

ICS 71.060.10
G 13



中华人民共和国国家标准

GB 5138—2006
代替 GB/T 5138—1996

工业用液氯

Liquid chlorine for industrial use

2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准表 1 的部分指标、第 7 章和第 8 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准对应于俄罗斯 ГOCT 6718:1993《液氯技术条件》,与 ГOCT 6718:1993 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 5138—1996《工业用液氯》。

本标准与 GB/T 5138—1996 相比主要变化如下:

- 增加了三氯化氮和蒸发残渣项目和指标(见第 3 章);
- 调整了部分指标(1996 年版的第 3 章;本版的第 3 章);
- 明确了用不锈钢液氯取样器采样(1996 年版的 4.2;本版的 4.2);
- 取消了附录 A 和附录 B,将内容纳入正文(1996 年版的附录 A 和附录 B;本版的 5.3 和 5.4);
- 增加了型式检验周期和特殊情况下应进行型式检验的规定(见 6.2);
- 修改了复检规定(1996 年版的 5.1;本版的 6.5)。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、上海氯碱化工股份有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、李富荣、任运奎、胡立明、曹建芳。

本标准 1985 年首次发布,1996 年第一次修订,修订时将 GB/T 5138—1985、GB/T 5139.1—1985 和 GB/T 5139.2—1985 三个标准合并为一个标准。

工业用液氯

1 范围

本标准规定了工业用液氯的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存、安全。本标准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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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

GB 11984—1989 氯气安全规程

3 要求

工业用液氯应符合表 1 给出的指标要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯的体积分数/% \geq	99.8	99.6	99.6
水分的质量分数/% \leq	0.01	0.03	0.04
三氯化氮的质量分数/% \leq	0.002	0.004	0.004
蒸发残渣的质量分数/% \leq	0.015	0.10	—
注:水分、三氯化氮指标强制。			

4 采样

4.1 产品按批检验。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。

4.2 本标准用不锈钢液氯取样器(以下简称取样器)在液氯大钢瓶或液氯管线上取样,用于分析检测。

5 试验方法

警告——分析时,应在通风良好的通风橱内进行。

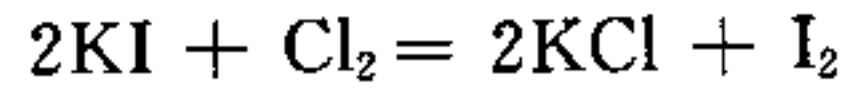
除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

试验中所需制剂和制品,在没有其他规定时均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.1 氯含量的测定

5.1.1 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:



