

中华人民共和国国家标准

GB/T 5138—2021
代替 GB/T 5138—2006

工业用液氯

Liquid chlorine for industrial use

2021-08-20 发布

2022-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 5138—2006《工业用液氯》，与 GB/T 5138—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了安全提示(见首页标准名称下方)；
- b) 修改了部分规范性引用文件(见第 2 章,2006 年版的第 2 章)；
- c) 修改了产品等级划分和部分指标(见第 4 章,2006 年版的第 3 章)；
- d) 修改了水分测定方法,采用电量法代替重量法(见 6.3,2006 年版的 5.2)；
- e) 删除了用户验收规定(见 2006 年版的 6.4)；
- f) 修改调整了“警告”的内容(见第 6 章,2006 年版的第 5 章、第 8 章)；
- g) 增加了随行文件(见 8.2)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：杭州电化集团有限公司、唐山三友氯碱有限责任公司、新疆中泰(集团)有限责任公司、青岛海湾化学有限公司、山东阳煤恒通化工股份有限公司、新疆天业集团(有限)公司、宜宾天原集团股份有限公司、万华化学(烟台)氯碱热电有限公司、上海氯碱化工股份有限公司、天津大沽化工股份有限公司、福建省东南电化股份有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、德州实华化工有限公司、万华化学(宁波)氯碱有限公司、浙江嘉化能源化工股份有限公司、乳源东阳光电化厂、锦西化工研究院有限公司、上海华盼化工科技有限公司。

本文件主要起草人：高旭东、任运奎、许群立、张兆云、唐湘军、高自建、马瑞敏、宋晓玲、周杰、王夕峰、赵阳、郭海军、王连华、李永刚、李英丽、梅剑、徐文梅、周宇华、胡立明、马续娟、吴志坚、齐玉林、荣兴、王烽铭。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1985 年首次发布为 GB/T 5138—1985；
- 1996 年第一次修订时，并入了 GB/T 5138—1985、GB/T 5139.1—1985《工业用液氯 容量法测定氯含量》和 GB/T 5139.2—1985《工业用液氯 重量法测定水分含量》；
- 2006 年第二次修订，本次为第三次修订。

工业用液氯

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业用液氯的技术要求、采样、试验方法、检验规则及标志、随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于电解法生产的氯气经干燥、液化而制得的液氯。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 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 11984 氯气安全规程

GB 15258 化学品安全标签编写规定

HG/T 3941 工业用液氯 水分含量的测定 电量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用液氯的技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术要求

项目	指标	
	优等品	合格品
氯的体积分数/%	≥99.8	≥99.6
水分的质量分数/%	≤0.005	
三氯化氮的质量分数/%	≤0.002	≤0.003
蒸发残渣的质量分数/%	按用户要求	

5 采样

5.1 产品按批采样和检验。生产企业以每一生产周期生产的工业用液氯为一批。用户以每次收到的同一批次的工业用液氯为一批。

5.2 用不锈钢液氯取样器(以下简称取样器)在液氯气瓶或液氯管线上取样,用于分析检测。

6 试验方法

警告——氯气属于Ⅱ级(高度危害)物质,分析时,应在通风良好的通风橱内进行。即使有经验的工作人员也应有人监护。

6.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。在没有其他规定时,试验中所需试剂和制品均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 氯含量的测定

6.2.1 原理

液氯气化后,取 100 mL 气氯样品,用碘化钾溶液吸收氯气,测量残余的气体体积,计算气化样品中氯气的体积分数。反应式如下:



