

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2662—95

工业 1,2-二 氯 乙 烷

1995-03-06 发布

1996-06-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2662—95

代替 HG/T 2—1438—81

工业 1,2-二氯二 烷

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业 1,2-二氯乙烷的技术要求，试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

分子式： $C_2H_4Cl_2$

相对分子质量：98.96（按 1991 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

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 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2366 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen——铂-钴色号）

GB/T 3723 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 4472 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 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

3.1 外观：透明液体，无悬浮物。

3.2 工业 1,2-二氯乙烷质量应符合下表要求：

项 目	指 标	
	一等品	合格品
含量，% $\geq$	99.5	98.0
密度（ ρ_{20} ），g/cm ³	1.253~1.256	1.250~1.257
水分，% $\leq$	0.08	
色度，Hazen 单位（铂-钴色号） $\leq$	10	20
酸度（以 HCl 计），% $\leq$	0.004	0.005

中华人民共和国化学工业部 1995-03-06 批准

1996-06-01 实施

4 试验方法

本标准所用的试剂和水，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 规定制备。仪器为一般实验室仪器。

4.1 含量的测定

4.1.1 方法提要

采用气相色谱法，以内标法测定 1,2-二氯乙烷中存在的杂质含量，然后由 100 减去所有杂质的总量和水分，便可得到 1,2-二氯乙烷的含量，以质量百分数表示。

4.1.2 试剂和材料

- a. 内标物：苯、十二烷，纯度应大于 99.0%；
- b. 杂质标准样：纯度大于 99.0%；
- c. 氮气：纯度大 99.99%；
- d. 氢气：纯度大于 99.99%；
- e. 空气：经硅胶，分子筛充分干燥和净化；
- f. 二氯乙烷。

4.1.3 仪器和设备

4.1.3.1 气相色谱仪应配置氢火焰离子化检测器，在进样量不超过色谱柱允许负荷量的条件下，对最后流出的含量为 10 mg/kg 的被测杂质，其峰高至少应大于仪器噪声的 5 倍。

4.1.3.2 记录系统：满量程等于或小于 2 mV 的记录仪或合适的各类色谱数据处理机。

4.1.3.3 微量注射器：10 μ L，50 μ L；

4.1.3.4 色谱柱

- a. 柱 1：内径 3 mm，长 3 m 的不锈钢管；柱 2：内径 3 mm，长 1 m 的不锈钢管；
- b. 固定液：聚乙二醇 1500；
- c. 载体：酸洗硅烷化铬姆沙伯 0.18~0.25 mm (60~80 目)；
- d. 填充物配比：
柱 1 载体：固定液=100：12；
柱 2 载体：固定液=100：3。

4.1.3.5 固定相的制备及柱的老化

a. 固定相的制备

按柱 1、柱 2 填充物配比，精确称取所需固定液于 400 mL 烧杯中，加入相当于载体体积 1.2 倍的三氯甲烷不断搅拌，使其溶解，然后将载体徐徐倾入，轻轻搅拌，使其均匀浸润，在 40℃ 红外线烘箱内间歇搅拌，将其转移入蒸发皿中，使溶剂慢慢挥发至干，最后在 60~70℃ 下烘干，冷却后过筛填柱。填充量 1 米柱约 2 g，3 米柱约 6 g。

b. 柱的老化

将已填充好的色谱柱安装于色谱仪上，应暂时断开检测器一端，通氮气在 140~150℃ 下老化 6~8 h。

c. 柱性能

(1) 二氯乙烷中杂质出峰顺序及典型色谱图，见附录 A（参考件）。

(2) 分离度：难分离物质对的分离度 $R>1$ 。

4.1.4 校正因子的测定

用已知纯物质配成与样品杂质组成相近的混合物进行试验，然后根据配制的试样中各组分求取在

标准规定条件下的相对质量校正因子，见附录 B（参考件）。

4.1.5 分析步骤

a. 调整仪器，按下列参考条件调整仪器。

汽化室温度：150℃；

检测室温度：140℃；

柱箱温度：80℃；

氮气流速：20 mL/min；

氢气流速：45 mL/min；

空气流速：350 mL/min；

进样量：0.4 μL。

b. 定量方法：内标法。

c. 定量测定：称取 5~6 g 试样，根据产品中杂质的质量百分数，用微量注射器吸取苯（低沸内标物）2 μL 和十二烷（高沸内标物）10 μL，将制得的混合物混合并摇匀，按规定条件进行分析，分别测定内标物及各杂质组份的峰面积进行计算。