5.1.2 试剂

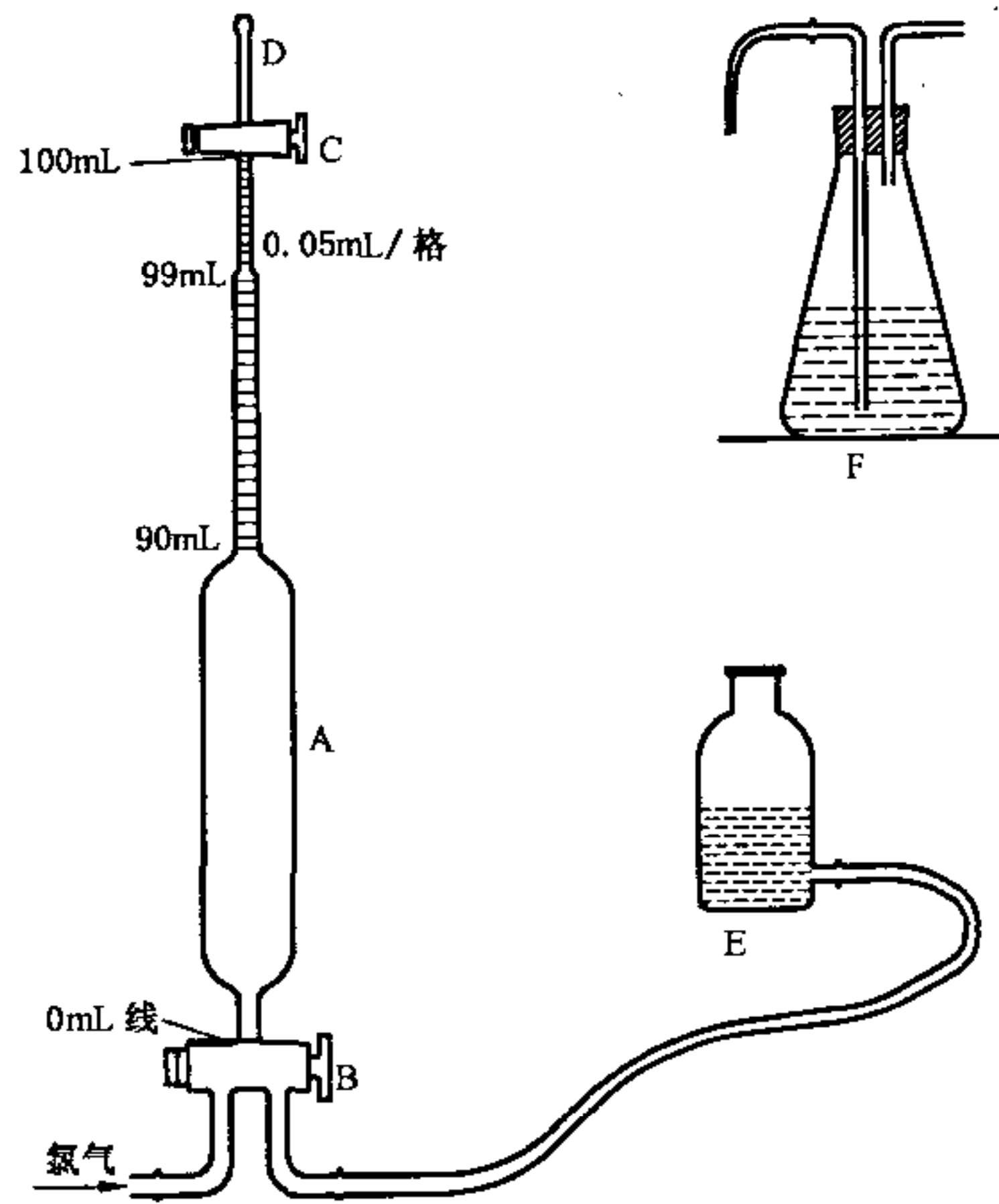
5.1.2.1 碘化钾溶液:100 g/L。

5.1.2.2 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

5.1.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.1.3.1 气体量管 A,100 mL,上部具有 0.05 mL 分度值(见图 1)。



- A——气体量管;
- B、C——旋转考克;
- E——250 mL 水准瓶;
- F——500 mL 吸收瓶。

图 1 氯含量测定装置示意图

5.1.3.2 水准瓶 E,250 mL。

5.1.3.3 吸收瓶 F,500 mL,内装氢氧化钠溶液(5.1.2.2)。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 将气体量管 A(5.1.3.1)与水准瓶 E(5.1.3.2)按图(见图 1)连接。旋转气体量管 A(5.1.3.1)的 C 阀,使气体量管 A(5.1.3.1)与大气相通,之后旋转 B 阀,使气体量管 A(5.1.3.1)与水准瓶 E(5.1.3.2)相通,调整水准瓶 E(5.1.3.2)的位置,使水准瓶 E(5.1.3.2)中的碘化钾溶液(5.1.2.1)液面与气体量管 A(5.1.3.1)下端“0”刻度处相平,关闭 B 阀。

5.1.4.2 连接 D 和吸收瓶 F(5.1.3.3),旋转 B 阀,使气体量管 A(5.1.3.1)与取样器相连,缓慢打开取样器阀门,使氯气通入气体量管 A(5.1.3.1)2 min~3 min,以保证把气体量管 A(5.1.3.1)内的空气置换完全。关闭取样器阀门,紧接着关闭气体量管 A(5.1.3.1)的 C 阀和 B 阀,拆下吸收瓶 F(5.1.3.3)及通氯气的连接管。放置片刻,使气体量管 A(5.1.3.1)内的氯气温度与外界达到平衡。迅速旋转气体量

管 A(5.1.3.1)的 C 阀一周。

5.1.4.3 将水准瓶 E(5.1.3.2)逐渐升高,旋转 B 阀使碘化钾溶液(5.1.2.1)流入气体量管 A(5.1.3.1)中少许,关闭 B 阀,使氯气被碘化钾溶液(5.1.2.1)吸收。重复这一操作,直至没有更多的氯气被溶液吸收,然后使之静置冷却 10 min~15 min。调整位置,使气体量管 A(5.1.3.1)和水准瓶 E(5.1.3.2)的液面相平,读出气体量管 A(5.1.3.1)中残余气体体积。

5.1.5 结果计算

氯含量以氯(Cl)的体积分数 φ_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$\varphi_1 = \frac{V - V_0}{V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V——试料的体积(即气体量管 A)的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——气体量管 A 内残余气体的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.1.6 允许差

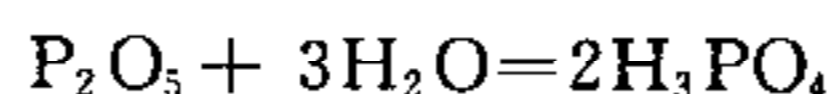
平行测定结果之差的绝对值不大于 0.05%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5.2 水分含量的测定

5.2.1 原理

气化的样品,通过已称量的五氧化二磷吸收管吸收氯气中的水分,用已称量的氢氧化钠溶液吸收氯气,分别称量吸收管和吸收瓶,根据各自测定前后的质量差,计算样品中的水分含量。反应式如下:



