

GB/T 688—2011

### 5.13.2 双硫脲-三氯甲烷溶液的制备

称取 0.004 63 g 双硫脲,精确至 0.000 02 g,用三氯甲烷溶解并稀释至 100 mL。以溶剂为参比,测定溶液的吸光度  $A_0$ ,  $A_0$  值应大于 0.1。

### 5.13.3 测定方法

量取 1 mL 新制备的双硫脲-三氯甲烷溶液,用样品稀释至 50 mL。以样品为参比,测定溶液的吸光度  $A_1$ 。将上述溶液避光放置 25 h 后,测定溶液的吸光度  $A_2$ 。分解值不得大于 0.15。

分解值按式(1)计算:

$$\text{分解值} = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$A_1$ ——溶液的吸光度;

$A_2$ ——溶液放置 25 h 后的吸光度。

## 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“有毒品”。

GB/T 688—2011

ICS 71.040.30  
G 63



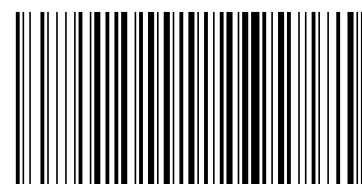
# 中华人民共和国国家标准

GB/T 688—2011  
代替 GB/T 688—1992

## 化学试剂 四氯化碳

Chemical reagent—Carbon tetrachloride

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



GB/T 688—2011

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-43258

定价: 14.00 元

2011-05-12 发布

2011-12-01 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 四 氯 化 碳  
GB/T 688—2011

\*  
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  
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷  
\*  
书号: 155066·1-43258 定价 14.00 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

#### 5.4 色度

量取 50 mL 样品,注入 100 mL 比色管中后,按 GB/T 605 的规定测定。

#### 5.5 蒸发残渣

量取 63 mL(100 g)样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

#### 5.6 水分

量取 6.3 mL(10 g)样品,以 10 mL 甲醇为溶剂,按 GB/T 606 的规定测定。

#### 5.7 酸度

量取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴酚酞指示剂(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。将此溶液加到已加入 50 mL(80 g)样品的分液漏斗中,振摇 3 min,静置分层。分出 50 mL 水相,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 5.2.2 的规定计算。

#### 5.8 游离氯

量取 22 mL(35 g)样品,置于 50 mL 磨口比色管中,加 10 mL 水、1 mL 新制备的碘化钾溶液(100 g/L)及 2 滴淀粉指示液(5 g/L),盖上塞子,振摇 2 min,水层如呈蓝色或紫色,在不断振摇下滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01 \text{ mol/L}]$ 至蓝色消失。硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01 \text{ mol/L}]$ 的用量不得多于 0.1 mL。

#### 5.9 二硫化碳

##### 5.9.1 氢氧化钾-乙醇溶液的制备

称取 100 g 氢氧化钾,加少量水(约 30 mL)溶解,用“乙醇(95%)”稀释至 1 000 mL。

##### 5.9.2 测定方法

量取 12.5 mL(20 g)样品,注入分液漏斗中,加 5 mL 氢氧化钾-乙醇溶液,放置 1 h。加 10 mL 水,振摇,静置分层,弃去有机相,于水相中加 1 滴酚酞指示液(10 g/L),用乙酸溶液(30%)中和至溶液无色,并过量 1 滴~2 滴,加 0.1 mL 五水合硫酸铜溶液(10 g/L),摇匀。溶液所呈颜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二硫化碳标准溶液:

分析纯·····	0.1 mg CS <sub>2</sub> ;
化学纯·····	0.2 mg CS <sub>2</sub> 。

与样品同时同样处理。

#### 5.10 还原碘的物质

量取 25 mL(40 g)样品,加入 0.05 mL 碘标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$ ,摇匀,放置 30 min。

溶液所呈的粉红色不得完全消失。

#### 5.11 易炭化物质

按 GB/T 9737 的规定测定。量取 40 mL(64 g)样品,置于 100 mL 干燥的比色管中,在 20 °C 时,加 10 mL 硫酸(优级纯,95.0%±0.5%),充分振摇 1 min,放置 30 min。酸层所呈的颜色不得深于 T/10 标准色。

#### 5.12 三氯甲烷

同 5.2。

#### 5.13 适用于双硫腙试验

按 GB/T 9721 的规定测定。

##### 5.13.1 测定条件

波长:620 nm;

吸收池厚度:1 cm。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(CCl <sub>4</sub> ), w/%	≥99.5	≥99.0
密度(20℃), ρ/(g/mL)	1.592~1.598	1.592~1.598
色度/黑曾单位	≤10	≤10
蒸发残渣, w/%	≤0.001	≤0.001
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.02	≤0.05
酸度(以 H <sup>+</sup> 计)/(mmol/g)	≤0.000 05	≤0.000 1
游离氯(Cl), w/%	≤0.000 1	≤0.000 1
二硫化碳(CS <sub>2</sub> ), w/%	≤0.000 5	≤0.001
还原碘的物质	合格	合格
易炭化物质	合格	合格
三氯甲烷(CHCl <sub>3</sub> ), w/%	≤0.05	≤0.2
适用于双硫脲试验	合格	—

## 5 试验

### 5.1 一般规定

本章除另有规定外,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:热导检测器;

载气及流速:氢气,60 mL/min;

柱长(不锈钢柱):3 m;

固定相:20%角鲨烷涂于 6201 红色硅藻土载体[0.15 mm~0.25 mm(60 目~80 目)],于 90℃ 老化 4 h 以上;

柱温度:80℃;

汽化室温度:150℃;

检测室温度:150℃;

进样量:8 μL;

难分离物质对的分离度: $R \geq 1.5$ (四氯化碳和三氯乙烯);

不对称因子: $f = 1.0 \pm 0.1$ ;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 2.9$  mm;

组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{二氯甲烷,四氯化碳}} = 0.25$ ;  $r_{\text{三氯甲烷,四氯化碳}} = 0.50$ ,  $r_{\text{三氯乙烯,四氯化碳}} = 1.31$ 。

#### 5.2.2 定量方法

按 GB/T 9722—2006 中 9.2 的规定测定。

### 5.3 密度

按 GB/T 611—2006 中 4.2 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》中 R54“四氯化碳”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 688—1992《化学试剂 四氯化碳》,与 GB/T 688—1992 相比主要变化如下:

——酸度的单位由“mmol/100 g”调整为“mmol/g”(1992 年版的 3.4,本版的第 4 章);

——项目名称“游离氯”改为“游离氯(Cl)”(1992 年版的 3.4,本版的第 4 章);

——修改了包装及标志(1992 年版的第 6 章,本版的第 7 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:北京化工厂。

本标准主要起草人:李文丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 688—1965、GB/T 688—1979、GB/T 688—1992。