4.1.6 计算与结果表示

各杂质的质量百分含量（ X_i ）按式（1）计算

$$X_i = \frac{m_s \cdot f_i \cdot A_i}{A_s \cdot m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中： m_s ——内标物质量，g；

A_i ——待测组分的峰面积，mm²；

A_s ——内标物峰面积，mm²；

f_i ——杂质组份相对于内标的质量校正因子；

m ——样品质量，g。

二氯乙烷质量百分含量 X_1 按式（2）计算

$$X_1 = 100 - \sum X_i - \text{水分} \quad \text{..... (2)}$$

式中： $\sum X_i$ ——色谱杂质含量的总和。

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大于 0.06%。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472 中 2.3.3 密度计法的规定进行。

两次平行测定结果之差不大于 0.000 5 g/cm³。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 规定进行。

4.4 水分的测定

按 GB/T 2366 规定进行，试验条件见附录 C（参考件）。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

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

4.5.1.2 酚酞指示液：10 g/L。

4.5.2 分析步骤

用移液管吸取试样 100 mL，注入分液漏斗中，加入 25 mL 蒸馏水，振荡 1 min，静止分层后，将二氯乙烷与水相分开，以相同步骤将分离出的二氯乙烷再用水洗涤 2 次，将 3 次水洗涤液收集在同

一个三角瓶中，加酚酞指示液 1~2 滴，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色为终点。

4.5.3 计算与结果表示

酸度百分含量 (X_2) 按式 (3) 计算：

$$X_2 = \frac{c \cdot V \times 0.0365}{100\rho_{20}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，0.01 mol/L；

ρ_{20} ——试样的密度，g/cm³；

0.0365——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质量，g。

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大于 0.0001%。

5 检验规则

5.1 1,2-二氯乙烷由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证出厂产品的各项技术指标符合本产品标准的要求，并附有一定格式的质量证明书，证明书内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、产品等级和标准编号。

5.2 出厂时，以同一等级任意数量为一批，采样方法按 GB/T 6680 中常温下为流动态的液体中的相应内容进行。样品数和样品量按 GB/T 6678 中的 6.6 条进行。采样者还应熟悉和遵守 GB/T 3723 有关采样的安全要求。

所采样品总量不得少于 500 g，将选取的试样混匀，等量装入两个清洁、干燥带磨口塞的瓶中，贴上标签，一瓶供检验，另一瓶密封保存备查，保存期为 2 个月。

5.3 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法判定，检验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，及时提出并应由双方协商解决或请仲裁单位进行仲裁。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 每件包装上应涂刷明显牢固的生产厂名称、厂址、产品名称、商标、产品等级、产品批号、生产日期、本标准编号和产品净重的标志，应有按 GB 190 规定的“易燃液体”和“有毒品”的标志。

6.2 产品应用干燥清洁的铁桶（每桶净重 250 kg）或槽车包装。

6.3 运输过程中应小心轻放，避免与硬物质相碰破损，避免日晒、雨淋。

6.4 产品贮存于干燥、通风，温度保持在 35℃ 以下，防火、防爆的仓库内。自出厂之日起贮存期为 2 个月。

附 录 A
主含量低沸、高沸物典型色谱图
(参考件)



图 A1 典型色谱图 (3 米柱低沸)