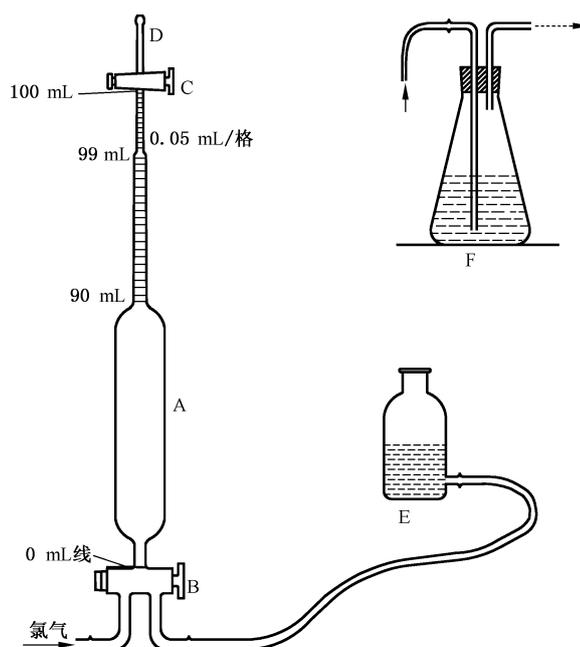
6.2.2 试剂或材料

6.2.2.1 碘化钾溶液:100 g/L。

6.2.2.2 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

6.2.3 仪器设备

氯含量测定装置(见图 1),及一般的实验室仪器。



标引序号说明：

- A —— 气体量管, 100 mL, 上部具有 0.05 mL 分度值；
- B、C —— 旋转考克；
- D —— 气体量管出口；
- E —— 水准瓶, 250 mL；
- F —— 吸收瓶, 500 mL, 内装氢氧化钠溶液。

图 1 氯含量测定装置示意图

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 将气体量管与水准瓶按图 1 连接。旋转气体量管的考克 C, 使气体量管与大气相通, 之后旋转考克 B, 并将气体量管与水准瓶相通, 调整水准瓶的位置, 使水准瓶中的碘化钾溶液液面与气体量管下端“0”刻度处相平, 关闭考克 B。

6.2.4.2 连接气体量管出口 D 和吸收瓶, 旋转考克 B, 使气体量管与取样器相连, 缓慢打开取样器阀门, 使氯气通入气体量管 2 min~3 min, 并将气体量管内的空气置换完全。关闭取样器阀门, 迅速依次关闭气体量管的考克 C 和考克 B, 拆下吸收瓶及通氯气的连接管。放置片刻, 使气体量管内的氯气温度与外界达到平衡。迅速旋转气体量管的考克 C 一周。

6.2.4.3 逐渐升高水准瓶, 旋转考克 B 使碘化钾溶液流入气体量管中少许并摇动, 关闭考克 B, 使氯气被碘化钾溶液吸收。重复这一操作, 直至没有氯气被溶液吸收, 然后静置冷却 10 min~15 min。调整水准瓶位置, 使气体量管和水准瓶的液面相平, 读出气体量管中吸收液体液面的刻度值。

6.2.5 结果计算

氯含量以氯(Cl_2)的体积分数(φ)计, 按式(1)计算:

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

式中:

φ —— 氯(Cl_2)的体积分数, %;

V —— 试料的体积(即气体量管 A)的数值, 单位为毫升(mL);

V_1 ——气体量管 A 中吸收液体体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.2.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值不大于 0.05%。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。

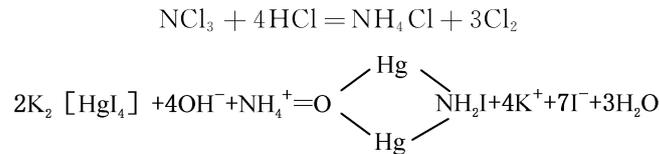
6.3 水分含量的测定

按 HG/T 3941 规定进行,结果以质量分数表示。

6.4 三氯化氮含量的测定

6.4.1 原理

液氯气化后通入盐酸溶液中,三氯化氮转变为氯化铵,与纳氏试剂显色反应,在 420nm 处用分光光度计测定吸光度。反应式如下:



6.4.2 一般规定

分析中使用去离子水或相当纯度的水。

6.4.3 试剂或材料

6.4.3.1 硫酸。

6.4.3.2 盐酸。

6.4.3.3 盐酸溶液:用移液管量取 2 mL 硫酸,插入 500 mL 盐酸的液面下约 2 cm,缓慢滴加,加盖,轻轻摇匀。

6.4.3.4 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

6.4.3.5 硫酸溶液:1+5。

6.4.3.6 酒石酸钾钠溶液:500 g/L。称取 50 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中,加热煮沸除去氨,放冷,定容至 100 mL。

