ICS 71.080.15
G 17

中华人民共和国国家标准

GB/T 4117—2008
代替 GB/T 4117—1992，GB/T 4120.3—1992，GB/T 4120.5～4120.6—1992

工业用二氯甲烷

Methylene chloride for industrial use

2008-04-01 发布　　2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用二氯甲烷
GB/T 4117—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷
*
书号:155066·1-31720

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

本标准代替 GB/T 4117—1992《工业二氯甲烷》、GB/T 4120.3—1992《工业液体氯代甲烷类产品中酸度的测定　滴定法》、GB/T 4120.5—1992《工业液体氯代甲烷类产品中微量水分的测定　浊点法》和 GB/T 4120.6—1992《工业液体氯代甲烷类产品的包装、标志、贮存、运输和检验规则》。

本标准与 GB/T 4117—1992 相比主要变化如下：

——范围由“本标准适用于天然气热氯化法和光氯化法生产的二氯甲烷”改为“本标准适用于甲醇氢氯化法工艺生产的二氯甲烷”(GB/T 4117—1992 的第 1 章，本版的第 1 章)；

——技术要求中二氯甲烷质量分数优等品指标由≥99.5%修改为≥99.90%，一等品指标由≥99.0%修改为≥99.50%，合格品指标由≥98.0%修改为≥99.20%；水分优等品指标由≤0.040%修改为≤0.010%，一等品指标由≤0.050%修改为≤0.020%，合格品指标由≤0.060%修改为≤0.030%；酸度一等品指标由≤0.000 8%修改为≤0.000 4%，合格品指标由≤0.001 0%修改为≤0.000 8%；蒸发残渣一等品指标由≤0.001 0%修改为≤0.000 5%，合格品指标由≤0.003 0%修改为≤0.001 0%(GB/T 4117—1992的 3.2，本版的 3.2)；

——试验方法中，纯度的测定引用 GB/T 21541—2008《工业用氯代甲烷类产品纯度的测定　气相色谱法》。水分的测定取消浊点法，增加卡尔·费休库仑电量法，并规定卡尔·费休库仑电量法为仲裁法；增加了外观的试验方法(GB/T 4117—1992 的第 4 章，本版的第 4 章)；

——检验规则与标志、包装、贮存和运输分为两章编写(GB/T 4117—1992 的第 5 章，本版的第 5 章、第 6 章)；

——增加了“有毒品”标志(见 6.1)；

——增加了“安全”一章(见第 7 章)。

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有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：浙江衢化氟化学有限公司、昊华西南化工有限责任公司。

本标准参加起草单位：山东东岳氟硅材料有限公司、山东金岭化工股份有限公司。

本标准主要起草人：刘红秀、陈科峰、汤月明、张学良、宓宏、陈彩琴、谭显文。

GB/T 4117、GB/T 4120.3、GB/T 4120.5、GB/T 4120.6 于 1983 年首次发布，1992 年第一次修订。

工业用二氯甲烷

1 范围

本标准规定了工业用二氯甲烷的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于甲醇氢氯化法工艺生产的二氯甲烷的生产、检验和销售。该产品主要用于溶剂、提取剂、清洗剂、发泡剂、脱膜剂等，并用作生产二氟甲烷(HFC-32)及制药行业的原料。

分子式：CH_2Cl_2。

相对分子质量：84.932(按 2005 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

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

GB/T 1250 极限数值的表示和判定方法

GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6324.2—2004 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣测定(ISO 759:1981,MOD)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

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

GB/T 21541—2008 工业用氯代甲烷类产品纯度的测定 气相色谱法

3 要求

3.1 外观：无色澄清、无悬浮物、无机械杂质的液体。

3.2 工业用二氯甲烷的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项目		指标		
		优等品	一等品	合格品
二氯甲烷的质量分数[a]/%	≥	99.90	99.50	99.20
水的质量分数/%	≤	0.010	0.020	0.030
酸(以 HCl 计)的质量分数/%	≤	0.000 4		0.000 8
色度/Hazen 单位 (Pt-Co 色号)	≤	10		
蒸发残渣的质量分数/%	≤	0.000 5		0.001 0
[a] 添加的稳定剂的量不计入二氯甲烷的质量分数。				

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

4.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观

取适量实验室样品于比色管内，目测观察样品有无悬浮物和机械杂质。

4.4 二氯甲烷含量的测定

按 GB/T 21541—2008 规定的方法进行。

4.5 水分的测定

4.5.1 卡尔·费休容量法

按 GB/T 6283—1986 规定的方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于两次平行测定结果的平均值的 10%。

4.5.2 卡尔·费休库仑电量法(仲裁法)

