

## 前 言

本标准是等效采用日本工业标准 JIS K1102—59(88 年重新确认)《液氯》，而氯含量的指标均超过了 JIS K1102—59(88)，试验方法分别等效采用 JIS K1102—59(88)的氯含量分析方法和等效采用国际标准 ISO 2121:72 水分含量分析方法，本标准与日本标准和国际标准对照见下表：

本标准中的章、条号	相应的国际标准 或国外标准编号	题目	试验方法	与国际标准或 日本标准的关系
5.2	JIS K1102—59(88)	氯含量的测定	容量法	等效
5.3	ISO 2121—72	水分的测定	重量法	等效

本标准是对 GB/T 5138~5139—85《工业用液氯》的修订，修订后删去了 GB/T 5139.3—85《工业用液氯 电量法测定水分含量》。根据新形势的要求，对原标准做了修改，与原标准不同有以下几个方面：

1. 原标准为一个等级，本标准分为三个等级。
2. 原标准规定氯含量和水分都为出厂检验项目，而新标准规定所有项目为型式检验项目，其中氯含量为出厂检验项目。
3. 增加了两个提示的附录，即“三氯化氮含量的测定”和“液氯中残渣含量的测定”，以便企业和用户需要时参考。

本标准自生效之日起，代替 GB 5138—85、GB 5139.1—85、GB 5139.2—85、GB 5139.3—85。

本标准的附录 A、附录 B 都是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部锦西化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部锦西化工研究院和浙江巨化集团公司电化厂共同负责起草，有关单位参加起草。

本标准主要起草人：王峰涛、马战国、杨国义、高德良、田有利、李富荣、王德怀。

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5138—1996

## 工业用液氯

代替 GB/T 5138~5139—85

Liquid chlorine for industrial use

### 1 范围

本标准规定了工业用液氯的技术要求、试验方法、标志、标签、包装、运输、贮存及安全要求。

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。

分子式:Cl<sub>2</sub>

相对分子质量:70.91(按 1991 年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB 11984—89 氯气安全规程

### 3 要求

工业用液氯应符合表 1 要求。

表 1 工业用液氯的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯含量,%(V/V)      ≥	99.8	99.6	99.6
水分含量,%(m/m)    ≤	0.015	0.030	0.040

### 4 采样

4.1 每天生产数量为一批,每批至少抽取一个钢瓶取样分析。

4.2 本标准推荐使用小钢瓶采样,也允许在大钢瓶和管道上直接采样。无论是从钢瓶取样还是从管道取样,都应保证取出有代表性的液氯样品。

4.3 当用小钢瓶时,每次取样测定后,应把小钢瓶内余氯放净,并用干燥氮气以 1 000 mL/min 的流量吹洗小钢瓶,至瓶内无氯气(用氨水检验),小钢瓶密封保存;如果间断使用,每次用完都要清洗。清洗时,先用水冲净,再用无水酒精+丙酮(1:1)冲洗几次,烘干后装配,在干燥条件下保存备用。

国家技术监督局 1996-12-02 批准

1997-05-01 实施

## 5 试验方法

### 5.1 共同事项

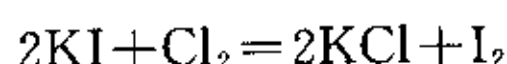
本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。采用 GB/T 1250 规定的全数值比较法判定检验结果是否符合标准。

本标准规定的检验项目,全部为型式检验项目,其中氯含量为出厂检验项目,应逐批检验。在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。若有任意一项不合格时,应加倍取样,若仍有任意一项不合格时,则该批液氯按不合格品处理。

### 5.2 氯含量的测定

#### 5.2.1 方法提要

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,计算汽化样品中氯气的体积百分比,化学反应式:



#### 5.2.2 试剂

5.2.2.1 碘化钾溶液:化学纯,浓度为 100 g/L。

5.2.2.2 氢氧化钠溶液:工业品,浓度为 200 g/L。

5.2.2.3 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

5.2.3.1 气体量管 A:容量 100 mL,上部具有 0.05 mL 分度。

5.2.3.2 水准瓶 F:容量 250 mL,内盛碘化钾溶液(5.2.2.1)。

5.2.3.3 吸收瓶 H:容量 500 mL,内盛 300 mL 的氢氧化钠溶液(5.2.2.2),用以吸收氯气。

#### 5.2.4 分析步骤

将所使用的仪器装置如图 1 联接。旋转气体量管 C 阀,使气体量管 A 与大气相通。旋转气体量管 B 阀,使气体量管 A 与水准瓶 F 相通,调整水准瓶 F 的位置,使吸收剂液面与 A 管下端“0”处相平。同时连通 G 和吸收瓶 H,旋转 B 阀使气体量管与氯气源相通。缓慢打开钢瓶阀门,使氯气通入气体量管 2~3 min,以保证把气体量管里的空气赶走。关闭钢瓶阀门,紧接着关闭 C 和 B 阀,拆下吸收瓶 H 及通氯气的连接管。放置片刻,使 A 管内的氯气温度和外界达到平衡。迅速旋转 C 阀一周,将水准瓶 F 逐渐升高,旋转 B 阀使吸收剂流入气体量管 A 中少许,关闭 B 阀,使氯气被溶液吸收。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 10~15 min。使气体量管 A 和水准瓶 F 的液面相平,读出 A 中残余的气体体积。

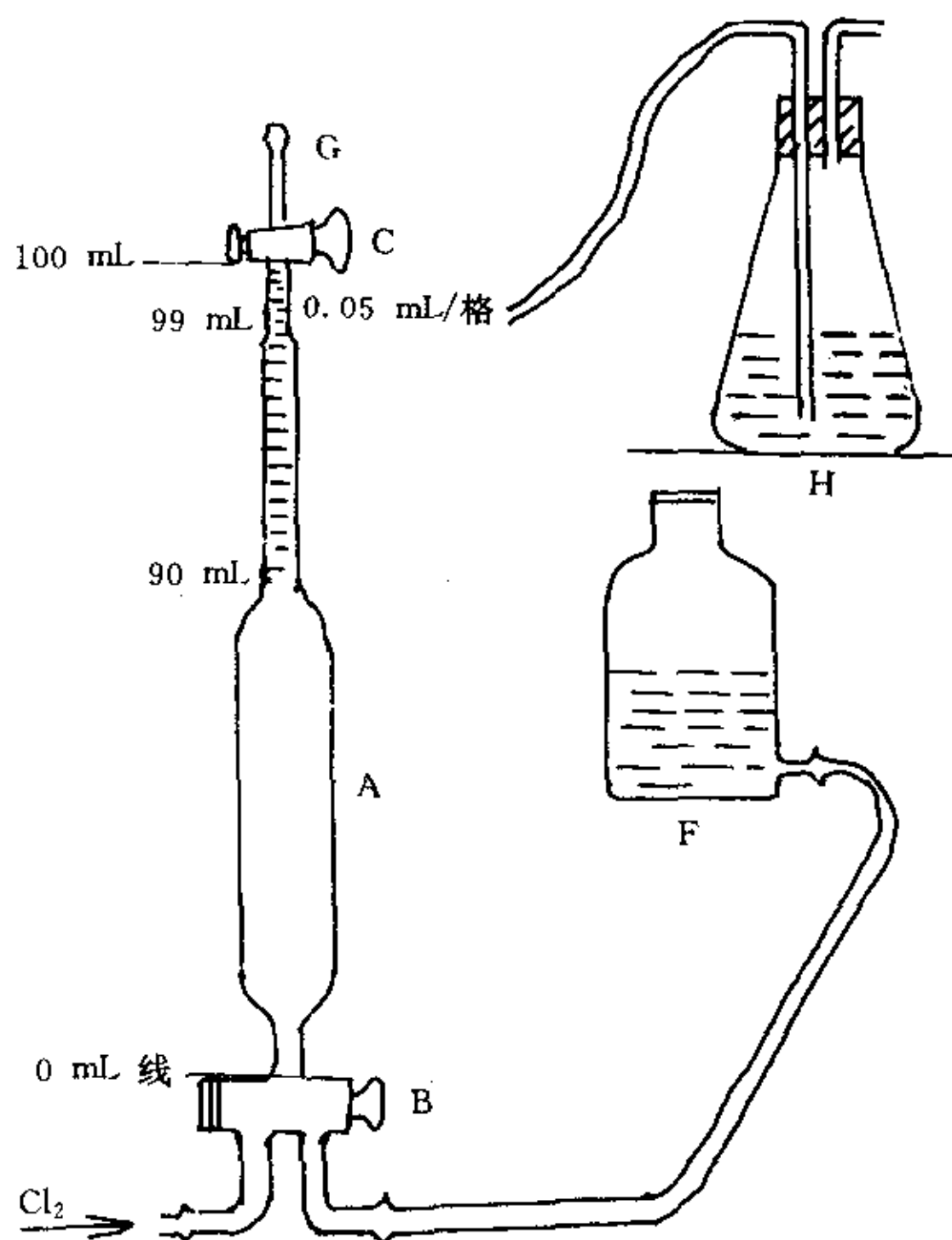


图 1 氯含量测定装置图

5.2.5 分析结果的表述

以体积百分数表示的氯含量  $X_1(V/V)$  按式(1)计算:

$$X_1 = (V - V_0) / V \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V$ ——试样体积,即气体量管的体积,mL;

