

ICS 71.060.99

G 14

备案号: 16325—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3788—2005

工业氯化亚砷

Thionyl chloride for industrial use

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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：天津化工研究设计院、山东双凤股份有限公司、四川省广汉市运通化工厂、江西电化高科有限责任公司。

本标准主要起草人：范国强、王加利、王忠水、石正兴。

本标准为首次发布。

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、运输和贮存。

本标准适用于工业氯化亚砷,该产品主要用于有机合成、制造酰基氯化物,用于医药、农药、染料中间体的生产。

分子式:SOCl₂

相对分子质量:118.96(按2001年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

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

GB/T 615—1988 化学试剂 沸程测定通用方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB 15258—1999 化学品安全标签编写规定

3 要求

3.1 外观:为无色至淡黄色透明有刺激性臭味的液体。

3.2 工业氯化亚砷应符合表1要求。

表1 要求

项 目	指 标			
	优等品	一等品	合格品	
色度(K ₂ CrO ₄)	≤	1#	2#	3#
密度(20℃),g/cm ³		1.630~1.650		
沸程(75℃~80℃)的体积分数,%	≥	99.0	98.5	98.0
蒸馏残留物,%	≤	0.001	0.003	0.005

4 试验方法

4.1 安全提示

氯化亚砷为无机酸性腐蚀物品,操作者须小心谨慎!操作人员必须戴耐酸手套在通风橱内操作。

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

4.2 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—1992 中规定的三级水。

4.3 色度的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂

铬酸钾(K_2CrO_4)。

4.3.3 仪器

比色管:100 mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 原液配制

称取 (1.00 ± 0.01) g 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \sim 110\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重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。

4.3.4.2 标准色阶的配制

用刻度吸管移取下表规定量的溶液 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,用石蜡密封。此标准色阶溶液每月配制一次。

色度(K_2CrO_4)	原液加入量
1#	3 mL
2#	6 mL
3#	12 mL

4.3.4.3 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度。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 的 2.3.3“密度计法”测定。

4.5 沸程的测定

4.5.1 装置

4.5.1.1 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。

4.5.1.2 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。

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

4.5.1.4 主温度计:棒状水银—玻璃型,全浸式,分度值为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$,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。

4.5.1.5 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 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 时,也可用电加热。

4.5.2 装置的组装与实验准备

4.5.2.1 蒸馏装置按 GB/T 615—1988 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。

4.5.2.2 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。

4.5.2.3 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。

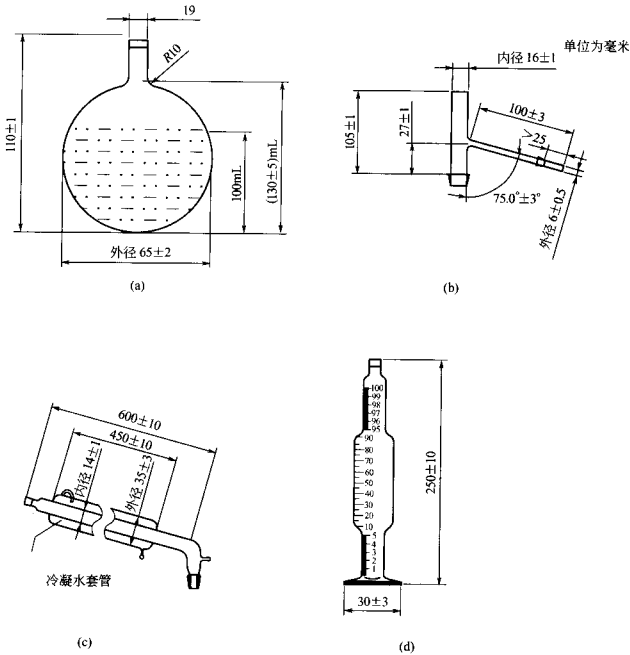


图1 蒸馏装置部件

4.5.3 分析步骤

记录室内的大气压和室温,按 GB/T 615—1988 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 °C~110 °C 下恒重的蒸馏瓶中,其余步骤按 GB/T 615—1988 操作,沸程测定结束后,取下蒸馏瓶,留做测定蒸馏残留物用。