5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 五氧化二磷。

5.2.2.2 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

5.2.2.3 干燥的空气或氮气。

干燥气体获得方法:气体通过含有五氧化二磷干燥剂的吸收管或干燥塔或其他干燥方法。

5.2.2.4 玻璃棉或玻璃毛。

在 110℃干燥 1 h 后使用。

5.2.2.5 干燥的脱脂棉。

5.2.2.6 耐氯胶管。

5.2.2.7 耐氯润滑脂。

以氟化或氟氯化产品为基料的抗化学润滑脂。

5.2.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.2.3.1 过滤管 A,内装干燥过的玻璃棉或玻璃毛(5.2.2.4)。

5.2.3.2 吸收管 T_1 、 T_2 :具磨口塞的 U 型管,内部分段装填五氧化二磷(5.2.2.1)和玻璃棉或玻璃毛(5.2.2.4),并在管的两端盖上玻璃棉或玻璃毛(5.2.2.4),在吸收管两端磨口涂少量的耐氯润滑脂(5.2.2.7)。每支管标明通气方向和前后顺序,保存在干燥器内。

5.2.3.3 缓冲瓶 B。

5.2.3.4 流量计 C,用内装四氯化碳的毛细管流量计或耐氯的转子流量计。

5.2.3.5 吸收瓶 D。

5.2.3.6 天平,载荷 5 000 g,分度值 1 g。

5.2.3.7 电风筒。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 如果是新装填的吸收管,应进行预处理。处理方法:以约 400 mL/min(控制每秒约 4~5 个

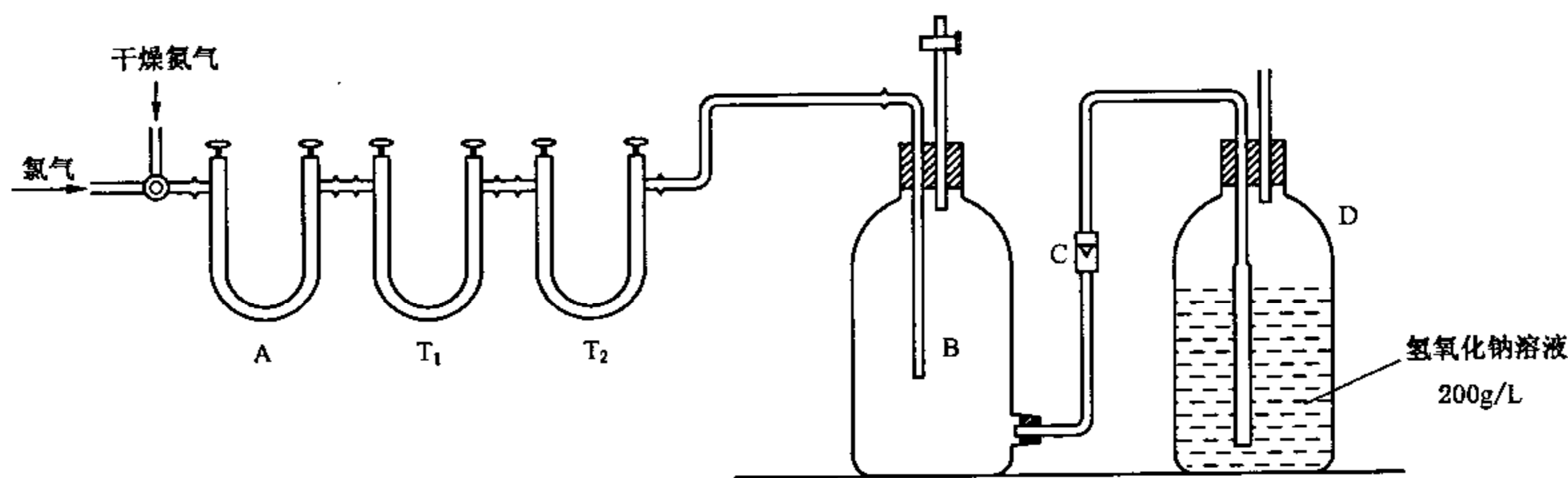
气泡)通氯 2 h,然后用干燥的空气或氮气(5.2.2.3)约 400 mL/min 的流量吹洗 5 min。拆下吸收管,两端密封,用软布擦拭干净后,放入干燥器内。

5.2.4.2 从干燥器内取出吸收管 T₁、T₂(5.2.3.2),用不起毛的软布擦拭干净,称量(精确到 0.000 1 g)。用天平(5.2.3.6)称量装有不少于 1 600 mL 氢氧化钠溶液(5.2.2.2)的吸收瓶 D(5.2.3.5)(精确到 1 g)。为了减少取样器阀嘴水分的影响,用约 500 mL/min 的流量把氯气通入不计量的氢氧化钠溶液吸收瓶 5 min,再依次用干燥的脱脂棉(5.2.2.5)和干滤纸擦拭取样器阀嘴,然后迅速用耐氯胶管(5.2.2.6)按图(见图 2)连接好测定装置。为了保证氯气来自液相,应把取样器倾斜或倒置。连接取样器的耐氯胶管应尽量短且干燥、干净,不用时,保存在干燥器中。