$V_0$ ——气体量管内残余气体体积,mL。

5.2.6 允许差

以平行测定的两次结果的算术平均值为样品的氯含量,对同一液氯样品,两次测定结果之差的绝对值不大于 0.05%。

5.3 水分的测定

5.3.1 方法提要

汽化的样品,通过已称量的五氧化二磷吸收管,吸收其中水分,用已称重的氢氧化钠溶液吸收氯气。分别称量吸收管和吸收瓶,根据它们与各自测定前的质量差,计算样品的水分含量。化学反应式:



5.3.2 试剂

5.3.2.1 五氧化二磷。

5.3.2.2 干燥的空气或氮气。干燥气体获得的便利方法是使气体通过含有干燥剂五氧化二磷的吸收管或干燥塔。

5.3.2.3 氢氧化钠溶液:工业品,浓度为 200 g/L。

5.3.2.4 耐氯胶管。

5.3.2.5 耐氯润滑脂(同 5.2.2.3)。

5.3.2.6 玻璃棉或玻璃毛:在 110°C 干燥 1 h 后使用。

5.3.2.7 干燥的脱脂棉。

5.3.3 仪器

- 5.3.3.1 吸收瓶 A:内盛 1 600 mL 氢氧化钠溶液(5.3.2.3)。
- 5.3.3.2 流量计 B:流量范围 500 mL/min,用内装四氯化碳的毛细管流量计或耐氯的转子流量计。
- 5.3.3.3 过滤管 C:内装干燥过的玻璃棉(5.3.2.6)。
- 5.3.3.4 吸收管 T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub>:带支具塞的磨口 U 型干燥管两支,内部以玻璃棉和五氧化二磷分段装填,并在每支管的两端盖上玻璃棉。为了保证密封,可在两端磨口涂少量耐氯润滑脂,擦拭干净称重,每支管不得超过 100 g。称重后每支管标明通气方向和前后顺序,保存在干燥器中。
- 5.3.3.5 液氯取样小钢瓶。
- 5.3.3.6 天平:感量 1 g,载荷 5 000 g。
- 5.3.3.7 安全瓶 G。
- 5.3.3.8 带加热的电风筒。
- 5.3.4 分析步骤
- 5.3.4.1 从干燥器中取出吸收管 T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub>,用不起毛的软布擦拭干净,用分析天平称准至 0.000 2 g。用天平称量装有 1 600 mL 氢氧化钠溶液(5.3.2.3)的吸收瓶,称准至 1 g。为了减少钢瓶嘴水分的影响,用大约 500 mL/min 的流量把氯气通入不计量的碱瓶 5 min,再依次用脱脂棉和干滤纸擦拭钢瓶阀嘴,然后迅速按图 2 连接好仪器。为了保证测试用氯气来自液相,必要时可把小钢瓶倒置。连接小钢瓶和吸收管之间的胶管必须尽量短且干燥、干净,不用时保存在干燥器中。
- 5.3.4.2 如果是新装的吸收管,需要进行预处理。如果没有预处理,第一个结果将超出正确值。为了使试剂中的杂质与氯作用,先在流量约为 400 mL/min 的氯气中通 2 h,然后用干燥气体以约 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 30 min,称重。
- 5.3.4.3 小心地缓慢打开钢瓶阀门,使氯气以约 400 mL/min(也可根据氯气气泡,控制 4~5 个气泡/秒,相当于 400 mL/min)的流量通过吸收管 T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub> 后进入吸收瓶 A,连续通气 2~2.5 h,取样量不得少于 200 g。
- 5.3.4.4 取样后,关闭钢瓶阀门,用电风筒加热的干燥气体以约 400 mL/min 的流量吹洗吸收管约 5 min,拆下吸收管 T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub>,密封吸收管两端,反复用软布擦拭后,放入干燥器 30 min。用分析天平称重,同时拆下吸收瓶 A 用天平称重

