

氯化苦

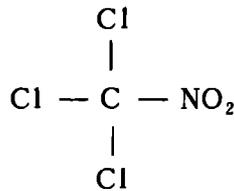
GB 435—84

Chloropicrin

代替 GB 435—64

本标准适用于以苦味酸为原料经氯化制得的工业氯化苦。

结构式：



分子式： CCl_3NO_2

分子量：164.38（按1979年国际原子量）

1 技术条件

1.1 外观：无色或浅黄色透明液体。

1.2 工业氯化苦应符合下表要求：

| 指 标 名 称 | 指 标 | |
|---|-------------|-------------|
| | 一级品 | 二级品 |
| 氯化苦 (CCl_3NO_2)，含量% > | 99.0 | 98.0 |
| 密度 ρ_{20} ，克/毫升 | 1.654~1.663 | 1.652~1.663 |
| 游离酸（以 HNO_3 计），% < | 0.01 | 0.01 |

注：密度指标为抽查项目。

2 检验方法

2.1 氯化苦含量的测定

2.1.1 试剂和溶液

2.1.1.1 无水乙醇 (GB 678—78)：分析纯。

2.1.1.2 硝酸 (GB 626—78)：分析纯，6 N 溶液。

2.1.1.3 硝酸银 (GB 670—77)：分析纯，0.1 N 标准溶液，按 GB 601—77《化学试剂 标准溶液制备方法》配制与标定。

2.1.1.4 无水亚硫酸钠 (GB 3—1078—77)：分析纯，5 % 溶液。

2.1.1.5 硫酸铁铵 (GB 1279—77)：分析纯，40 % 溶液。

2.1.1.6 氯化钠 (GB 1266—77)：优级纯。

2.1.1.7 硫氰酸钾 (GB 648—78)：分析纯，0.1 N 标准溶液。

2.1.1.7.1 配制：称取10克硫氰酸钾，加蒸馏水溶解后，移入1000毫升容量瓶中，并用蒸馏水稀释

至刻度。

2.1.1.7.2 标定：称取氯化钠（经500~600℃烘至恒重）约1.5克（准确至0.0002克），溶于250毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。吸取25毫升该溶液于250毫升锥形瓶中，加入25毫升无水乙醇及5毫升6 N硝酸溶液。再准确加入50毫升0.1 N硝酸银标准溶液，摇匀后再加入3毫升40%硫酸铁铵溶液，用硫氰酸钾标准溶液滴定至溶液变淡红色。在30秒内不消失即为终点。在同样条件下，做空白试验。硫氰酸钾标准溶液滴定速度应控制在每分钟3.5~4.5毫升。

2.1.1.7.3 计算：硫氰酸钾标准溶液的当量浓度按式（1）计算：

$$N = \frac{\frac{25}{250}G}{(V_2 - V_1) \times 0.05846} \dots\dots\dots (1)$$

式中： G ——氯化钠的重量，克；

V_1 ——滴定氯化钠时所消耗的硫氰酸钾标准溶液的体积，毫升；

V_2 ——空白试验时所消耗的硫氰酸钾标准溶液的体积，毫升；

0.05846——每毫克当量氯化钠的克数。

2.1.2 测定手续

用小安瓶球称取0.15~0.20克试样（准确至0.0002克），置于250毫升带回流冷凝器的磨口锥形瓶中，加入25毫升无水乙醇、25毫升5%亚硫酸钠溶液，用玻璃棒小心地击碎小安瓶球。将锥形瓶与冷凝器连接，置于水浴中加热。在30~40分钟内使试样达到沸腾，并保持1.5小时，停止加热。加入25毫升6 N硝酸，时时摇动，使瓶内气体驱逐干净。冷却至室温，准确加入50毫升0.1 N硝酸银标准溶液、3毫升40%硫酸铁铵溶液，然后用0.1 N硫氰酸钾标准溶液回滴至淡红色，在30秒内不消失即为终点。同时做空白试验。

2.1.3 结果计算

氯化苦含量（ X_1 ）以重量百分数表示，按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 0.05479}{G} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_1 ——试样消耗硫氰酸钾标准溶液量，毫升；

V_2 ——空白消耗硫氰酸钾标准溶液量，毫升；

N ——标准溶液的当量浓度；

G ——试样重量，克；

0.05479——氯化苦的毫克当量，克。

平行分析误差不大于0.3%。

2.2 游离酸含量的测定

2.2.1 试剂和溶液

2.2.1.1 氢氧化钠（GB 629—77）：0.1 N标准溶液，按GB 601—77配制与标定。

2.2.1.2 甲基红（HG 3—958—76）：0.1%乙醇溶液。

2.2.2 测定手续

吸取50毫升氯化苦试样，置于盛有100毫升蒸馏水的分液漏斗中，振荡5分钟，分出水层，再加100毫升蒸馏水于分液漏斗中，充分振荡，再分出水层，合并两次萃取液，以甲基红为指示剂，用0.1 N氢氧化钠标准溶液滴定至终点。

2.2.3 结果计算

游离酸（以 HNO_3 计）含量（ X_2 ）以重量百分数表示，按式（3）计算：

$$X_2 = \frac{V \times N \times 0.063}{\rho_{20} \times 50} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： V ——试样消耗氢氧化钠标准溶液量，毫升；

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

ρ_{20} ——氯化苦的密度，克/毫升；

0.063——硝酸的毫克当量，克。

平行分析误差不大于0.001%。

2.3 密度 (ρ_{20}) 的测定

2.3.1 仪器

2.3.1.1 恒温水浴：20 ± 0.1 °C。

2.3.1.2 玻璃密度计：1.600~1.700克/毫升或1.650~1.700克/毫升，分度值0.001克/毫升。

2.3.1.3 量筒：100毫升带塞量筒，塞上带有0~50 °C（分度值0.1 °C）的温度计。

2.3.2 测定手续

在量筒中注入约80毫升样品，加盖，置于恒温水浴中，保持恒温20 ± 0.1 °C。当量筒内外温度达到平衡时，即可用密度计测定，从密度计弯月面下缘准确读取密度值。

平行测定误差不大于0.005克/毫升。

3 检验规则

按GB 1604—79《农药验收规则》和GB 1605—79《商品农药采样方法》之规定执行。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 氯化苦用镀锌铁桶包装，每桶净重25公斤或50公斤。

4.2 包装上应注明：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净重和本标准编号。

4.3 包装上应附有按GB 190—73《危险货物包装标志》规定的“剧毒”标志。

4.4 每批包装好的成品内，都应附有质量证明书，证明书的内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、出厂日期、净重、产品质量符合本标准的证明。

4.5 运输时不得碰撞和倒放，严防潮湿与日晒，并保持通风良好。不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤接触，防止由口、鼻吸入。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化工部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由大连染料厂负责起草。

本标准主要起草人孙福玲、胡焕松。

本标准于1964年10月首次发布。