

ICS 71.060.99
G 14
备案号:41810—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3788—2013
代替 HG/T 3788 2005

工业氯化亚砷

Thionyl chloride for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 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 3788—2005《工业氯化亚砷》，与 HG/T 3788—2005 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

删除了密度指标(2005 年版的 3.2,本版的 4.2)；

取消了一等品(2005 年版的 3.2,本版的 4.2)；

色度标号对应的原液加入量做了调整(2005 年版的 4.3.4.2,本版的 5.4.4.2)；

增加了安全要求(本版的第 9 章)；

附录 A 中的方法进行了修改完善。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、山东凯盛新材料股份有限公司、江西世龙实业有限公司、广汉市运通化工厂、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：范国强、李文娟、李云龙、潘英曙、敖永平、李宗君。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

HG/T 3788—2005。

工业氯化亚砷

1 范围

本标准规定了工业氯化亚砷的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业氯化亚砷。该产品作为有机合成中的氯化剂和酰氯化剂应用于生产农药、医药、染料、三氯蔗糖、高性能材料等行业。

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,仅所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 2008 包装储运图示标志

GB/T 615 2006 化学试剂 沸程测定通用方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 2008 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 15258 化学品安全标签编写规定

GB 18564 汽车运输液体危险货物常压容器(罐体)通用技术条件

3 分子式和相对分子质量

分子式:SOCl₂

相对分子质量:118.96(按2011年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:无色至淡黄色透明有刺激性臭味的液体。

4.2 工业氯化亚砷按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
色度(K ₂ CrO ₄) ≤	1#	2#
沸程(75℃~80℃)的体积分数 φ/% ≥	99.0	98.0
蒸馏残留物 ω/% ≤	0.001	0.005

注:客户如对产品的氯化亚砷、硫酸氯及其他杂质有要求,可以参照附录A给出的方法进行测定。

5 试验方法

5.1 警告

本标准试验方法中样品具有强腐蚀性,操作者须小心谨慎!必须戴耐酸手套进行操作。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。操作时应在通风良好的通风橱中进行。

5.2 一般规定

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 GB/T 6682 2008 中规定的三级水。

5.3 外观判别

在自然光下,用目视法判别外观。

5.4 色度的测定

5.4.1 方法提要

配制一系列铬酸钾标准色阶,取试样溶液与标准色阶对比,确定产品色度等级。

5.4.2 试剂

铬酸钾(K_2CrO_4)。

5.4.3 仪器、设备

比色管:100 mL。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 原液配制

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的铬酸钾置于烧杯中,加水溶解,再转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为溶液 A。

5.4.4.2 标准色阶的配制

用刻度吸管移取表 2 规定量的溶液 A,置于洁净的 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。将此溶液装入 100 mL 比色管中,盖紧。此标准色阶溶液每月配制一次。

表 2 移取溶液 A 的量

色度(K_2CrO_4)	溶液 A 加入量/mL
1 =	2.0
2 =	4.0

5.4.4.3 色度的测定

将氯化亚砷试样小心地注入干燥、洁净的 100 mL 比色管中,至刻度线处,与配制好的类似颜色的标准色阶进行对比。比色时在白色背景下观察,各等级样品颜色不深于色阶中规定的相应色阶。