6.4.3.7 铵标准溶液:0.1 g/L。

6.4.3.8 铵标准溶液:25 mg/L。量取 25.00 mL 铵标准溶液(6.4.3.7)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液使用前配制。

6.4.3.9 纳氏试剂。

6.4.4 仪器设备

气体吸收管(见图 2)、20 mL 具塞比色管(特殊规格)、带流量控制的三氯化氮采样装置(见图 3)、盐酸分离装置(分离时间不超过 10 min;见图 4)、分光光度计,及一般的实验室仪器。

单位为毫米

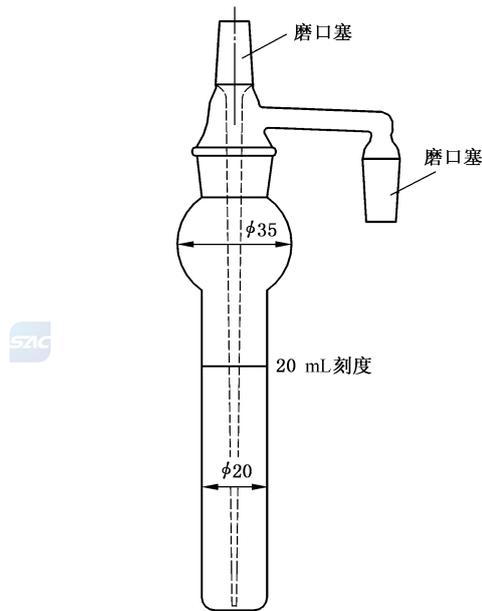
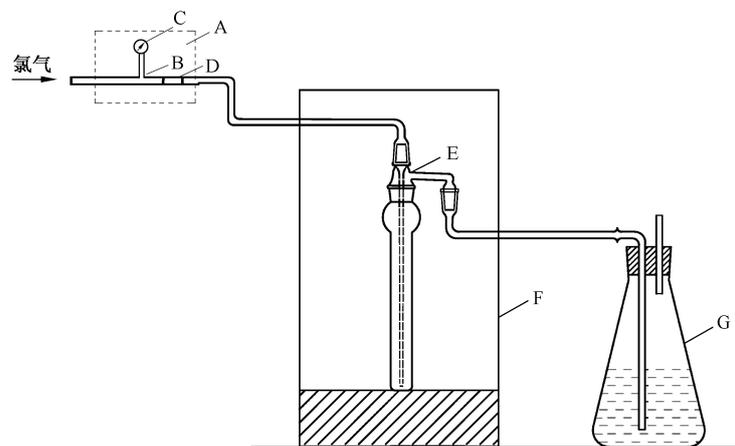


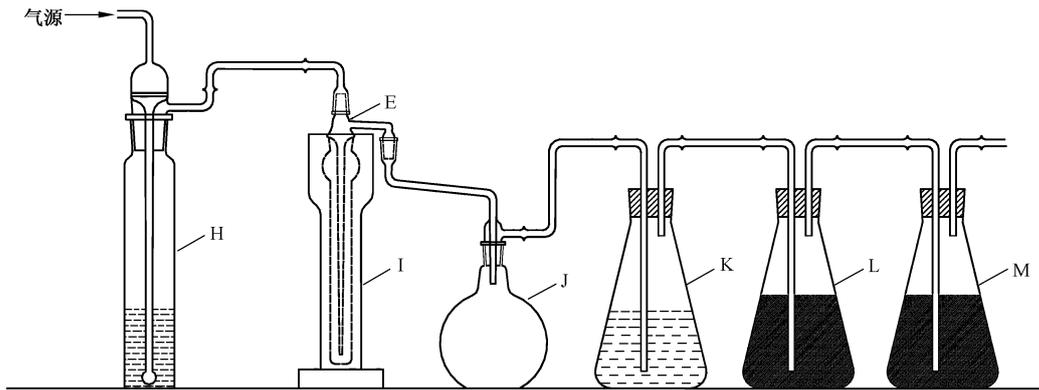
图 2 气体吸收管



标引序号说明：

- A —— 流量控制装置；
- B —— 三通；
- C —— 耐氯压力表；
- D —— 毛细管；
- E —— 气体吸收管；
- F —— 暗箱；
- G —— 计量氢氧化钠溶液吸收瓶。

