中华人民共和国国家标准

GB/T 4119—93

工 业 四 氯 化 碳

代替 GB 4119—83

Carbon tetrachloride for industrial use

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业四氯化碳的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、贮存、运输。

本标准适用于天然气热氯化法、二硫化碳法、甲醇法及全氯化氯解法生产的四氯化碳。该产品主要用作油脂、树脂、溶胶的溶剂以及作灭火剂、油漆、致冷剂等原料。

分子式：CCl_4

相对分子质量：153.823(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB 4120 工业液体氯代甲烷类产品中酸度的测定 滴定法

GB 4120 工业液体氯代甲烷类产品中微量水分的测定 浊点法

GB 4120 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

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

3.1 外观清晰、无悬浮物、无机械杂质的液体。

3.2 工业四氯化碳的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1

项 目		优等品	一等品
色度(Pt-Co)，号	≤	15	25
酸度(以 HCl 计)，%	≤	0.000 2	0.000 8
水分，%	≤	0.005	0.007
纯度，%	≥	99.8	99.5
三氯甲烷，%	≤	0.05	0.3

国家技术监督局 1993-06-15 批准 1994-04-01 实施

续表 1

项　目		优等品	一等品
二硫化碳，%	≤	0.005	0.01
四氯乙烯[1]，%	≤	0.03	0.1

注：1) 四氯乙烯只考核全氯化氯解法生产的产品。

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和实验室用蒸馏水或等纯度的水。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 所规定的方法进行。

4.2 酸度的测定

按 GB 4120 所规定的方法进行。

4.3 水分的测定

按 GB 4120 所规定的方法进行。如供需双方有争议时，以 GB 6283 所规定的方法为仲裁方法。

4.4 纯度及各组分的测定

本方法以硅酮弹性体 E-301 色谱柱分离四氯化碳中各组分，用热导检测器检测，以归一法计算各组分含量。

4.4.1 材料和试剂

4.4.1.1 载气：氢气，纯度优于 99.5%。

4.4.1.2 载体：6201 载体，粒度 0.18～0.25 mm，0.15～0.18 mm。

4.4.1.3 固定液：硅酮弹性体 E-301。

4.4.1.4 溶剂：三氯甲烷。

4.4.2 仪器

4.4.2.1 气相色谱仪：配有热导检测器(以氢气作载气，对苯的灵敏度优于 800 mV·mL/mg)。

4.4.2.2 进样器：微量注射器。

4.4.2.3 色谱柱：柱长 3 m，内径 3～4 mm 不锈钢柱。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 固定相：称取 E-301 3 g，用三氯甲烷溶解到烧杯中，然后将 15 g 6201 载体倒入混匀，在红外灯下烘干备用。

4.4.3.2 色谱柱的装填及装入量：将色谱柱的出口端用少许玻璃棉或铜网塞上，然后从出口端抽吸，在轻轻振动下把固定相装入色谱柱。对内径 3 mm 的不锈钢柱其装填量约 3.5 g/m。

4.4.3.3 色谱柱的老化：通入载气，于 120℃老化 8 h。

4.4.3.4 典型色谱条件，如表 2 所示：

表 2

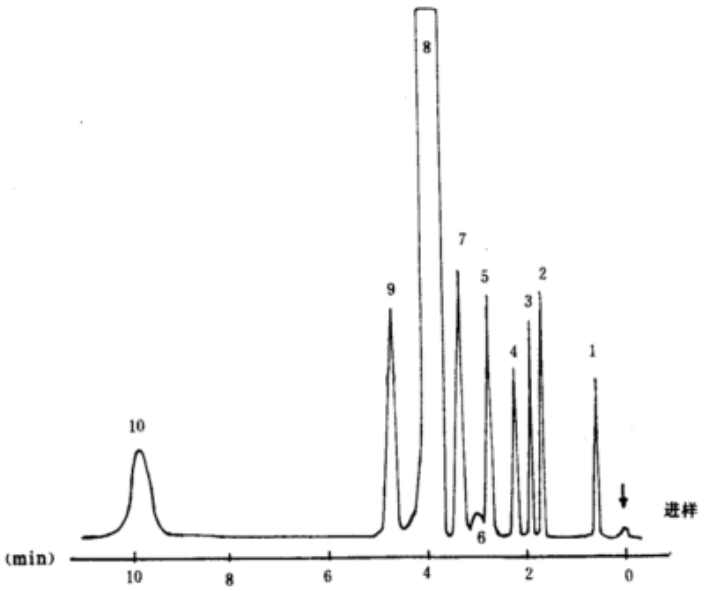
参　数	条　件
汽化温度，℃	120
检测温度，℃	120

续表 2

参　数	条　件
柱温度，C	80
载气	H_2
载气流速，mL/min	60
桥电流，mA	180
进样量，μL	≤10
记录仪量程，mV	1～10

使用者可以适当调整色谱条件，但应得到合适的分离度。

4.4.3.5　测定：启动仪器，色谱操作条件稳定后即可进样。各组分的保留时间 t_R 与相对保留值 r 及色谱图见表 3 和下图所示。



各组分在 E-301 柱上的色谱图

1—空气；2—二氯甲烷；3—二硫化碳；4—1，1-二氯乙烷；5—三氯甲烷；6—甲醇；
7—1，2-二氯乙烷；8—四氯化碳；9—三氯乙烯；10—四氯乙烯

表 3

组　分	t_R/s	r
空气	29	—
二氯甲烷	98	0.53
二硫化碳	109	0.61
三氯甲烷	160	1.00
甲醇	180	1.12
1,2-二氯乙烷	197	1.28
四氯化碳	227	1.51
三氯乙烯	279	1.91
四氯乙烯	594	4.31

4.4.4　计算

4.4.4.1　测定四氯化碳中各组分的峰面积，用归一化法计算各组分质量百分含量 X_i。

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\Sigma(f_i \cdot A_i)} \times 100$$

式中：f_i——组分 i 的相对校正因子；

A_i——组分 i 的峰面积，cm^2。

4.4.4.2　各组分在热导检测器上的校正因子见表 4。

表 4

组　分	f_i
二氯甲烷	1.24^{-1}
二硫化碳	1.18^{-1}
甲醇	1.72^{-1}
三氯甲烷	1.00
1,2-二氯乙烷	1.17^{-1}
四氯化碳	0.84^{-1}
三氯乙烯	0.98^{-1}
四氯乙烯	0.83^{-1}

4.4.5　允许差

平行测定两次结果的差值对于四氯化碳含量不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5 检验规则、包装、标志、贮存和运输

按GB 4120的规定执行。

附加说明：

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北京化工研究院归口。

本标准由北京化工研究院、上海氯碱总厂电化厂、四川自贡鸿鹤化工总厂等负责起草。

本标准主要起草人李兰清、韦长杰、杨均清、张华伦。

本标准参照采用原苏联国家标准ГОСТ 4—84《四氯化碳技术条件》。