5.5 沸程的测定

5.5.1 装置

5.5.1.1 蒸馏瓶及三通:用硼硅酸盐玻璃制成,有效容积为 100 mL,如图 1 中(a)、(b)所示。

单位为毫米

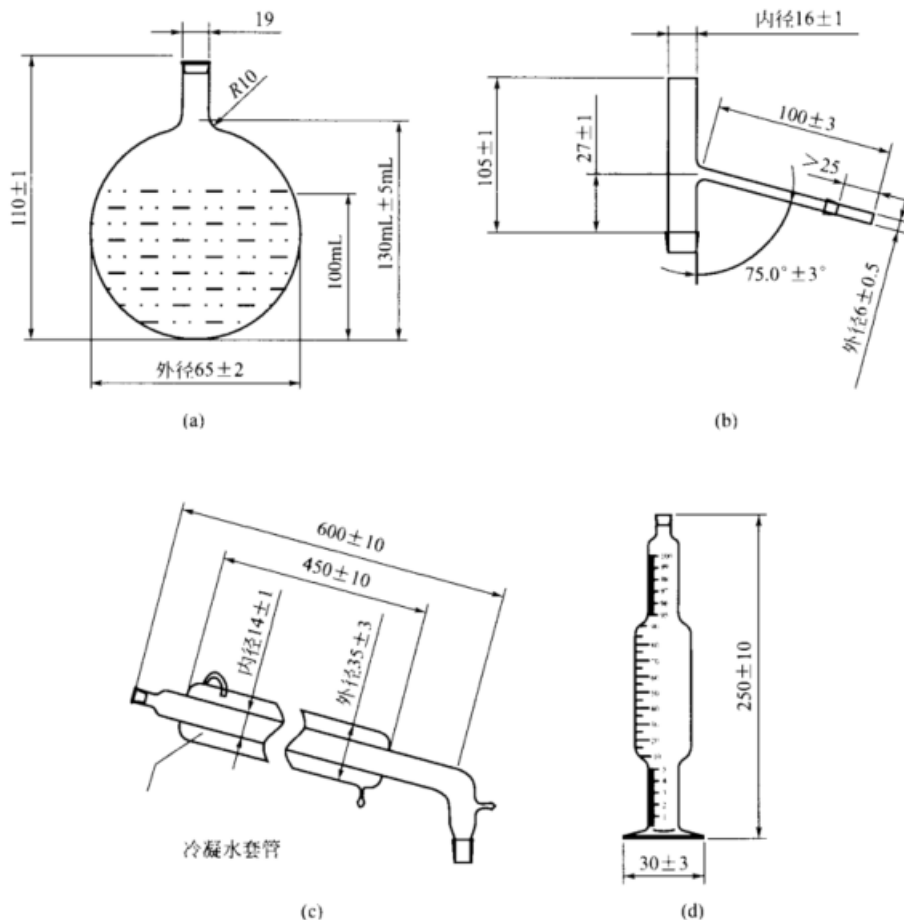


图 1 蒸馏装置部件

5.5.1.2 冷凝器:硼硅酸盐玻璃冷凝器,如图 1 中(c)所示,其弯管处设有放空口。

5.5.1.3 接收器:如图 1 中(d)所示,标称容量 100 mL,两端 0 mL~10 mL 和 90 mL~100 mL 处的分度值应精确至 0.1 mL。

5.5.1.4 主温度计:棒状水银-玻璃型,全浸式,分度值为 0.1 °C,感温泡顶端距第一条刻度线的距离至少 100 mm,感温泡与中间泡之间的距离不超过 5 mm。

5.5.1.5 热源:可使用电加热装置或水浴加热,水浴液面应始终不得超过样品液面,当沸程下限温度低于 80 °C 时,也可用电加热。

5.5.2 装置的组装与试验准备

5.5.2.1 蒸馏装置按 GB/T 615—2006 进行组装,蒸馏瓶、冷凝器、三通与接收器之间的连接处宜采用磨口连接。

5.5.2.2 用插好温度计的塞子塞紧三通上端,使温度计和蒸馏瓶的轴线重合并且使温度计水银球的中间泡上端最细部分与三通支管内壁的下边缘在同一条水平线上,辅助温度计附在主温度计上,并使其水银球位于在沸点时主温度计露出塞上部分的水银球柱高度的 1/2 处。

5.5.2.3 实验前冷凝管内壁除去残留物,接通冷凝器的进出口水管,使馏出液温度与蒸馏前试样温度保持一致,如不一致,可将接收器放入水浴中调节,水浴的水面应不影响读数。

5.5.3 分析步骤

记录室内的大气压和室温,按 GB/T 615—2006 算出与标准大气压下的 75 °C 和 80 °C 对应的控制

温度区间。用洁净干燥的 100 mL 接收器,在室温下量取 100 mL 试样,小心地注入已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的蒸馏瓶中,其余步骤按 GB/T 615—2006 操作,沸程测定结束后,取下蒸馏瓶,留做测定蒸馏残留物用。

5.5.4 结果计算

沸程的体积分数以 φ 计,按公式(1)计算:

$$\varphi = \frac{V_1}{V_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 馏出液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 取样体积的数值,单位为毫升(mL)。

取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绝对差值不大于 0.3%。

5.6 蒸馏残留物的测定

5.6.1 分析步骤

向 5.5.3 沸程测定后的蒸馏瓶中再加入 100 mL 试样,按 5.5.3 操作完成蒸馏。将蒸馏后的蒸馏瓶于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.2 结果计算

蒸馏残留物的质量分数以 w 计,按公式(2)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1}{V\rho} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 蒸馏瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 残渣和蒸馏瓶总质量的数值,单位为克(g);