5.2.4.3 缓慢打开取样器阀门,氯气以约 400 mL/min(控制每秒约 4~5 个气泡)的流量,先通过过滤管 A(5.2.3.1)和吸收管 T₁、T₂(5.2.3.2),再进入缓冲瓶 B(5.2.3.3)、流量计 C(5.2.3.4)和吸收瓶 D(5.2.3.5)。取样量不少于 150 g。

5.2.4.4 关闭取样器阀门,用电风筒(5.2.3.7)加热干燥空气或氮气(5.2.2.3)以约 400 mL/min 的流量吹洗吸收管 T₁、T₂(5.2.3.2)约 5 min。拆下吸收管 T₁、T₂(5.2.3.2),两端密封,用软布擦拭干净,放入干燥器 30 min,称量(精确到 0.000 1 g)。拆下吸收瓶 D(5.2.3.5),用天平(5.2.3.6)称量(精确到 1 g)。

5.2.4.5 如果吸收管 T₂ 明显增量,应重新装填吸收管 T₁,并经预处理后使用。当过滤管 A(5.2.3.1)内玻璃棉或玻璃毛(5.2.2.4)有明显的机械杂质存在或颜色变黄时,应更换。



- A——过滤管;
- T₁、T₂——吸收管;
- B——缓冲瓶;
- C——流量计;
- D——吸收瓶。

图 2 水分测定装置示意图

5.2.5 结果计算

水分以水(H₂O)的质量分数 w₁ 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

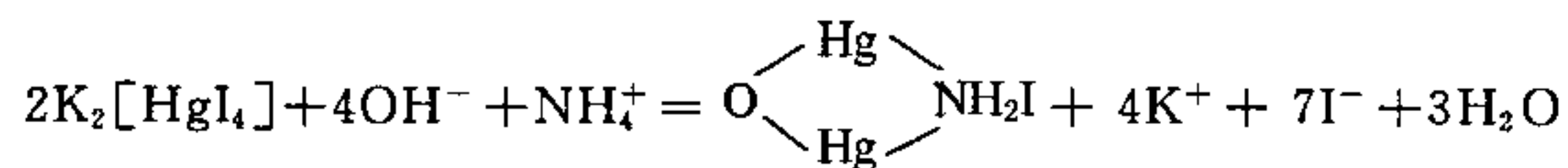
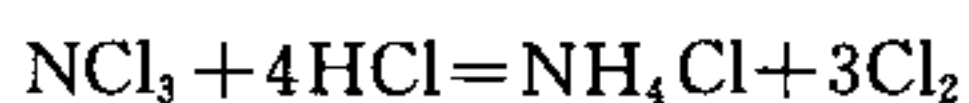
式中:

- m₁——水分的质量(即吸收管 T₁、T₂ 通氯前后的质量差之和)的数值,单位为克(g);
- m₂——试料的质量(即吸收瓶 D 通氯前后的质量差)的数值,单位为克(g)。

5.3 三氯化氮含量的测定

5.3.1 原理

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



5.3.2 试剂

分析中使用去离子水或相当纯度的水。

5.3.2.1 盐酸。

使用前先预处理。处理方法：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，摇匀。

5.3.2.2 氢氧化钠(工业品)溶液：200 g/L。

5.3.2.3 硫酸溶液：1+5。

5.3.2.4 酒石酸钾钠溶液：500 g/L。

配制时，经加热除氨处理。

5.3.2.5 铵标准溶液：0.1 g/L。

5.3.2.6 铵标准溶液：25 mg/L。

量取 25.00 mL 铵标准溶液(5.3.2.5)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。该溶液使用前配制。