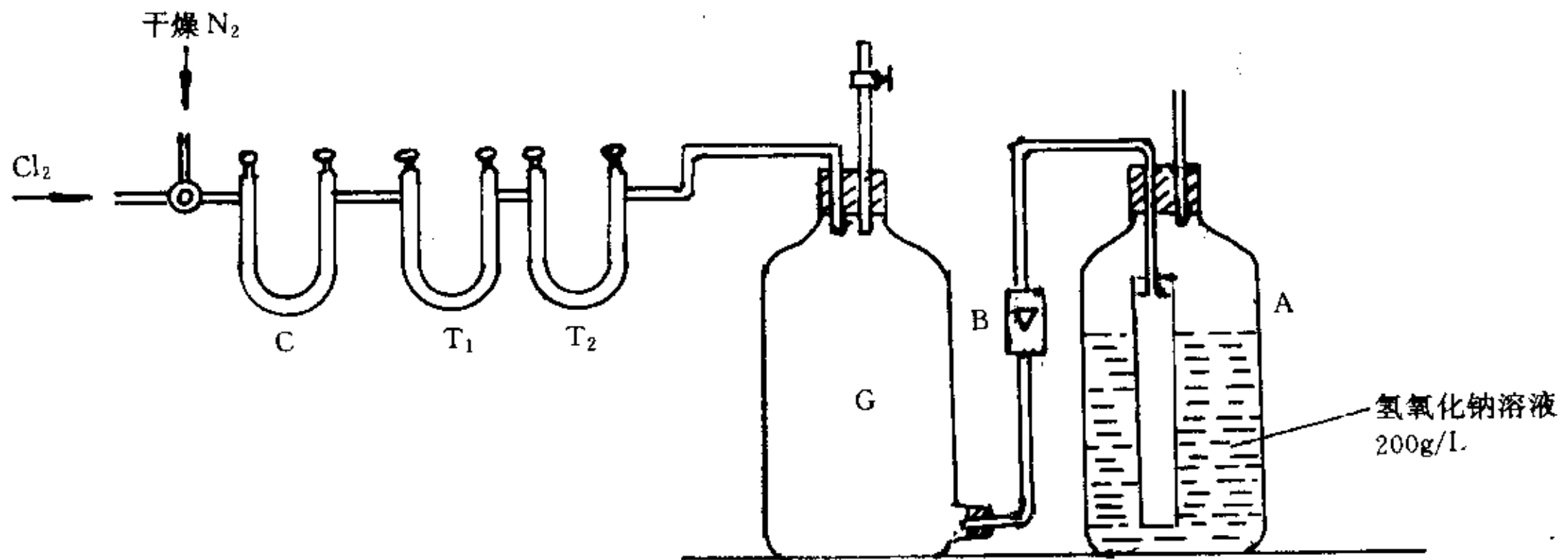


图 2 水分测定装置图

5.3.4.5 如果吸收管 T<sub>1</sub> 明显增重,应按(5.3.3.4)重新装填吸收管 T<sub>1</sub>,并经预处理后使用。当玻璃棉在过滤管 C 内有明显的机械杂质存在或颜色变黄时,必须更换。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的液氯中水分含量 X<sub>2</sub> 按式(2)计算:

$$X_2 = m_1/m_0 \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m<sub>1</sub>——水的质量(即吸收管 T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub> 通氯气前后质量差之和),g;

$m_0$ —一样品质量(即吸收瓶 A 通氯气前后质量差),g。

## 6 标志、标签、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

液氯包装标志,除按《气瓶安全监察规程》第二章第 11、12 条规定的执行外,槽车及钢瓶应有明显的“液氯”、“有毒”字样并注明车号或瓶号,厂名或厂址,皮重及允许包装的净重。

### 6.2 标签

每批出厂的液氯,都应附有一定格式的质量标签,内容包括:生产厂名称、商标、产品名称及厂址、净重、等级、标准编号、生产日期、批号、净重等。

### 6.3 包装

液氯用槽车和钢瓶包装。液氯包装量:钢瓶不得大于 1.25 kg/L,槽车不得大于 1.20 kg/L。

6.4 液氯的运输、贮存等,按 GB 11984 执行。

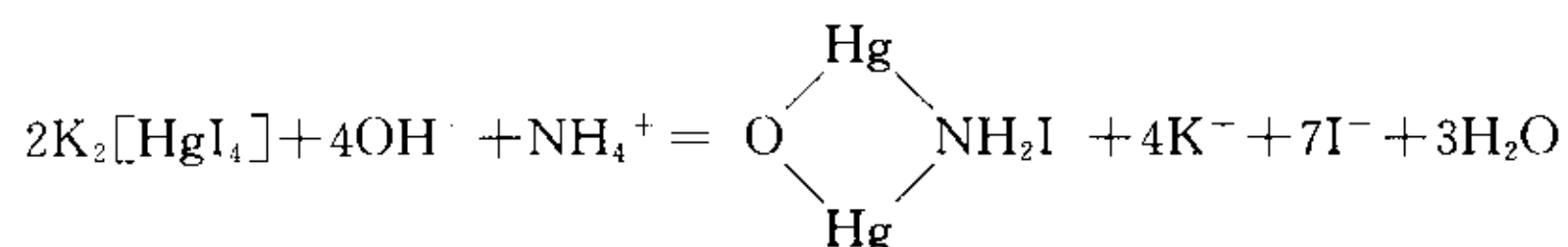
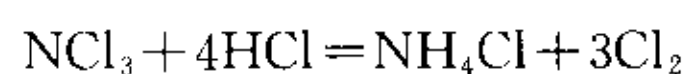
## 7 安全要求