V 二次蒸馏试样总体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ 试样密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)($\rho=1.64$)。

取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绝对差值不大于 0.0001%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的同一规格的工业氯化亚砷为一批,每批产品不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。用玻璃管抽取试样置于样品瓶中,混匀后试样量不少于 500 mL,分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号和生产日期。一瓶供分析检验用,另一瓶保留备查。保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 工业氯化亚砷包装上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号及 GB 190 所规定的“腐蚀性物质”标签、GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”标志和“怕雨”标志。标签应符合 GB 15258 的编写要求。

7.2 每批出厂的工业氯化亚砷都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8.1 工业氯化亚砷包装采用高密度聚乙烯塑料桶,每桶净含量 300 kg、150 kg、30 kg,或由供需双方协商。
- 8.2 工业氯化亚砷也可以采用不锈钢槽车储运。槽车设计应符合 GB 18564 的要求。
- 8.3 工业氯化亚砷运输时应轻装轻卸,防止包装容器破损。操作人员必须穿戴耐酸防护服。
- 8.4 工业氯化亚砷贮存于阴凉、通风、干燥的棚库内。防止雨淋、受潮。
- 8.5 氯化亚砷的保质期自包装入库之日起为 12 个月。

9 安全

- 9.1 氯化亚砷是酸性腐蚀品,遇水或潮气分解出二氧化硫、氯化氢等刺激性有毒气体。使用和运输应遵照危险化学品相关规定执行。
- 9.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例,氯化亚砷贮存场所和仓库应设置专门的消防器材,如干粉、二氧化碳、砂土等灭火剂,禁止用水或泡沫灭火。从事氯化亚砷的生产、运输、贮存及使用人员,操作时应使用必要的防护用品。

附录 A

(资料性附录)

氯化亚砷气相色谱分析方法
(氯化亚砷、硫酰氯及其他杂质的测定)

A.1 试剂

无水溶剂:色谱纯四氯化碳或二氯甲烷。

A.2 仪器、设备

A.2.1 色谱仪:气相色谱仪,备有热导检测器。

A.2.2 色谱柱:毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm×4.0 μm)。

A.2.3 载气:氢气或氦气,纯度大于 99.99 %。

A.2.4 进样器:微量注射器。

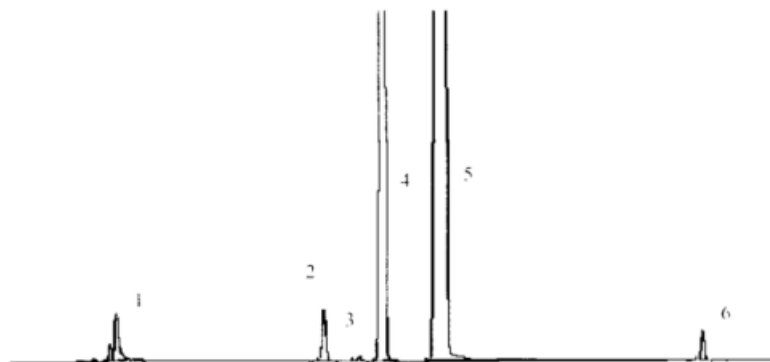
A.3 测定步骤

柱箱进行程序升温,初温 50 °C,以 10 °C/min 升温至 150 °C 保持 5 min。检测器温度与 260 °C,进样口温度为 50 °C。

用无水溶剂将样品按照 10 % (体积分数) 的浓度稀释,进样量 1 μL。

A.4 典型气相色谱图

工业氯化亚砷在上述测定条件下的典型的气相色谱图见图 A.1。



说明:

- 1 二氧化硫;
- 2 硫酰氯;
- 3 二氯化硫;
- 4 氯化亚砷;
- 5 溶剂;
- 6 一氯化硫。

图 A.1 工业氯化亚砷的典型气相色谱图

A.5 计算

各组份含量以 w_i 计,按公式(A.1)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum_{i=1,2,3\dots} (f_i A_i)} \times 100 \% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

f_i 组分 i 的校正因子；

A_i 组分 i 的峰面积。

校正因子按 1.0 进行简化计算。

取平行测定结果的平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3 %。

采用面积归一法进行氯化亚砷、硫酰氯及其他杂质等的计算（除溶剂峰外，其他物质峰均参与计算）。

中华人民共和国

化工行业标准

工业氯化亚砷

HG/T 3788—2013

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）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张32 字数16千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·567

购书咨询：010-6118888

售后服务：010-6118899

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