5.3.2.7 纳氏试剂。

5.3.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.3.3.1 气体吸收管(见图 3)。

5.3.3.2 20 mL 具塞比色管。

5.3.3.3 三氯化氮采样装置(见图 4)。

5.3.3.4 盐酸分离装置(见图 5)。

5.3.3.5 分光光度计。

单位为毫米

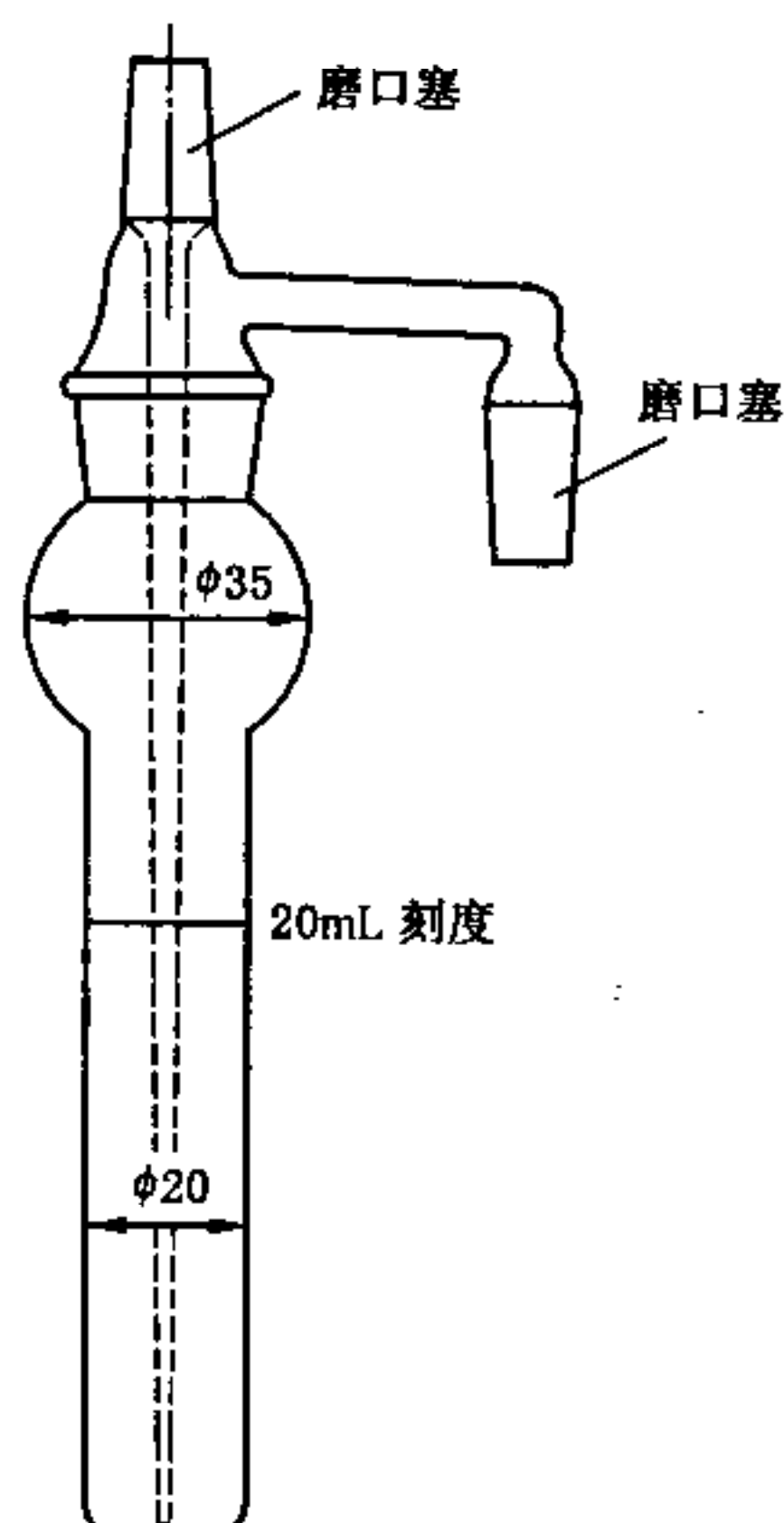
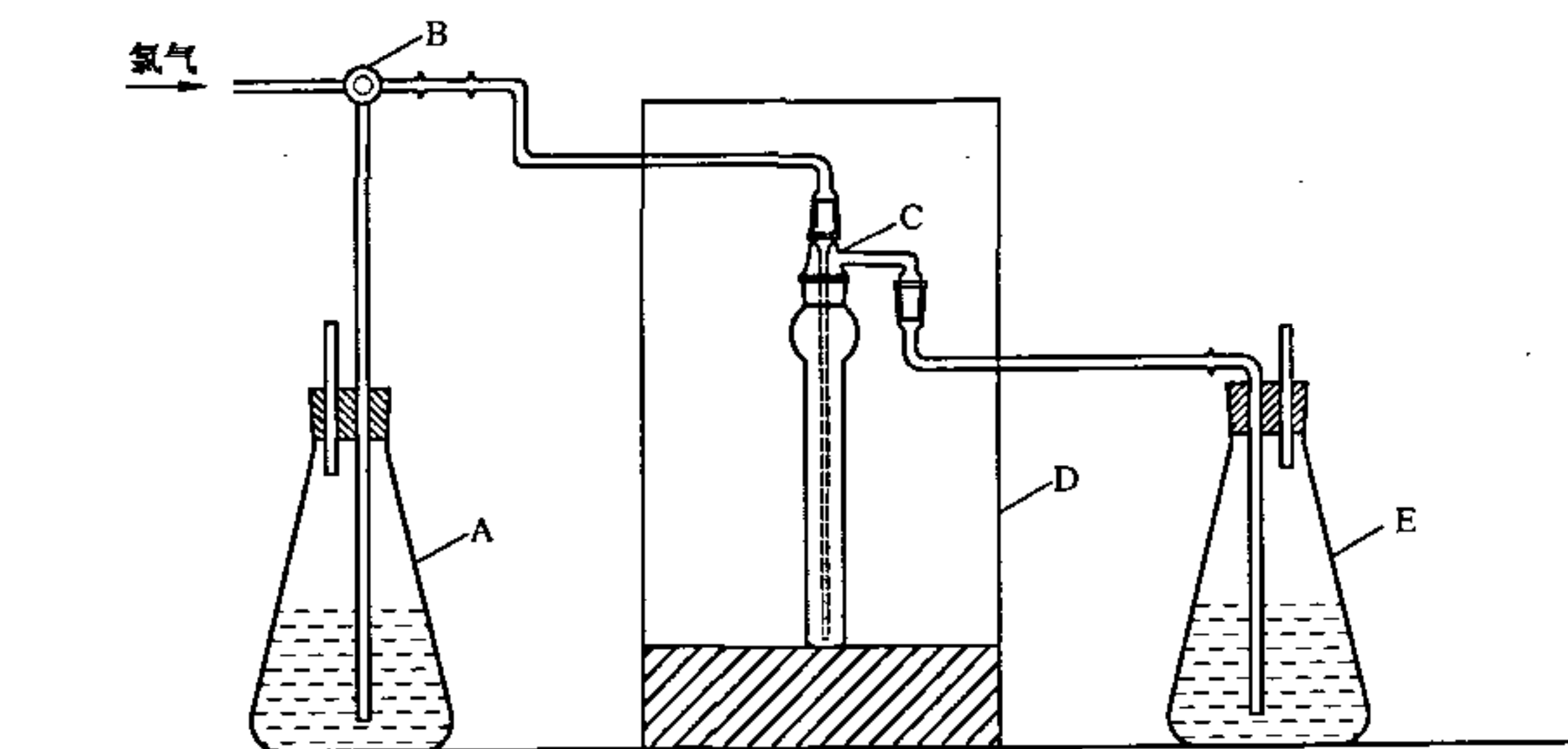
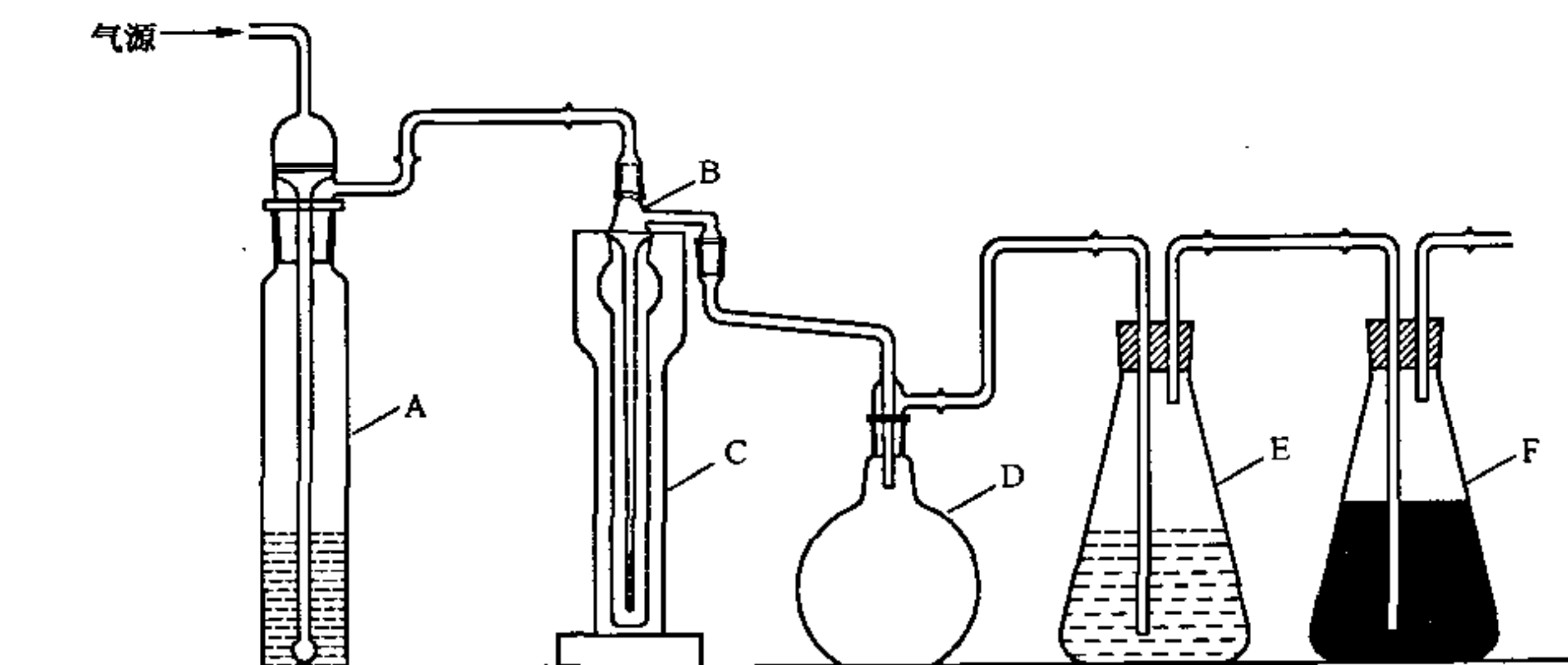