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,必须有人监护。在化验室进行分析时,应在通风良好的通风橱内放置试验设备。

附 录 A  
(提示的附录)  
三氯化氮含量的测定

## A1 原理

液氯气化并通入浓盐酸溶液,三氯化氮转变为氯化铵,然后与纳氏试剂显色反应,用分光光度计测定吸光度,计算出三氯化氮的含量,化学反应式:



## A2 试剂

本方法全部采用去离子水。

A2.1 盐酸:分析纯,36%(*m/m*)。

A2.2 铵标准溶液:称取 0.297 g 于 105~110℃干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,1 mL 该溶液相当于 100 μg 铵。

A2.3 氢氧化钠溶液:工业品,200 g/L。

A2.4 纳氏试剂:按 GB/T 603 配制。

A2.5 酒石酸钾钠溶液:300 g/L,用分析纯试剂配制,经加热除氨处理。

## A3 仪器

A3.1 气体吸收管,见图 A1。

A3.2 20 mL 具塞比色管(特规)。

A3.3 分光光度计。

A3.4 全封闭盐酸分离装置,见图 A2。

A3.5 三氯化氮采样装置,见图 A3。

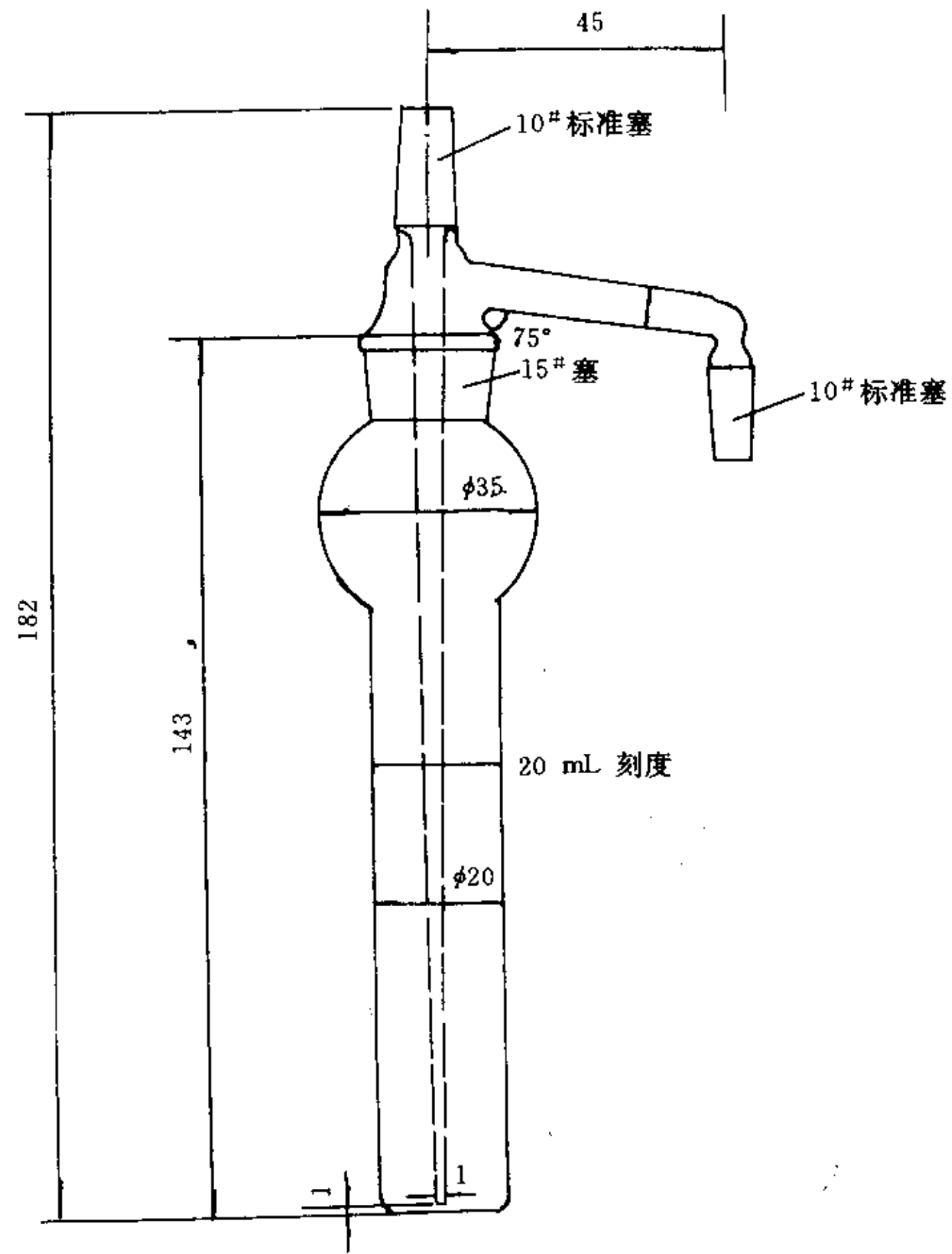
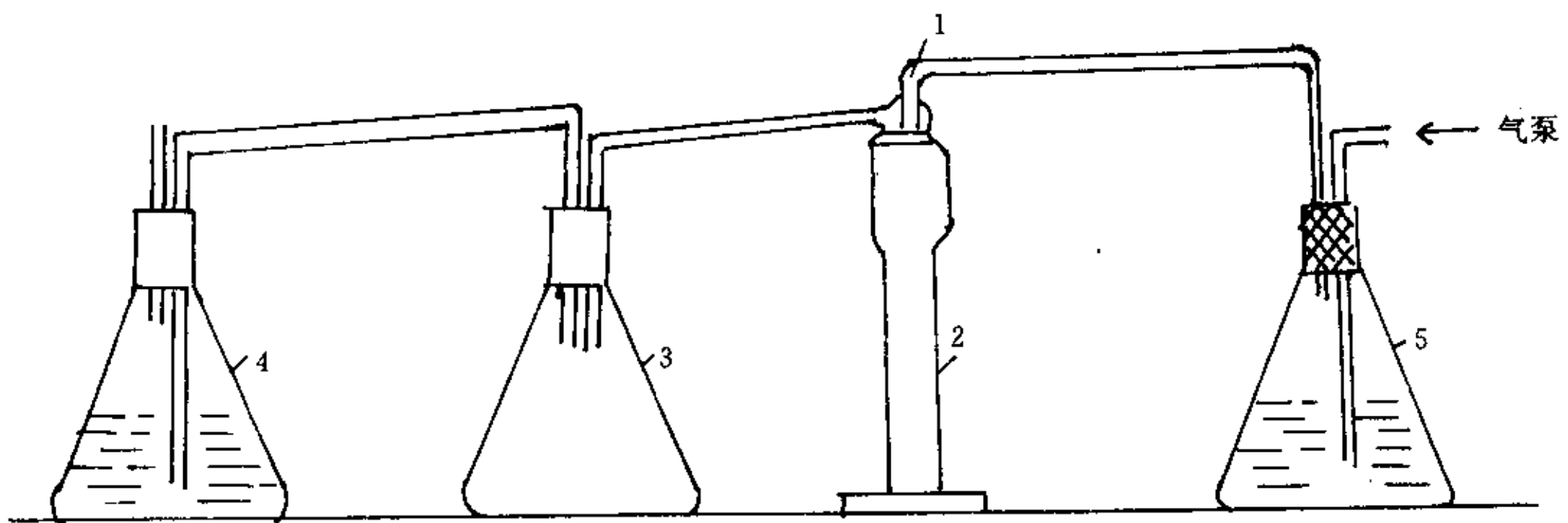
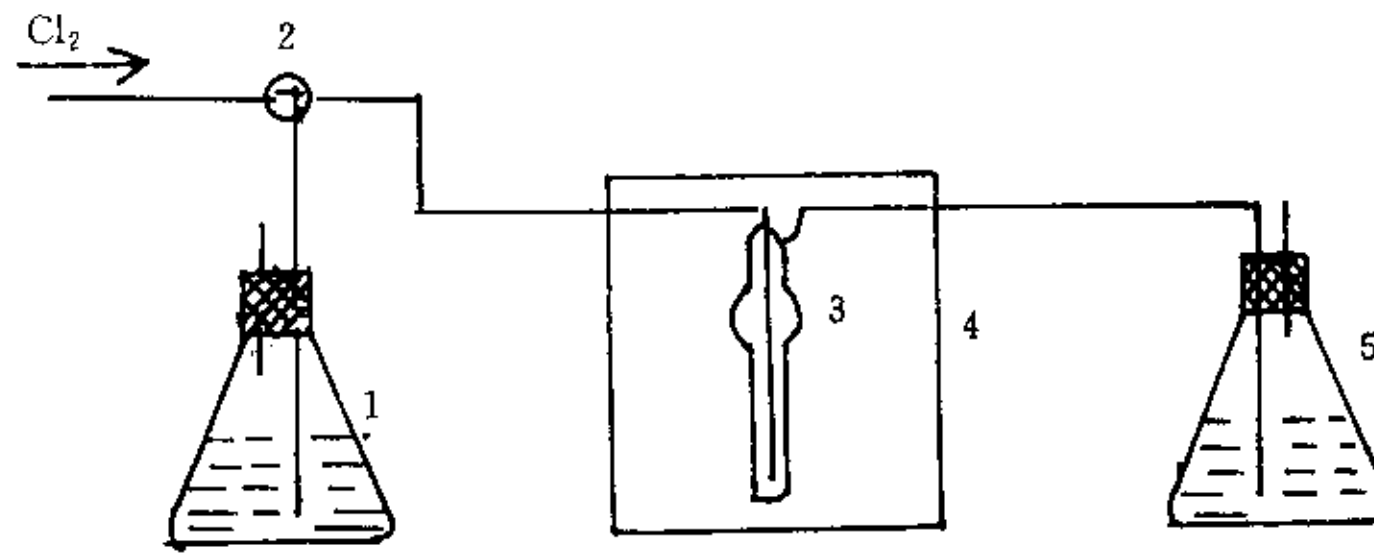