图 3 带流量控制的三氯化氮采样装置示意图



标引序号说明:

- E——气体吸收管;
- H——空气净化瓶(内盛 1+5 硫酸溶液);
- I——电加热装置;
- J——盐酸分离瓶;
- K——氢氧化钠溶液吸收瓶;
- L——三角瓶(内装变色硅胶);
- M——三角瓶(内盛氧化钙)。

图 4 盐酸分离装置示意图

6.4.5 分析步骤

6.4.5.1 标准曲线绘制

6.4.5.1.1 依次量取 0.0 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.2 mL、1.6 mL、2.0 mL 铵标准溶液(6.4.3.8)置于 6 个 20 mL 具塞比色管中,用水稀释至刻度,分别加入 1 mL 纳氏试剂,摇匀,静置 10 min。

6.4.5.1.2 用适宜的比色皿,在波长 420 nm 处,用水调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

6.4.5.1.3 从比色溶液吸光度中扣除空白溶液的吸光度,以铵含量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6.4.5.2 试料

用滤纸擦干净取样阀门,小心开启阀门,将适量的氯气通入不计量的氢氧化钠溶液吸收瓶中清洗阀门。按图 3 安装好取样装置,控制表压在 0.02 MPa~0.04 MPa 取样约 10 min。氯气通过装有 5 mL 盐酸溶液的气体吸收管(避光)被装有约 200 mL 的计量氢氧化钠溶液吸收瓶吸收。根据吸收瓶取样前后的质量(精确到 0.1 g)计算采样量。

6.4.5.3 分离

将气体吸收管放入预先加热的盐酸分离装置(见图 4)内除去盐酸。

6.4.5.4 测定

6.4.5.4.1 用水冲洗样品分离后的采样气体吸收管的进气管内壁和浸入盐酸吸收液部位外壁,加入 1 滴酒石酸钾钠溶液,用水稀释至刻度,再加入 1 mL 纳氏试剂,摇匀,静置 10 min。

6.4.5.4.2 用与绘制标准曲线使用的比色皿相同的比色皿在波长 420 nm 处,用水调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

6.4.5.5 空白试验

不加试剂,加 5 mL 盐酸溶液,采用与测定试剂完全相同的试剂、用量,按 6.4.5.3,6.4.5.4 操作。

6.4.6 结果计算

三氯化氮以(NCl₃)的质量分数(w_1)计,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6} \times 6.67 \times 1.025}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_1 ——三氯化氮的质量分数,%;

m_1 ——由标准曲线上查得的试剂中铵的质量的数值,单位为微克(μg);

m_2 ——由标准曲线上查得的空白试验中铵的质量的数值,单位为微克(μg);

m_3 ——试剂的质量的数值(氢氧化钠吸收瓶 E 采样前后的质量差),单位为克(g);

6.67 ——铵与三氯化氮的换算因子;

1.025——吸收系数。

6.5 蒸发残渣含量的测定

6.5.1 原理

在实验室温度条件下,一定体积的试剂气化蒸发后,称量蒸发残渣质量。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

6.5.2.2 干燥的空气或氮气。

6.5.3 仪器设备

取样蒸发装置(见图 5)、分析天平(分度值 0.000 1 g)、天平(载荷 5 000 g,分度值 0.1 g)、温度计(−80 °C),及一般的实验室仪器。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 将锥形瓶在 105 °C~110 °C 下干燥 1 h,冷却,置于干燥器内 30 min,称量(精确到 0.000 1 g)。

6.5.4.2 按图 5 安装好取样蒸发装置。在 800 mL 烧杯中加入干冰和无水乙醇,液面高于锥形瓶下料管出口约 2 cm。当冷源温度低于−50 °C 5 min 后,在锥形瓶出口不连接缓冲瓶进口的情况下,缓慢打开不锈钢取样器出口阀门,使液氯缓慢流入锥形瓶约 150 mL。关闭不锈钢取样器出口阀门,夹紧锥形瓶进口胶管,降低升降台高度,使锥形瓶脱离冷源。当氯气开始蒸发时迅速用胶管连接锥形瓶出口和缓冲瓶进口,使液氯在实验室温度下气化,经缓冲瓶通入氢氧化钠溶液吸收瓶吸收。