1—氯乙烷；2—偏二氯乙烯；3—反式 1,2-二氯乙烯；4—四氯化碳；5—二氯甲烷；
6—苯；7—三氯乙烯；8—三氯甲烷；9—1,2-二氯乙烷

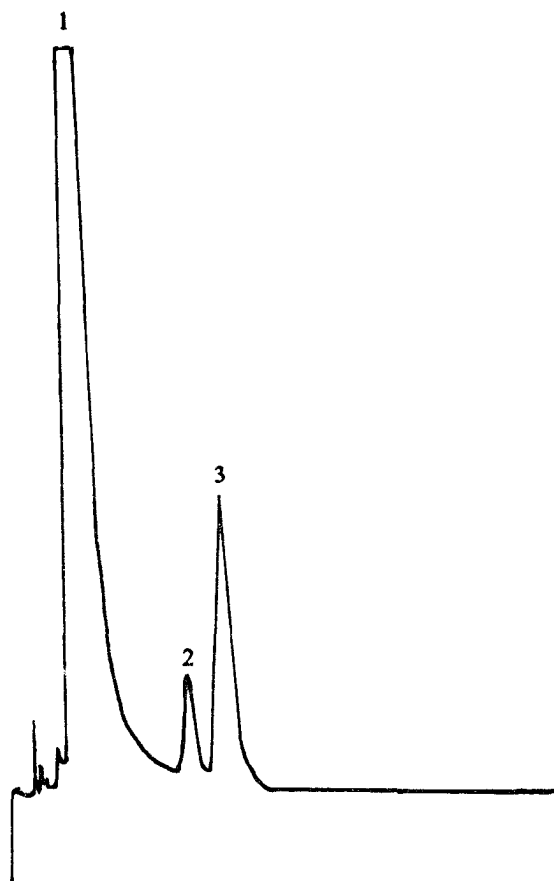


图 A2 典型色谱图 (1 米柱高沸)
1—1,2-二氯乙烷; 2—三氯乙烷; 3—正十二烷

附 录 B

低沸、高沸杂质对内标物的相对质量校正因子
(参考件)

杂 质	相对质量校正因子
四氯化碳	14.93
二氯甲烷	8.49
三氯乙烯	4.85
三氯甲烷	10.66
二氯丙烷	3.21
苯	1.0
三氯乙烷	3.6

续表

杂 质	相对质量校正因子
十二烷	1.0
氯乙烷	
偏二氯乙烯	
反式 1,2-二氯乙烯	

氯乙烷、偏二氯乙烯、反式 1,2-二氯乙烯因无标样，相对质量校正因子以 1 计算。

附 录 C

1,2-二氯乙烷水分的测定色谱操作参考条件和典型色谱图 (参考件)

C1 色谱操作参考条件

- a. 色谱柱：长 3 m，内径 3 mm
- b. 填充物：上试 407 有机担体粒度 0.180~0.250 mm (60~80 目)
- c. 柱温度：130℃；
- d. 检测室温度：150℃；
- e. 汽化室温度：160℃；
- f. 载气 (H₂) 流量：25 mL/min；
- g. 检测器：热导检测器；
- i. 进样量：8 μL。

C2 典型色谱图

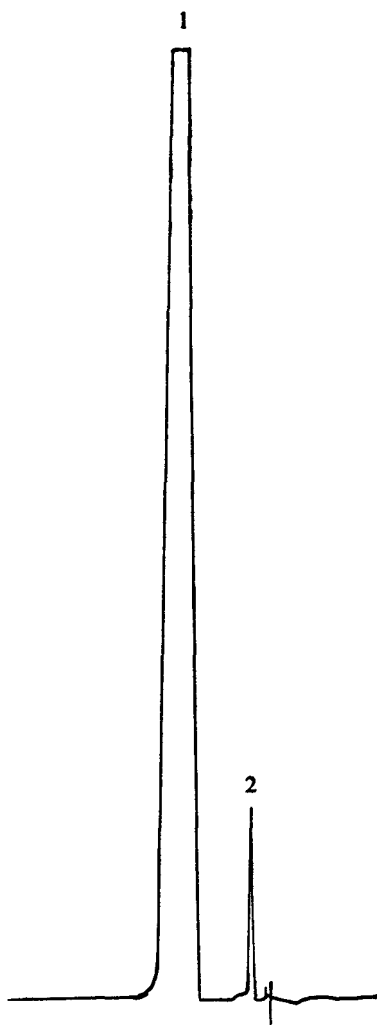


图 C1 典型色谱图
1—1,2-二氯乙烷；2—水

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院技术归口。

本标准由江苏常州石油化工厂负责起草。

本标准主要起草人单炳武、高顺娣。

本标准等效采用 **ГОСТ 1942—86**。

自本标准实施之日起，原中华人民共和国部颁标准 **HG 2—1438—81**《工业 1,2-二氯乙烷》作废。