

化学试剂标准 手 册

● 北京化学试剂公司 编



化学工业出版社

化学试剂标准手册

北京化学试剂公司 编

化 学 工 业 出 版 社

·北 京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

化学试剂标准手册/北京化学试剂公司编 .—北京：
化学工业出版社,2003.4
ISBN 7 - 5025 - 4388 - 0

I . 化… II . 北… III . 化学试剂 - 标准 - 手册
IV . TQ421 - 65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 024881 号

化学试剂标准手册

北京化学试剂公司 编

责任编辑：王秀鸾

责任校对：陶燕华

封面设计：蒋艳君

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话：(010)64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市东柳装订厂装订

开本 787 毫米×1092 毫米 1/16 印张 32 1/4 字数 1192 千字

2003 年 5 月第 1 版 2003 年 5 月北京第 1 次印刷

ISBN 7 - 5025 - 4388 - 0/TQ·1698

定 价：88.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者，本社发行部负责退换

编写说明

随着我国科学技术的发展,化学试剂在国民经济的许多部门都得到广泛的应用。目前,市场上流通的化学试剂品种达几千种。

由于化学试剂是化学分析、科学实验及产品检验的重要工具,而且是新兴技术不可缺少的材料,所以其商品质量更为重要。

化学试剂商品的标准是通过实现标准化而发挥其作用的。目前化学试剂的商品标准分为国家标准、行业标准及企业标准三种:国家标准绝大部分为推荐性标准。其代号是“GB/T”,是用“国标”及“推”字的汉语拼音第一个字母来表示的,后面是序号及年代。例如“GB/T 657—1993”,表示为国家推荐性标准第657号,1993年发布的;行业标准是原化学工业部发表的标准,目前也是推荐性标准。其代号是“HG/T”,用“化工”及“推”字的汉语拼音第一个字母来表示的,后面是序号及年代。例如“HG/T 3458—1999”,是化工行业推荐性标准,第3458号,1999年发布的;化学试剂企业标准目前由两部分组成,一部分是企业引用的已废止的原国家标准或原化工部部颁标准,另一部分是企业自行制定的,经地方技术管理(监督)部门批准的企业标准。其代号一般为“HQ/×××”,即化(工)企(业)标准,斜/后为所在地简称及编号,如“HQ/京100”即北京化工企业标准第100号。但必须说明的是,虽然国家、行业标准所发布的某一标准是推荐性标准,但企业制定的该品种企业标准,必须高于该标准,否则必须按这些推荐性标准执行。在没有国家、行业化学试剂标准的试剂品种,方可制定企业的标准,并报本地的技术管理(监督)部门批准后方可执行。

目前市场上的化学试剂商品绝大部分符合上述原则,但亦不排除个别厂家的不规范行为。为此,我公司组织有关标准的管理人员及工程技术人员,精选出370余种常用化学试剂的技术标准及试验方法汇编成册,供生产、销售、检验等人员使用。

本手册上篇为产品标准,包括每个品种的中、英文品名、商品名,分子式,结构式,相对分子质量,危险品的国家编号(用GW表示),性状,规格(技术要求),试验方法,检验规则,包装及标志等项。下篇为常用检验方法中的通用方法及常用的基础标准,配合前半部分的检验使用。最后附有按汉语拼音检索的中文品名索引(包括别名),以便于使用者查阅。

北京化学试剂公司

2003年1月

内 容 提 要

为了适应科学研究及产品质量监测等各种分析测试的需要，化学试剂形成了品种多、纯度高、门类广的特点。同时，化学试剂的通用试验方法也因数量多、精度高、针对性广而被各行业广泛引用。因此，化学试剂产品标准及通用试验方法标准对化学试剂行业及其他行业都有实用价值。为了满足广大读者的要求，特出版此书。

本书分成两大部分：第一部分为 378 个化学试剂产品标准，第二部分为 49 个化学试剂通用试验方法标准。最后附有汉语拼音索引。

本书可供科研单位、工矿企业、商贸系统、大中专院校中从事生产、科研、质量管理、销售、教学等方面的有关人员使用。

目 录

上篇 产品标准	1
下篇 通用检测方法	409
中文索引	497
通用检测方法索引	508

上 篇 产 品 标 准

0.1mL, 在水浴上蒸干, 残渣溶于 15mL 水及 2 滴盐酸后, 按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.005mg Fe 的铁标准溶液, 加 15mL 水及 2 滴盐酸后, 与同体积试液同时同样处理。

