



中华人民共和国国家标准

GB/T 682—2002

化学试剂 三氯甲烷

Chemical reagent—Trichloromethane

2002-05-29 发布

2002-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂 三 氯 甲 烷
GB/T 682—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
2002年11月第一版 2002年11月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-18854 定价 8.00 元
网址 www.bzcs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准给出分析纯、化学纯两个级别。分析纯非等效采用 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂 第2部分:规格 第一批》中 R7“三氯甲烷”。差异如下:

——规格:本标准与 ISO 标准比较增加了水分一项。分析纯酸度、蒸发残渣、羰基化合物、氯化物四项指标严于 ISO 标准。

——试验:本标准以“适用于双硫脲试验”代替 ISO 标准中的“金属杂质”,测定方法与 ISO 标准相近,实验表明,本标准方法更利于控制产品质量。其他项目均引用我国已制定的化学试剂通用试验方法标准。

本标准是在 GB/T 682—1989《化学试剂 三氯甲烷》的基础上修订的,与前版本相比,取消光气一项,分析纯水分的质量分数指标由 0.02%调整为 0.03%。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 682—1989。

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化学试剂分会归口。

本标准由天津化学试剂有限公司负责起草。

本标准主要起草人:闫晓燕。

本标准于 1959 年首次发布,1978 年、1989 年进行了修订。

分子式: CHCl_3

相对分子质量: 119.38(根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 三氯甲烷的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

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 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 606—1988 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 611—1988 化学试剂 密度测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)
- GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9729—1988 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9733—1988 化学试剂 羰基化合物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9736—1988 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9737—1988 化学试剂 易炭化物质测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9740—1988 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为无色透明液体,具有特殊臭味,易挥发,对光敏感。能与醇、苯、醚、四氯化碳等混合。

4 规格(见表 1)

表 1 三氯甲烷的规格

名称	分析纯	化学纯
三氯甲烷(CHCl_3)的质量分数/%	≥ 99.0	≥ 98.5
乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$,稳定剂)(质量分数)/%	0.3~1.0	0.3~1.0
密度(20℃)/(g/mL)	1.471~1.484	1.471~1.484
蒸发残渣(质量分数)/%	≤ 0.0005	≤ 0.001
酸度(以 H^+ 计)/(mmol/100 g)	≤ 0.01	≤ 0.02
氯化物(Cl)(质量分数)/%	≤ 0.00005	≤ 0.0001
游离氯(Cl)(质量分数)/%	≤ 0.0005	≤ 0.001
水分(H_2O)(质量分数)/%	≤ 0.03	≤ 0.05
羰基化合物(质量分数)(以 CO 计)/%	≤ 0.0003	≤ 0.0005
易炭化物质	合格	合格
适用于双硫脲试验	合格	—

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取。

5.1 三氯甲烷(CHCl_3)的质量分数

按 GB/T 9722 的规定测定。

5.1.1 测定条件

检测器:热导检测器;

载气及流量:氢气,40 mL/min;

柱长(不锈钢柱):3 m;

柱内径:3 mm;

固定相:20% β , β' -亚氨基二丙腈涂于 6201 红色硅藻土载体[0.18 mm~0.25 mm(60 目~80 目)],于 110℃老化 4 h 以上;

柱温度:90℃;

汽化室温度:150℃;

检测室温度:150℃;

进样量:2 μL ;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 4.5$ mm;

不对称因子: $f \leq 1.0$;

难分离物质对的分离度: $R \geq 1.5$ (乙醇和三氯甲烷);

组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{四氯化碳,三氯甲烷}} = 0.43$; $r_{\text{二氯甲烷,三氯甲烷}} = 0.73$; $r_{\text{乙醇,三氯甲烷}} = 1.25$;

$r_{1,2\text{-二氯乙烷,三氯甲烷}} = 2.08$ 。

5.1.2 定量方法

按 GB/T 9722—1988 中 8.2 的规定,乙醇相对于三氯甲烷的质量校正因子 $f_{\text{乙醇/三氯甲烷}} = 0.63$ 。

5.2 乙醇的质量分数

同 5.1。

5.3 密度

按 GB/T 611—1988 中 5.1 的规定测定。

5.4 蒸发残渣

量取 136 mL(200 g)样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.5 酸度

按 GB/T 9736—1988 中 6.2 的规定测定。其中:量取 100 mL 无二氧化碳的水,注入分液漏斗中,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}]$ 中和至溶液呈粉红色,并保持 30 s,加入 50 mL(74 g)样品,振摇 3 min,静置分层,取水相 50 mL,用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—1988 中第 7 章“水不溶性样品”的规定计算。

5.6 氯化物

量取 6.8 mL(10 g)样品,置于分液漏斗中,加 20 mL 水,振摇 1 min,静置分层,取水相于比色管中,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯	0.005 mg Cl;
化学纯	0.010 mg Cl。

加 20 mL 水,与分离后的水相同时同样处理。

5.7 游离氯

量取 24 mL(35 g)样品,置于碘量瓶中,加 10 mL 水及 1 mL 碘化钾溶液(100 g/L),振摇 2 min,若有机层呈现粉红色,在不断振摇下,滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01 \text{ mol/L}]$ 至有机层粉红色消失。硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量不得大于:

分析纯	0.5 mL;
化学纯	1.0 mL。

5.8 水分

按 GB/T 606 的规定测定。其中:量取 6.8 mL(10 g)样品,以 10 mL 甲醇为溶剂。

5.9 羰基化合物

量取 3.4 mL(5 g)样品,溶于 8 mL 无羰基的甲醇中,按 GB/T 9733 的规定测定。溶液所呈暗红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的羰基化合物标准溶液:

分析纯	0.015 mg CO;
化学纯	0.025 mg CO。

与样品同时同样处理。

5.10 易炭化物质

按 GB/T 9737 的规定测定。其中,量取 20 mL 样品,加 10 mL 硫酸(优级纯,质量分数为 $95\% \pm 0.5\%$),振摇 3 min,静置 3 min。酸层所呈颜色不得深于下列标准色:

分析纯	H/20;
化学纯	H/10。

5.11 适用于双硫腙试验

按 GB/T 9721 的规定测定。

5.11.1 测定条件

波长:620 nm;

吸收池厚度:1 cm;

参比溶液:样品。

5.11.2 双硫脲三氯甲烷溶液的制备

称取 0.45 g 双硫脲,溶于三氯甲烷中,并用三氯甲烷稀释至 500 mL。

5.11.3 测定方法

取 0.1 mL 双硫脲三氯甲烷溶液,置于 100 mL 的容量瓶中,用样品稀释至刻度。立即用分光光度计测定吸光度 A_0 (A_0 必须大于或等于 0.1,若 A_0 小于 0.1 时,可适量添加双硫脲三氯甲烷溶液),放置 6 h 后,再测定吸光度 A 。分解值不得大于 0.1。

分解值按式(1)计算:

$$\text{分解值} = \frac{A_0 - A}{A_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中: A_0 ——稀释后测定的吸光度;

A ——放置 6 h 后测定的吸光度。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类;

内包装形式:NBV-20、NBV-21、NBV-23、NBV-24、NBV-26、NBV-27、NBV-28、NBV-29;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1;

标签应注明“毒害品”。



GB/T 682-2002

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-18854

定价: 8.00 元