4.5.2.1 方法提要

实验室样品中的水在有机碱和甲醇的存在下与电解液中的碘进行定量反应，反应为：

$$I_2 + SO_2 + H_2O \longrightarrow 2HI + SO_3$$

$$2I^- - 2e \longrightarrow I_2$$

参加反应的碘分子数等于水的分子数，而电解生成的碘与所消耗的电量成正比。依据法拉第定律，在仪器上直接读出被测试样的水含量。

4.5.2.2 仪器

4.5.2.2.1 库仑电量水分测定仪：检测灵敏度 0.1 μg H_2O。或其他能满足分析要求的微量水分测定仪也可使用；

4.5.2.2.2 天平：分度值为 0.01 g；

4.5.2.2.3 注射器：5 mL。

4.5.2.3 试剂

与库仑电量水分测定仪配套使用的电解液(市售试剂)。

4.5.2.4 分析步骤

向库仑电量水分测定仪电解池加入电解液，调节库仑电量水分测定仪，使滴定池内达到平衡状态。用注射器吸取约 2 mL 实验室样品(或根据实验室样品中的水含量调整)，称量，精确至 0.01 g，加入到库仑电量水分测定仪中，立即进行电量滴定，滴定结束后，根据试料的质量，计算水含量或在库仑电量水分测定仪上直接读取水的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于两次平行测定结果的平均值的 0.000 8%。

4.6 酸度的测定

4.6.1 方法提要

用水萃取试料中所含的酸，以溴甲酚绿乙醇溶液为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 微量滴定管：分刻度 0.02 mL；

4.6.2.2 天平：最大称量不小于 2 000 g，分度值 0.1 g。

4.6.3 试剂

4.6.3.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.01 mol/L；

4.6.3.2 溴甲酚绿乙醇溶液：1 g/L；

4.6.3.3 水：对溴甲酚绿乙醇溶液呈中性。

4.6.4 分析步骤

取 100 mL 实验室样品，称量 ，精确至 0.1 g，将试料转移至分液漏斗中，并加入 100 mL 水(4.6.3.3)，振荡 5 min，静置分层。从分液漏斗中分离出有机相，将水相转移至锥形瓶中，加 1～2 滴溴甲酚绿指示液，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。

4.6.5 结果计算

酸的质量分数 w_1(以 HCl 计)，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

V——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.3.1)体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M——氯化氢的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=36.46)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2%。

4.7 色度的测定

按 GB/T 3143—1982 规定的方法进行。

4.8 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2—2004 规定的方法进行，取样量根据蒸发残渣的量确定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%。

5 检验规则

5.1 检验分出厂检验和型式检验。

5.1.1 本标准第 3 章要求中的外观、二氯甲烷含量、水分、酸度、色度为出厂检验项目，出厂检验应逐批进行。

5.1.2 型式检验项目为第 3 章要求中规定的全部项目。在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验。

a) 更新关键生产工艺；

b) 主要原料有变化；

c) 停产又恢复生产；

d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；

e) 合同规定。

5.2 工业用二氯甲烷以同等质量的均匀产品为一批。桶装产品以不大于 100 t 为一批，或以一贮槽、一槽罐的产品量为一批。

5.3 工业用二氯甲烷的采样按 GB/T 6680—2003 中的 7.1 规定进行。桶装产品采样单元数按 GB/T 6678—2003中的规定进行，采样的总量应保证检验的需要。

5.4 工业用二氯甲烷应由生产厂的质量检验部门进行检验。每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：产品名称、产品等级、生产厂厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，贮槽装产品及槽罐装产品应重新采样

进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用二氯甲烷包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、商标、生产厂厂名、厂址、净含量、批号、产品等级、本标准编号、GB 190—1990 规定的“有毒品”标志、GB/T 191—2000 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.2 工业用二氯甲烷应使用干燥、清洁的镀锌铁桶、涂防护层铁桶或槽罐密闭包装。铁桶包装每桶净质量(200±0.5)kg、(250±0.5)kg，或根据用户要求包装。

6.3 镀锌铁桶、涂防护层铁桶或槽罐的装入量应根据铁桶或槽罐的总容积和液体氯代甲烷类产品在运输路途上允许的温度及其他因素变化，而引起的体积膨胀加以考虑。

6.4 工业用二氯甲烷产品应贮存在阴凉、通风、干燥的地方，不得靠近热源，避免曝晒雨淋。

6.5 工业用二氯甲烷产品在运输和装卸时不得撞击，应小心轻放，以免损伤包装容器致使产品渗漏。

6.6 工业用二氯甲烷的稳定剂是甲醇或戊烯。

6.7 加入稳定剂后的工业用二氯甲烷的保质期为自生产之日起的 6 个月。

7 安全

工业用二氯甲烷遇明火高热可燃。受热分解能产生剧毒的光气。若遇高热，容器内压力增大，有开裂和爆炸的危险。

接触或使用二氯甲烷时，应配戴必要的防护用品。当皮肤接触时，应用肥皂水和清洁水彻底冲洗皮肤至少 15 min，眼睛接触时，用流动清水或生理盐水冲洗，就医。

GB/T 4117-2008

版权专有　侵权必究

*