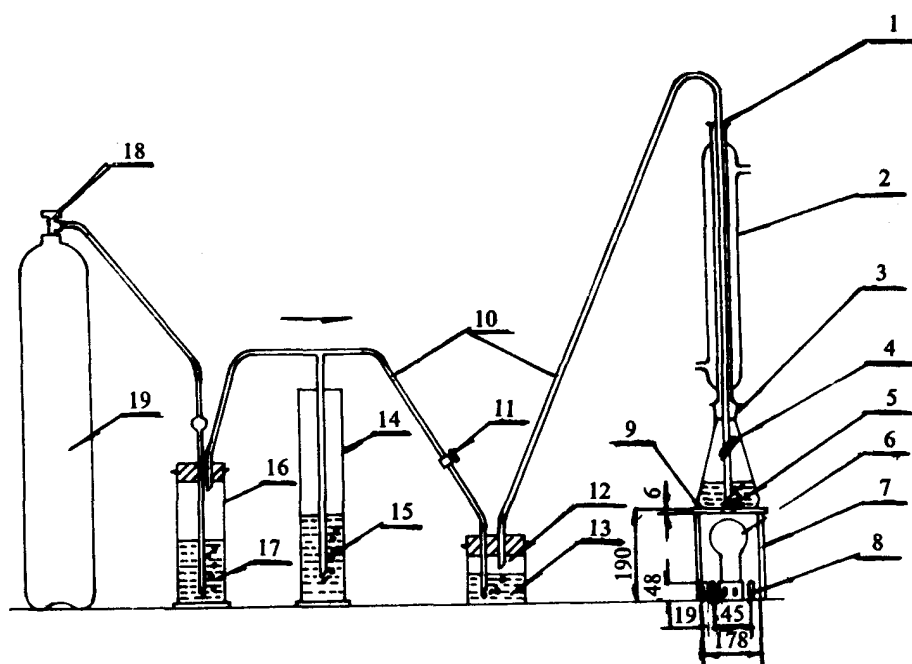


图 加速氧化试验装置

- 1—气体出口; 2—磨口直管冷凝器; 3—磨口三角瓶; 4—钢片 (B 片);
5—钢片 (A 片); 6—灯泡; 7—不锈钢灯罩; 8—通气孔 (4 个); 9—不锈钢支撑板;
10—氧气输入管内径 $\Phi 3$ mm; 11—考克; 12—氧气计数瓶; 13—水; 14—氧气调节筒;
15—水; 16—水洗瓶; 17—水; 18—减压阀; 19—氧气

4.8.3 试验方法

量取实验室样品 200 mL 于 500 mL 磨口三角瓶中，放入钢片 A，将氧气管插入冷凝器中（管端吹塑管口径 3 mm，距瓶底 6 mm），钢片 B 用聚四氟乙烯带系结在氧气输入管的下方（如图），然后分别通入冷却水和氧气并用灯泡加热，调节氧气流量（10~12 个气泡/min）和水流量（使样品在直管冷凝器一半以下高度冷凝回流），连续加热回流 48 h 后停止试验。冷却至室温，按 4.5 项测定酸度。

5 检验规则

5.1 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产品标准的要求，并附有一定格式的质量证明书。

质量证明书的内容包括产品名称、产品等级、产品批号、净重、出厂日期和标准编号。

作为金属蒸气脱脂用的三氯乙烯产品，要按技术要求中全部项目检验，其他用途的三氯乙烯不作加速氧化试验后酸度项目测定。

5.2 出厂时以同一等级任意数量为一批，取样方法和取样单元数按 GB/T 6678 中 6.4、6.6 规定进行，取样器要符合 GB/T 6680 中附录 A.2 规定。

每批取样量不得少于 1 升，充分混匀后分装于两个清洁，干燥的茶色瓶中密封，贴上标签并注明产品名称、批号、等级、取样日期、取样者。一瓶送检验部门进行检验，另一瓶保存 3 个月、备查。

5.3 检验结果的判定按 GB 1250 修约值比较法。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

5.4 使用单位有权按本标准对产品质量进行验收，在贮存期内，供需双方对产品质量发生异议时，及时提出并由双方协商解决或请仲裁单位进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 于包装桶上用油漆牢固涂刷：生产厂名称、产品名称、产品等级、产品批号、生产日期、本标准编号、产品净重。

6.2 三氯乙烯应包装在 200 升镀锌闭口钢桶中，每桶净重 200 或 250 kg，重量允许差在 0.5 kg，桶盖要密闭。

6.3 本产品运输、搬运时要防止猛烈撞击，避免桶皮焊口破裂，同时防止雨淋、日晒。

6.4 本产品应贮存于通风良好的库房或罩棚内，单放、堆放均可。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院归口。

本标准由锦西化工总厂起草。

本标准主要起草人王惠林、高风林、杜文娟。

本标准参照采用日本标准 JIS K 1508—82。