



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)

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

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。

化学试剂 四氯化碳

警告：本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

示性式： CCl_4

相对分子质量：153.82（根据2007年国际相对原子质量）

1 范围

本标准规定了化学试剂中四氯化碳的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中四氯化碳的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备（GB/T 602—2002，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备（GB/T 603—2002，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法（GB/T 605—2006，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法（GB/T 606—2003，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 611—2006 化学试剂 密度测定通用方法（ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 9721 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—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9736—2008 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法（ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则（GB/T 9737—2008，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法（GB/T 9740—2008，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色透明液体，不溶于水，溶于醇、醚及苯。

4 规格

四氯化碳的规格见表1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(CCl_4), $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0
密度(20℃), $\rho/(\text{g/mL})$	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_2O), $w/\%$	≤ 0.02	≤ 0.05
酸度(以 H^+ 计)/(mmol/g)	$\leq 0.000\ 05$	$\leq 0.000\ 1$
游离氯(Cl), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 1$
二硫化碳(CS_2), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 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_3), $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.2
适用于双硫腙试验	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: $H_{\text{eff}} \leq 2.9\ \text{mm}$;

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。

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_2 ;
化学纯·····	0.2 mg CS_2 。

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 适用于双硫腈试验

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。

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: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:符合 GB 15258 的规定,注明“有毒品”。



GB/T 688—2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-43258

定价: 14.00 元