图 A1 气体吸收管



1—气体吸收管；2—电加热分离装置；3—盐酸收集瓶；  
4—碱液瓶；5—空气过滤瓶(内盛 98% 硫酸)  
图 A2 全封闭盐酸分离装置(示意图)





1—不计量碱液瓶；2—三通活塞；3—气体吸收管；  
4—暗箱；5—计量碱液瓶

图 A3 三氯化氮采样装置(示意图)

**A4 试验程序**

**A4.1 标准曲线的绘制**

吸取铵标准溶液(A2.2)0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 加入到 20 mL 具塞比色管中,分别加入 1 mL 纳氏试剂,稀释至刻度,混匀。10 min 后在 420 nm 波长下用 2 cm 吸收池,去离子水调零测定吸光度。以铵含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

**A4.2 采样**

采样装置见图 A3,用滤纸擦干净取样阀门,小心开启阀门,将适量氯气通入不计量的碱瓶吸收氯气以清洗阀门。安装好取样装置,控制氯流量 4~5 个气泡/秒,取样约 10 min,根据碱吸收瓶在采样前后的重量差,计算采样量。

**A4.3 样品分离**

将采完样的气体吸收管放入全封闭盐酸分离装置内蒸出盐酸。

**A4.4 测定**

用去离子水冲洗吸收管的进气管内壁及浸入盐酸吸收液部位外壁,加入 1 滴 50% 酒石酸钾钠溶液,加入 1 mL 纳氏试剂,稀释至刻度,混匀。10 min 后在分光光度计 420 nm 波长下用 2 cm 吸收池测定吸光度,同时做盐酸空白,从标准曲线上查得样品铵含量,扣去空白后,按公式(A1)计算出样品中三氯化氮百分含量  $X_A(m/m)$  :

$$X_A = (G_1 \times 6.67 \times 1.025) / G_2 \times 100 \dots\dots\dots(A1)$$

式中:  $G_1$ ——扣去空白后的样品含铵量, g;

$G_2$ ——样品重量, g;

6.67——铵与三氯化氮的换算因子;

1.025——吸收系数。

**附录 B**

(提示的附录)

**液氯残渣含量的测定**

**B1 原理**

在低温条件下,取 150 mL 左右的液氯,气化蒸发后,称量残渣重量。

**B2 试剂**

- B2.1 粉状干冰。
- B2.2 无水酒精：分析纯。
- B2.3 氢氧化钠溶液：工业品，200 g/L。

**B3 仪器**

- B3.1 带磨口塞和通氯支管的 250 mL 锥形瓶，刻有 150 mL 体积刻度。
- B3.2 800 mL 烧杯。
- B3.3 3 000 mL 碱吸收瓶。
- B3.4 小表面皿：在试样蒸发前后，分析称重期间盖住锥形瓶以防止残渣损失和吸收大气中水分。

**B4 试验程序**

试验前将 250 mL 锥形瓶和小表面皿放入 105~110℃ 的烘箱中干燥 1 h，再放在干燥器中冷却 30 min，然后称重，同时称碱瓶的重量。按图 B1 安装好仪器，在锥形瓶周围放置粉状干冰，加大约 100 mL 无水酒精，使锥形瓶冷却 2 min 左右（-50℃），慢慢打开钢瓶阀门，使氯气以液态流入锥形瓶约 150 mL，关闭气源，在外界环境下自然气化，用碱瓶吸收气化的氯气。气化完毕后，将流量约为 250 mL/min 的干燥氮气通入锥形瓶约 5 min，用干净的软布仔细擦拭小表面皿和锥形瓶外壁，放入干燥器中 10 min，然后称重，同时称重吸收氯气的碱瓶重量。