4.5.4 结果计算

沸程的体积分数 φ ,数值以 % 表示,按式(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 %。

4.6 残留物的测定

4.6.1 分析步骤

向 4.5.3 条沸程测定后的蒸馏瓶中再加入 100 mL 试样,按 4.5.3 条操作完成蒸馏。将蒸馏后的蒸馏瓶于 105 °C~110 °C 下烘至恒重。

4.6.2 结果计算

蒸馏残留物的质量分数 W_1 ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$W_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{V\rho} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——恒重的蒸馏瓶质量的数值，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)。

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 0.000 5%。

5 检验规则

5.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

5.1.1 要求中规定的工业氯化亚砷所有指标为型式检验项目，在正常情况下每三个月至少进行一次型式检验。

5.1.2 色度、沸程为出厂检验项目，应逐批检验。

5.2 生产企业用相同材料和基本相同的生产条件连续生产或同一班组生产的同一级别的产品为一批。每批产品不超过 20 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样桶数。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，一瓶保留备查。保留时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业氯化亚砷由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 检验结果中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桶中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 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、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号及 GB 190—1990 所规定的“腐蚀性”标志、GB/T 191—2000 所规定的“怕晒”标志和“怕雨”标志。标签应符合 GB 15258—1999 的编写要求。

6.2 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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 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。

7.2 工业氯化亚砷运输时轻装轻卸，防止包装容器破损。操作人员必须穿戴耐酸防腐物品。

7.3 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。

7.4 氯化亚砷的保质期自包装入库之日起为 12 个月。

附 录 A

(资料性附录)

氯化亚砷气相色谱分析方法

A.1 方法提要

用微量注射器将氯化亚砷试样注入进样口,样品汽化后通过毛细管色谱柱,使待测定的诸组分分离,由热导检测器检测并由记录系统记录色谱图。用归一化法计算氯化亚砷的含量。

A.2 材料

A.2.1 载气:氢气或氮气,纯度大于99.9%。

A.2.2 固定相:OV-101。

A.3 仪器、设备

A.3.1 气相色谱仪:备有热导检测器和适当衰减装置。灵敏度 $S_T \geq 1000$ 。

A.3.2 色谱柱:毛细管色谱柱(长度为30 m)。

A.3.3 进样器:微量注射器,最小刻度 $0.1 \mu\text{L}$ 。

A.4 测定步骤

A.4.1 稳定色谱仪

色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到下述分析条件:

——柱箱温度: 80°C ;

——检测器温度: $100^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$;

——桥电流: 150 mA ;

——载气流速:氢气, $5 \text{ mL/min} \sim 10 \text{ mL/min}$ 或由使用者选择能得到合适分离的载气流速。

在达到上述色谱分析条件并稳定之后,即得到一条稳定的基线。

A.4.2 测定

A.4.2.1 进样

进样前用待测试样将微量注射器清洗干净。进样量为 $1 \mu\text{L}$ 。

A.4.2.2 定性

各组分出峰的顺序依次是:二氧化硫、磷酰氯、二氯化硫、氯化亚砷、一氯化硫。

A.4.2.3 定量

注入试样,进行色谱分析。记录色谱图,测量各组分的峰面积。

A.4.3 结果计算

氯化亚砷分数 W_2 ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$W_2 = \frac{f_1 A_1}{\sum (f_i A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

($i=1, 2, 3, \dots$)

式中:

f_1 ——氯化亚砷的校正因子;

A_1 ——氯化亚砷的峰面积;

f_i ——组分 i 的校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积。

建议将校正因子按 1.0 进行简化计算。

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应不大于 0.3%。