图 3 气体吸收管



- A——不计量氢氧化钠溶液吸收瓶；
- B——三通活塞；
- C——气体吸收管；
- D——暗箱；
- E——计量氢氧化钠溶液吸收瓶。

图 4 三氯化氮采样装置示意图



- A——空气过滤瓶(内盛 1+5 硫酸溶液)；
- B——气体吸收管；
- C——电加热装置；
- D——盐酸收集瓶；
- E——氢氧化钠溶液吸收瓶；
- F——吸收瓶(内盛氧化钙)。

图 5 盐酸分离装置示意图

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 标准曲线绘制

5.3.4.1.1 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(5.3.2.6)置于 6 个 20 mL 具塞比色管(5.3.3.2)中,用水稀释至刻度,分别加入 1 mL 纳氏试剂(5.3.2.7),摇匀。静置 10 min。

5.3.4.1.2 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。

5.3.4.1.3 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。

5.3.4.2 试料

连接好采样装置(见图 4)。用干滤纸擦干净取样器阀门,缓慢打开取样器阀门,将适量的氯气通入

不计量的氢氧化钠溶液吸收瓶中,清洗取样器阀门。之后旋转三通活塞,控制氯气流量约 400 mL/min (每秒约 4~5 个气泡)通入已加入 5 mL 盐酸(5.3.2.1)的气体吸收管(5.3.3.1)中,避光取样 10 min。根据氢氧化钠吸收瓶 E 在采样前后的质量差,计算采样量。

5.3.4.3 分离

将已盛有试料(5.3.4.2)的气体吸收管(5.3.3.1)置于预先加热的盐酸分离装置(见图 5)内,加热,蒸出盐酸(最后体积约 1~2 滴)。

5.3.4.4 测定

5.3.4.4.1 用水冲洗样品分离后的采样气体吸收管(5.3.3.1)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(5.3.2.4),用水稀释至刻度,再加入 1 mL 纳氏试剂(5.3.2.7),摇匀。静置 10 min。

5.3.4.4.2 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。

5.3.4.5 空白试验

不加试料,加 5 mL 盐酸(5.3.2.1),采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂、用量进行空白试验。

5.3.5 结果计算

三氯化氮(NCl_3)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 10^{-6} \times 6.67 \times 1.025}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_3 ——由标准曲线上查得的试料中铵的质量的数值,单位为微克(μg);

m_4 ——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_5 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

6.67——铵与三氯化氮的换算因子;

1.025——吸收系数。

5.4 蒸发残渣含量的测定

5.4.1 原理

在低温条件下,量取一定体积的试料,气化蒸发后,称量蒸发残渣质量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氢氧化钠(工业品)溶液:200 g/L。

5.4.2.2 干燥的空气或氮气:按 5.2.2.3 规定。

5.4.3 仪器、设备

一般的实验室仪器和以下仪器。

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

5.4.3.2 缓冲瓶 B。

5.4.3.3 吸收瓶 C,3 000 mL。

5.4.3.4 冷源 D,控制约 -50°C 。

5.4.3.5 天平,按 5.2.3.6 规定。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 将锥形瓶 A(5.4.3.1)在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥 1 h,冷却,置于干燥器内 30 min,称量(精确到 0.000 1 g)。

5.4.4.2 开通冷源 D(5.4.3.4),使温度达到约 -50°C 。将锥形瓶 A(5.4.3.1)置于 -50°C 的冷源 D(5.4.3.4)中冷却 2 min 左右。缓慢打开取样器出口阀门,使液氯以液态流入锥形瓶 A(5.4.3.1)约 150 mL,关闭取样器出口阀门,之后夹紧锥形瓶 A(5.4.3.1)进口胶管,迅速按图 6 连接好蒸发装置,使

液氯慢慢气化。

5.4.4.3 气化完毕后,将干燥的空气或氮气(5.4.2.2)以约 400 mL/min 流量通入锥形瓶 A(5.4.3.1)约 5 min,关闭冷源 D(5.4.3.4)。用干净的软布仔细擦拭锥形瓶 A(5.4.3.1)外壁,置于干燥器内 10 min,称量(精确到 0.000 1 g)。用天平(5.4.3.5)称量吸收氯气的氢氧化钠吸收瓶 C(5.4.3.3)(精确到 1 g)。