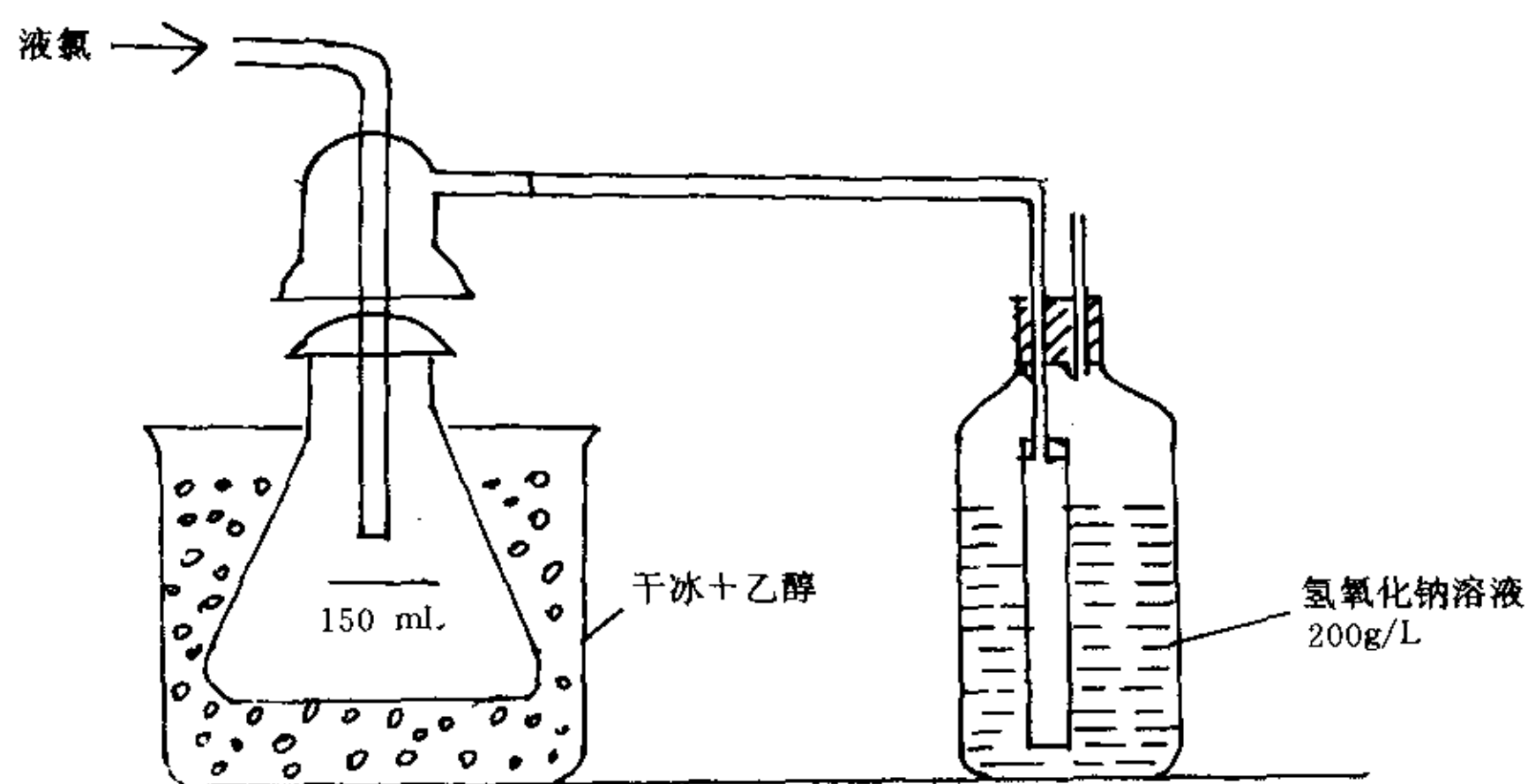


图 B1 残渣测定装置图

**B5 分析结果的表述**

以质量百分数表示的液氯中残渣含量( $X_B$ )按式(B1)计算：

$$X_B = M_1/M_2 \times 100 \quad \dots\dots\dots(B1)$$

式中： $M_1$ ——液氯中残渣的质量(即锥形瓶前后质量差)，g；  
 $M_2$ ——液氯采样量(即碱吸收瓶前后质量差)，g。