6 重金属

量取 38mL(40g)样品, 在水浴上蒸干, 残渣溶于适量的热水中, 冷却。加 30% 乙酸溶液 0.2mL, 稀释至 25mL, 按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.02mg Pb 的铅标准溶液, 加少量水及 30% 乙酸溶液 0.2mL, 稀释至 25mL 后, 与同体积试液同时同样处理。

7 还原重铬酸钾物质

取 10.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.1\text{ mol/L}$], 置于 250mL 碘量瓶中, 加 10mL 硫酸, 摆匀, 冷却, 加 9.6mL(10g)样品, 在 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ 放置 30min, 稀释至 50mL, 冷却, 加 100g/L 碘化钾溶液 5mL 及 10g/L 淀粉指示液 3mL, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3) = 0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。

同时做空白试验。

以质量百分数表示的还原重铬酸钾物质的含量 (X) 按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2)c \times 8}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中 V_1 —— 空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L ;

8 —— 氧的摩尔质量 [$M(1/2 O)$], g/mol;

m —— 样品的质量, g。

检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

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: NB—20、NBY—20、NB—21、NBY—21、NB—23、NBY—23、NB—24、NBY—24、NB—26、NBY—26、NB—27、NBY—27、NB—28、NBY—28、NB—29、NBY—29;

隔离材料: GC—2、GC—3、GC—4;

外包装形式: WB—1;

标签应注明: “腐蚀性物品”。

乙酸

003

Acetic acid glacial

CH₃COOH C₂H₄O₂ 60.05
[冰乙酸;冰醋酸]
GW 81601A

性状 无色透明液体, 低温下凝固为冰状晶体。有酸味。能与水、乙醇、乙醚、四氯化碳等有机溶剂相混溶, 不溶于二硫化碳。

规格

GB/T 676—1990	优级纯	分析纯	化学纯
含量(CH ₃ COOH)/% ≥	99.8	99.5	99.0
结晶点/℃ ≥	16.0	15.1	14.8
蒸发残渣/% ≤	0.001	0.002	0.005
与水混合试验	合格	合格	合格
氯化物(Cl)/% ≤	0.0001	0.0001	0.0004
硫酸盐(SO ₄)/% ≤	0.0001	0.0002	0.0005
铁(Fe)/% ≤	0.00002	0.0001	0.0002
铜(Cu)/% ≤	0.00001	0.00005	0.0001
锌(Zn)/% ≤	0.00001		
铅(Pb)/% ≤	0.00001	0.00005	0.0001
乙酸酐[(CH ₃ CO) ₂ O]/% ≤	0.01	0.02	0.02
还原重铬酸盐物质(以 O 计)/% ≤	0.004	0.008	0.01

试验方法

本试验方法中所用滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液和试验方法中所用制剂及制品按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备; 实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

杂质测定, 试样量取须精确至 0.1mL。

1 含量 (CH₃COOH)

将 15mL 无二氧化碳的水注入具塞锥形瓶中, 称量, 加约 1mL 样品, 再称量, 两次称量均须精确至 0.0001g。加 40mL 无二氧化碳的水及 2 滴酚酞指示液(10g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(NaOH) = 0.5\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色。

含量按式(1)计算:

$$X = \frac{Vc \times 60.05}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中 X —— 乙酸的质量百分含量, %;

V —— 氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L ;

60.05 —— 乙酸的摩尔质量 [$M(CH_3COOH)$], mol/L ;

m —— 样品的质量, g。

2 结晶点测定

按 GB/T 618—1988 之规定测定。

3 蒸发残渣

量取 48mL(50g)样品, 按 GB/T 9740—1988 之规定测定。

4 与水混合试验

量取 10mL 样品, 加 30mL 水, 摆匀, 放置 1h。溶液应澄清透明, 无不溶物质。

5 氯化物

量取 9.5mL(10g)样品,加 0.1mL 碳酸钠溶液(50g/L)水浴蒸干,残渣溶于 10mL 水,按 GB/T 9729—1988 之规定测定。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:

优级纯、分析纯	0.01mg Cl;
化学纯	0.04mg Cl

稀释至 10mL,与同体积试液同时同样处理。

6 硫酸盐

量取 19mL(20g)样品[化学纯量取 7.6mL(8g)],加 0.2mL 碳酸钠溶液(50g/L),水浴蒸干,残渣溶于 20mL 水中,按 GB/T 9728—1988 之规定测定。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硫酸盐标准溶液:

优级纯	0.02mg SO ₄ ;
分析纯、化学纯	0.04mg SO ₄

稀释至 20mL,与同体积试液同时同样处理。

7 铁

量取 9.5mL(10g)样品,加 0.1mL 碳酸钠溶液(50g/L),水浴蒸干,残渣溶于 15mL 水,按 GB/T 9739—1988 之规定测定。溶液所呈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铁标准溶液:

优级纯	0.002mg Fe;
分析纯	0.01mg Fe;
化学纯	0.02mg Fe

稀释至 15mL,与同体积试液同时同样处理。

8 铜

按 GB/T 3914—1983 之规定测定,其中:

8.1 测定条件

预电解电位: -1.0V;
扫描电位范围: -1.0 ~ -0.05V;
溶出峰电位: -0.2V。

8.2 测定方法

量取 4.8mL(5g)样品[分析纯量取 1mL(1g),化学纯量取 0.5mL(0.5g)],置于石英杯中,于水浴上蒸干,加 30mL 盐酸溶液 [$c(HCl) = 0.1\text{mol/L}$] 溶解残渣,按 GB/T 3914—1988 中 7 之规定,从“通入适当时间氮气”开始测定。同时做空白试验。

9 锌

按 GB/T 9723—1988 之规定测定,其中:

9.1 仪器条件

光源: 锌空心阴极灯;
波长: 213.5nm;
火焰: 乙炔-空气。

9.2 测定方法

量取 19mL(20g)样品,水浴蒸干,残渣溶于 1mL 盐酸溶液(20%)及 5mL 水,稀释至 10mL,按 GB/T 9723—1988 中 6.1 之规定测定。

10 铅

按 GB/T 3914—1983 之规定测定。其中:

10.1 测定条件

预电解电位: -1.0V;
扫描电位范围: -1.0 ~ -0.05V;
溶出峰电位: -0.5V。

10.2 测定方法

同 8.2。

11 乙酸酐

11.1 三氯化铁溶液的制备

称取 2.5g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于 250mL 乙醇(无水乙醇)中,摇匀。

11.2 盐酸羟胺溶液的制备

称取 30g 盐酸羟胺,溶于 250mL 无水甲醇中,摇匀。

11.3 高氯酸乙酸溶液的制备

量取 10mL 高氯酸,用无乙酸酐的乙酸(将乙酸回流 30min 蒸馏而得)稀释至 1000mL,摇匀。

11.4 测定方法

量取 10mL 三氯化铁溶液,加 2mL 盐酸羟胺溶液,放置 5min,加 5mL 高氯酸乙酸溶液,放置 5min,加 4.8mL(5g)样品,放置 10min,加 3mL 水,再放置 25min。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 10mL 三氯化铁溶液,加 2mL 盐酸羟胺溶液,放置 5min,加 5mL 高氯酸乙酸溶液,放置 5min。加含下列数量的乙酸酐标准溶液:

优级纯	0.5mg ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{O}$);
分析纯、化学纯	1.0mg ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{O}$)

加 4.8mL 无乙酸酐的乙酸,与同体积试液同时同样处理。

12 还原重铬酸盐物质

准确量取 10.00mL 重铬酸钾溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1\text{mol/L}$],注入具塞锥形瓶中,加

10mL 硫酸,摇匀,冷却,加 9.5mL(10g)样品,在(50 ± 2)℃ 放置 30min,稀释至 50mL,冷却。加 5mL 碘化钾溶液(100g/L)及 3mL 淀粉指示液(10g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$] 滴定至溶液蓝色消失。取 10mL 水与样品同时同样做空白试验。

含量按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2)c \times 8}{m \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中 X ——还原重铬酸盐物质的质量百分含量,%;

V_1 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

8 ——氧的摩尔质量 [$M(\frac{1}{2}\text{O}_2)$], g/mol;

m ——样品的质量, g。

检验规则

按 GB/T 619—1988 之规定进行采样及验收。

包装及标志

1 包装 按 HG 3—119—83 之规定,其中:

内包装形式:X—4;

外包装形式:W—1;

包装单位:第 4、5 类。

2 标志 注明“腐蚀性物品”及“毒害品”。

乙酸酐

004

Acetic anhydride

(CH₃CO)₂O C₄H₆O₃

102.09

[乙酐;醋酐;醋酸酐]

GW 81602

性状 无色透明液体。有刺激性酸味。能与三氯甲烷、乙醚相混溶。与水混合生成乙酸。

规格

GB/T 677—1992	分析纯	化学纯
含量[(CH ₃ CO) ₂ O]/% ≥	98.5	96.0
蒸发残渣/% ≤	0.002	0.005
氯化物(Cl)/% ≤	0.0002	0.0005
硫酸盐(SO ₄)/% ≤	0.0005	0.001
磷酸盐(PO ₄)/% ≤	0.0005	0.001
铁(Fe)/% ≤	0.0001	0.0005
铜(Cu)/% ≤	0.0001	0.0005
铅(Pb)/% ≤	0.0001	0.0005
还原高锰酸钾物质 (以 O 计)/% ≤	0.015	0.015

试验方法

本试验方法中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备,实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

杂质测定,样品量取均精确至 0.1mL。

1 含量[(CH₃CO)₂O]

1.1 盐酸甲醇标准滴定溶液[c(HCl) = 0.5mol/L]的配制和标定

1.1.1 配制

量取 84mL 盐酸溶液(20%),置于 1000mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。

1.1.2 标定

使用前标定,取 30.00 ~ 35.00mL 盐酸甲醇标准滴定溶液,加 2 滴酚酞指示液(10g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH) = 0.5mol/L]滴定至溶液呈粉红色。标准溶液标定时应在密闭装置中进行。

浓度按(1)式计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{V_1 c}{V_2} \quad (1)$$

式中 c(HCl)——盐酸甲醇标准滴定溶液的浓度,
mol/L;

V₁——氢氧化钠标准滴定溶液的体积,
mL;

c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓

度, mol/L;

V₂——盐酸甲醇标准滴定溶液的体积,
mL。

1.2 试剂溶液的制备

1.2.1 吡啶甲醇溶液(0.5mol/L)

量取 44mL 吡啶,用甲醇稀释至 1000mL,置于全自动滴定管(50mL)的贮液瓶中。注意,当吡啶的水分超过 1.5% 时,需重新蒸馏后使用。

1.2.2 二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液的制备

称取 1.0g 二甲基黄和 0.1g 亚甲基蓝,溶于 125mL 甲醇中。

1.3 测定方法

称取 1.8 ~ 2.0g 样品,精确至 0.0001g。置于盛有 50.0mL 吡啶甲醇溶液(0.5mol/L)的具塞锥形瓶中,振摇溶解,于室温放置 5min,加 0.25mL 二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液,用盐酸甲醇标准滴定溶液[c(HCl) = 0.5mol/L]滴定至溶液绿色消失呈琥珀色。同时做空白试验。

含量按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2)c \times 102.1}{m \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中 X——乙酸酐的质量百分含量,%;

V₁——空白试验盐酸甲醇标准滴定溶液的体积,mL;

V₂——盐酸甲醇标准滴定溶液的体积,mL;

c——盐酸甲醇标准滴定溶液的实际浓度,
mol/L;

102.1——乙酸酐的摩尔质量 [M(CH₃CO)₂O],
g/mol;

m——样品的质量,g。

2 蒸发残渣

量取 23mL(25g)样品,按 GB/T 9740—1988 之规定测定。

3 氯化物

量取 4.6mL(5g)样品,稀释至 20mL 后,按 GB/T 9729—1988 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 0.010mg Cl;

化学纯 0.025mg Cl。

与样品同时同样处理。

4 硫酸盐

量取 9.2mL(10g)样品,注入蒸发皿中,加 0.2mL 无水碳酸钠溶液(50g/L),在水浴上蒸干。残渣溶于 20mL 水(必要时过滤),加 0.5mL 盐酸溶液(20%)后,按 GB/T 9728—1988 之规定测定。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硫酸盐标准溶液:

分析纯 0.05mg SO₄;

化学纯 0.10mg SO₄。

稀释至 20mL,与同体积试液同时同样处理。

5 磷酸盐

量取 1.8mL(2g)样品,注入蒸发皿中,加 10mL 水及 1mL 硝酸,在水浴上蒸干,残渣溶于 5mL 水中,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加氨水溶液(10%)至溶液黄色刚刚出现,滴加硝酸溶液(13%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10mL 后,按 GB/T 9727—1988 之规定测定。有机层所呈蓝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磷酸盐标准溶液:

分析纯	0.01mg PO ₄ ;
化学纯	0.02mg PO ₄ 。

加 5mL 水及 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(13%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10mL,与同体积试液同时同样处理。

6 铁

按 GB/T 9723—1988 之规定测定,其中:

6.1 仪器条件

光源:铁空心阴极灯;
波长:248.3nm;
火焰:乙炔-空气。

6.2 测定方法

量取 18mL(20g)样品,注入蒸发皿中,于水浴上蒸干。加 1.5mL 盐酸,温热溶解残渣,稀释至 10mL 后,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.1 之规定测定。

7 铜

按 GB/T 9723—1988 之规定测定,其中:

7.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;
波长:324.7nm;
火焰:乙炔-空气。

7.2 测定方法

同 6.2。

8 铅

按 GB/T 9723—1988 之规定测定,其中:

8.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;
波长:283.3nm;
火焰:乙炔-空气。

8.2 测定方法

同 6.2。

9 还原高锰酸钾物质

按 GB/T 9726—1988 中 3.1 之规定测定。其中,量取 1.8mL(2g)样品,置于磨口比色管中,加 10mL 水,摇匀,加入 0.4mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0.1 \text{mol/L}$],盖好塞子,摇匀,在室温下避光放置 5min。溶液所呈的粉红色不得消失。

检验规则

按 GB/T 619—1988 之规定进行采样及验收。

包装及标志

按 HG 3—119—83 之规定,其中:

内包装形式:X—1、X—4;

外包装形式:W—1;

包装单位:第 4 类。

标志:注明“易燃及腐蚀性物品”。

丙酮

005

Acetone

CH₃COCH₃ C₃H₆O 58.08

[二甲酮;阿西通;醋酮]

GW 31025

性状 无色透明易挥发的液体。有特殊气味。易燃。能与水、醇等多种有机溶剂相混溶。其密度为 0.790g/mL。

规格

GB/T 686—1989	分析纯	化学纯
含量(CH ₃ COCH ₃)/% ≥	99.5	99.0
沸点/℃	56 ± 1	56 ± 1
与水混合试验	合格	合格
蒸发残渣/% ≤	0.001	0.001
水分(H ₂ O)/% ≤	0.3	0.5
酸度(以 H ⁺ 计)/(mmol/100g) ≤	0.05	0.08
碱度(以 OH ⁻ 计)/(mmol/100g) ≤	0.05	0.08
醛(以 CH ₃ CHO 计)/% ≤	0.002	0.005
甲醇/% ≤	0.05	0.1
乙醇/% ≤	0.05	0.1
还原高锰酸钾物质	合格	合格

试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制定及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备;实验用水符合 GB 6682 中三级水规格。

杂质测定,试样量取须精确至 0.1mL。

1 含量(CH₃COCH₃)

按 GB/T 9722—1988 之规定测定,其中:

1.1 试验条件

检测器:热传导检测器;

载气:氢气;

载气流量:40mL/min;

柱长:2m;

固定相:GDX-104 0.15 ~ 0.18mm(80 ~ 100 目)

或选用 Porapak Q 0.15 ~ 0.18mm(80 ~ 100 目);

柱温:130℃;

气化室温度:170℃;

检测器温度:150℃;

进样量:3μL;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 12 \text{mm}$;

丙酮峰不对称因子: $f \leq 2.5$;