5.4.5 结果计算

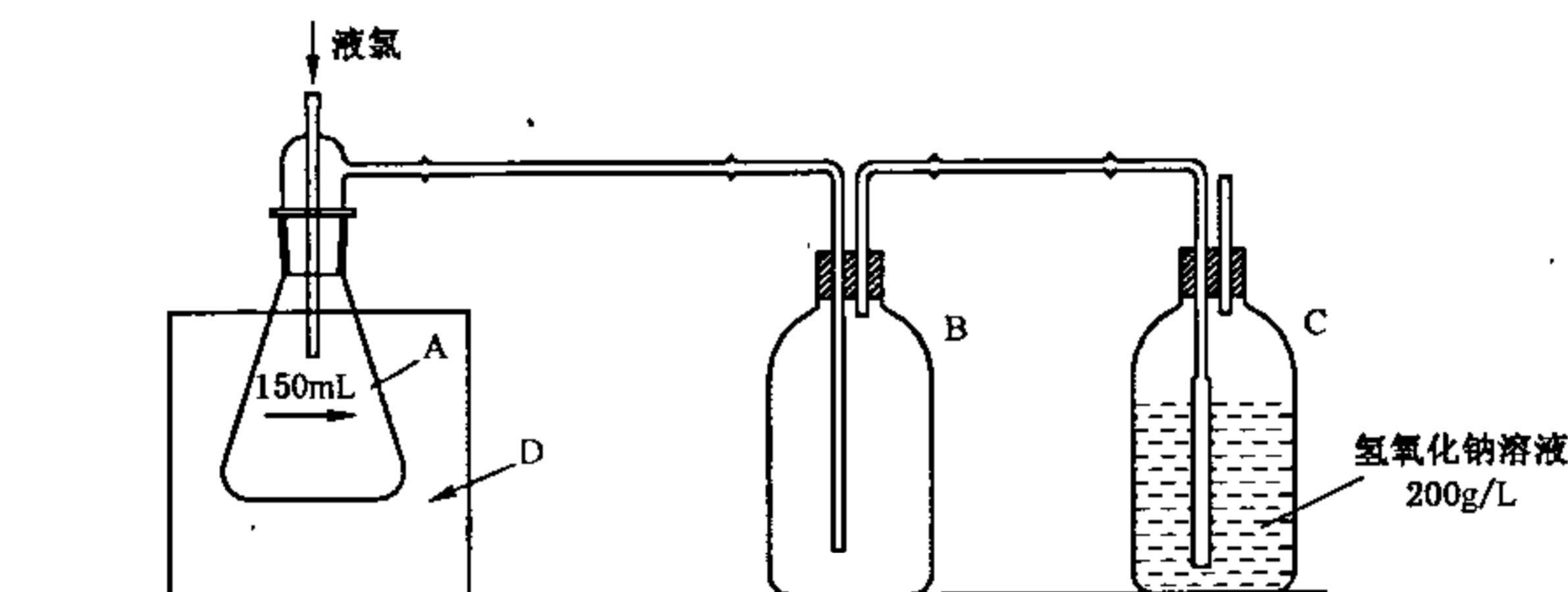
蒸发残渣以残渣的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_6}{m_7} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_6 ——试料中残渣的质量(即锥形瓶 A 前后的质量差)的数值,单位为克(g);

m_7 ——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)。



- A——锥形瓶;
- B——缓冲瓶;
- C——吸收瓶;
- D——冷源。

图 6 取样蒸发装置示意图

6 检验规则

- 6.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 1250 中“全数值比较法”。
- 6.2 本标准规定的检验项目全部为型式检验项目,其中氯含量为型式检验项目中的出厂检验项目,其余为型式检验项目中的抽检项目。如有下述情况:停产后复产、生产工艺有较大改变(如材料、工艺条件等)、合同规定等,应进行型式检验。在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。
- 6.3 出厂的工业用液氯应由生产企业的质量监督检验部门进行检验,并附有质量证明书,内容包括:生产企业名称、产品名称、质量指标、等级、批号或生产日期、执行标准号。未满足本标准要求的工业用液氯不得声明符合本标准。
- 6.4 用户有权按本标准规定对收到的工业用液氯进行验收检验,验证其质量是否符合本标准要求。
- 6.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求,应重新加倍在包装单元中采取有代表性样品对不合格项进行复检。复检结果中仍有一个结果不符合本标准要求,则该批产品为不合格品。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

出厂的工业用液氯槽车或钢瓶上应有明显牢固的标志,内容包括:企业名称、地址、产品名称、商标、执行标准号、空瓶质量及包装量、槽车号或钢瓶号、生产许可证编号及 GB 190 中规定的“有毒品”标志。

7.2 包装

工业用液氯用槽车或钢瓶包装。工业用液氯包装系数：钢瓶不得大于 1.25 kg/L，槽车不得大于 1.20 kg/L。

7.3 运输和贮存

按 GB 11984 中规定执行。

8 安全

氯气属于Ⅱ级(高度危害)物质,即使有经验的工作人员也不得单独工作,应有人监护。