6.5.4.3 气化完毕后,将适量的干燥空气或氮气通过锥形瓶和缓冲瓶进入吸收瓶。用干净的软布仔细擦拭锥形瓶外壁,置于干燥器内 10 min,称量(精确到 0.000 1 g)。用天平称量吸收氯气的氢氧化钠吸收瓶(精确到 0.1 g)。

6.5.5 结果计算

蒸发残渣以残渣的质量分数(w_2)计,按式(3)计算:

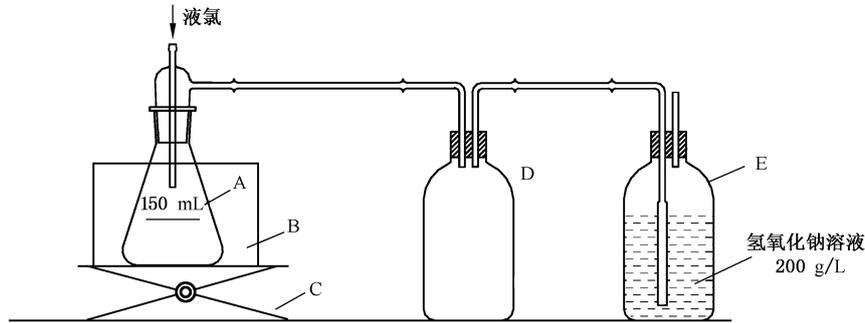
$$w_2 = \frac{m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

w_2 ——残渣的质量分数，%；

m_4 ——试料中残渣的质量(锥形瓶 A 前后的质量差)的数值，单位为克(g)；

m_5 ——试料采样量(氢氧化钠吸收瓶 C 前后的质量差)的数值，单位为克(g)。



标引序号说明：

A —— 锥形瓶, 250 mL, 具磨口塞和通氯支管, 有 150 mL 体积刻度；

B —— 冷源, 干冰和无水乙醇；

C —— 升降台；

D —— 缓冲瓶；

E —— 吸收瓶, 5 000 mL。



图 5 取样蒸发装置示意图

7 检验规则

7.1 检验分类和检验项目

7.1.1 检验分类

检验分为型式检验和出厂检验。

7.1.2 型式检验

型式检验项目为本文件规定的所有检验项目。

如有下述情况, 应进行型式检验：

- 停产后复产；
- 生产工艺有较大改变(如材料、工艺条件等)；
- 生产装置出现重大波动调整后。

正常生产情况下, 每月应至少进行一次型式检验(蒸发残渣除外)；蒸发残渣至少每三个月进行一次型式检验。

7.1.3 出厂检验

出厂检验项目为氯含量。

7.2 判定规则

产品质量指标按 GB/T 8170 中规定的“全数值比较法”判定。

7.3 复检规则

如检验结果有一项指标不符合本文件要求,应重新加倍在包装单元、贮罐(槽)或槽车中采取样品进行复检。复检结果中如有一项指标不符合本文件要求,则判定该批产品为不合格品。

8 标志、随行文件、包装、运输和贮存

8.1 标志

出厂的工业用液氯槽车或气瓶上应有明显牢固的标志,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、商标、执行标准号、容器质量及包装量、槽车号或气瓶号、生产许可证编号及符合 GB 190 规定的“有毒品”标志。标签应符合 GB 15258 规定。

8.2 随行文件

每批出厂的工业用液氯产品应由生产企业的质量监督检验部门按本文件的要求进行检验,并附有质量证明文件,内容包括:生产企业名称、产品名称、“危险化学品”字样、质量指标、等级、批号或生产日期、执行标准号。

8.3 包装

工业用液氯用槽车或气瓶包装,包装系数应符合 GB 11984 的规定。

8.4 运输和贮存

应符合 GB 11984 的规定。
