

式中:

V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}\text{Br}_2)=79.91$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.11 铁

量取 12.4 mL(10 g)样品,在水浴上蒸干,残渣溶于 1 mL 盐酸及 14 mL 水中,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯0.005 mg Fe;

化学纯0.01 mg Fe。

加 1 mL 盐酸及 14 mL 水,与同体积试液同时同样处理。

5.12 易炭化物质

按 GB/T 9737 的规定测定。其中:量取 10 mL 硫酸(优级纯,95.0%±0.5%),置于干燥比色管中,冷却至 10℃,在振摇下逐滴加入 10 mL 样品(此时温度不得高于 20℃),放置 10 min。溶液所呈颜色不得深于下列标准色:

分析纯P/4 或 E/4;

化学纯P/2 或 E/2。

6 检验规则

按 HG/T 3921 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:NBY-20、NBY-21、NBY-23、NBY-24、NBY-26、NBY-27、NBY-28、NBY-29;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1;

标签:符合 GB 15258 的规定,注明“易燃液体”。



中华人民共和国国家标准

GB/T 12590—2008
代替 GB/T 12590—1990

化学试剂 正丁醇

Chemical reagent—*n*-Butanol

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second series, NEQ)



GB/T 12590—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32773

定价: 10.00 元

2008-05-15 发布

2008-11-01 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
化学试剂 正丁醇
GB/T 12590—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 9 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷
*
书号: 155066·1-32773 定价 10.00 元

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

5.6 水分

量取 10 mL(8 g)样品,按 GB/T 606 的规定测定。

5.7 酸度

量取 25 mL(20 g)样品,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—2008 中 5.1.2 的规定计算。

5.8 羰基化合物

量取 1.5 mL(1.2 g)样品,置于 25 mL 容量瓶中,用无羰基化合物的甲醇稀释至刻度。取 1 mL,按 GB/T 9733 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色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0.01 mg CO;
- 化学纯0.02 mg CO。

加 1 mL 无羰基化合物的甲醇,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.9 酯

量取 62 mL(50 g)样品,加 30 mL“乙醇(95%)”及 2 滴酚酞指示液(10 g/L),摇匀。滴加氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 至溶液呈粉红色。再加 20.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$],加热回流 30 min,冷却,用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液无色。同时做空白试验。

酯的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_1 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——乙酸丁酯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CH}_3\text{COOC}_4\text{H}_9) = 116.2$];
- m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.10 不饱和化合物

5.10.1 试剂的制备

5.10.1.1 溴溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Br}_2) = 0.02 \text{ mol/L}$] 的制备

用 GB/T 603—2002 中 4.1.2.47 规定的溴溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Br}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$] 稀释。

5.10.1.2 碘化钾溶液的制备

称取 1 g 碘化钾及 0.25 g 碘酸钾,溶于 30 mL 水中,静置 10 min。如有碘析出,滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.02 \text{ mol/L}$] 至无色。

5.10.2 测定方法

量取 24.7 mL(20 g)样品,置于具塞锥形瓶中,在振摇下滴加溴溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Br}_2) = 0.02 \text{ mol/L}$] 至灰黄色不消失,并过量 1 mL,放置 5 min。加 30 mL 碘化钾溶液,摇匀,放置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液无色。同时做空白试验(空白试验中应加入与样品反应所消耗的溴溶液)。

不饱和化合物的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量[CH ₃ (CH ₂) ₂ CH ₂ OH], w/%	≥99.5	≥98.0
色度/黑曾单位	≤10	≤15
密度(20℃)/(g/mL)	0.808~0.811	0.808~0.811
蒸发残渣, w/%	≤0.001	≤0.005
水分(H ₂ O), w/%	≤0.2	—
酸度(以 H ⁺ 计)/(mmol/g)	≤0.000 5	≤0.001 5
羰基化合物(以 CO 计), w/%	≤0.02	≤0.04
酯(以 CH ₃ COOC ₄ H ₉ 计), w/%	≤0.1	≤0.3
不饱和化合物(以 Br 计), w/%	≤0.005	≤0.05
铁(Fe), w/%	≤0.000 05	≤0.000 1
易炭化物质	合格	合格

5 试验

5.1 一般规定

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 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取,所用溶液除“乙醇(95%)”为体积分数外,以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

按 GB/T 9722—2006 的规定测定。

5.2.1 测定条件

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流量:氮气,20 cm/s;

柱长:2 m;

柱内径:3 mm;

固定相:10%聚乙二醇(1 500)涂于 101 白色硅烷化担体[0.18 mm~0.28 mm(60 目~80 目)];

柱温度:85℃;

汽化室温度:220℃;

检测器温度:200℃;

进样量:0.2 μL~0.3 μL;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 2.5$ mm;

不对称因子: $f \leq 1.5$ 。

5.2.2 定量方法

按 GB/T 9722—2006 中 9.2 的规定测定。

5.3 色度

量取 20 mL 样品,注入 50 mL 比色管中,按 GB/T 605 的规定测定。

5.4 密度

按 GB/T 611—2006 中 4.2 的规定测定。

5.5 蒸发残渣

量取 123.5 mL(100 g)样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂——第 3 部分:规格 第 2 系列》R52“正丁醇”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 12590—1990《化学试剂 正丁醇》,与 GB/T 12590—1990 相比主要变化如下:

——分析纯含量由“99.0%”调整为“99.5%”(1990 年版的 3.1,本版的第 4 章);

——酸度的单位由“mmol/100 g”调整为“mmol/g”(1990 年版的 3.4,本版第 4 章);

——改进了酯的测定方法(1990 年版的 4.4.5、本版的 5.9)。

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技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海三爱思试剂有限公司。

本标准主要起草人:谢吉、柯德宏、陈静娟。

本标准 1960 年首次发布,于 1976 年第一次修订、1990 年第二次修订。