组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{水}, \text{丙酮}} = 0.13$,

$r_{\text{甲醇}, \text{丙酮}} = 0.30$, $r_{\text{乙醇}, \text{丙酮}} = 0.75$ 。

1.2 定量方法

按 GB/T 9722—1988 中 8.2 之规定,用归一法(加校正因子)测定。水分相对于丙酮的质量校正因子

$f_{\text{水分}} = 0.67$ 。

2 沸点测定

按 GB/T 616—1988 之规定测定。

3 与水混合试验

量取 25mL 样品,注入 25mL 水,摇匀。放置 30min,溶液应保持澄清。

4 蒸发残渣

量取 127mL(100g)样品,按 GB/T 9740—1988 之规定测定。

5 水分

同 1。

6 酸度

按 GB/T 9736—1988 之规定测定。其中,取 50mL 无二氧化碳的水,注入 250mL 锥形瓶中,加 2 滴酚酞指示液 (10g/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 30s。加入 50mL(40g)样品,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 30s。结果按 GB/T 9736—1988 中第 7 章“水溶性样品”的规定计算。

7 碱度

按 GB/T 9736—1988 中之规定测定。其中,取 50mL 无二氧化碳的水,注入 250mL 锥形瓶中,加 2 滴甲基红指示液 (1g/L),用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.01\text{mol/L}$] 中和至溶液由黄色变为橙色,并保持 30s。加入 50mL(40g)样品,用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.01\text{mol/L}$] 滴定至溶液由黄色变为橙色,并保持 30s。结果按 GB/T 9736—1988 中第 7 章“水溶性样品”之规定计算。

8 醛

量取 2.5mL(2g)试样,稀释至 10mL,加 0.15mL 双甲酮溶液 (50g/L),在 80~90℃水浴中加热 30min,加水至 10mL,在冷水中迅速冷却并振摇。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甲醛标准溶液:

分析纯 0.04mg HCHO;

化学纯 0.10mg HCHO。

与试样同时同样处理。

9 甲醇

同 1。

10 乙醇

同 1。

11 还原高锰酸钾物质

按 GB/T 9726—1988 中之规定测定。其中,量取 10mL 样品,调节其温度至 15℃,加 0.2mL 新制备的高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0.005\text{mol/L}$],

在 15℃下放置:

分析纯 90min;

化学纯 60min。

所呈粉红色不得消失。

检验规则

按 GB/T 619 之规定进行采样及验收。

包装及标志

1 包装 按 HG 3—119—83 之规定,其中:

内包装形式:Xz—3、Xz—5;

外包装形式:W—1;

包装单位:第 4 类。

2 标志 按 HG 3—119—83 之规定,并注明“易燃物品”。

苯乙酮

006

Acetophenone

$\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_3$ $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$ 120.15

[乙酰苯;甲基苯基酮;苯基甲基甲酮]

性状 无色透明液体,遇冷结晶。有刺激性气味。能与乙醇、乙醚相混溶,不溶于水。

规格

企标(原 HGB 3366—60)	分析纯	化学纯
外观	合格	合格
凝固点/℃	19~20	17~20
乙醇溶解试验	合格	合格
灼烧残渣(以硫酸盐计)/% ≤	0.02	0.05
氯化物(Cl)/% ≤	0.005	0.02

试验方法

本试验方法中杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 602、GB 603 之规定制备;实验用水符合 GB 6682 中三级水规格。

杂质测定,样品量取须精确至 0.1mL。

1 外观

分析纯 无色透明液体;
化学纯 允许带淡黄色。

2 凝固点

按 GB/T 618—1988 之规定测定。

3 乙醇溶解试验

称 1g 样品,加 20mL 95% 乙醇,所成溶液:
分析纯 应澄明无不溶物;
化学纯 近似澄明,无明显不溶物。

4 灼烧残渣

称 5g 样品,置于已恒重的瓷皿内,在沙浴上缓缓蒸发至干,冷却,滴加 0.5mL 硫酸,再蒸干至硫酸烟冒尽,然后灼烧至恒重,残渣重量不得大于

分析纯 1.0mg;
化学纯 2.5mg。

5 氯化物

称 0.5g 样品,置于分液漏斗内加 40mL 水,振摇 1min,分出水层,加 1mL 25% 硝酸及 1mL 硝酸银溶液 (17g/L) 混匀,放置 10min,所呈乳色不得深于标准。

标准取下列数量的氯(Cl)标准溶液:

分析纯 0.025mg;

化学纯 0.1mg。

与样品同体积内加 1mL 25% 硝酸及同时加入

1mL 硝酸银溶液(17g/L)。

检验规则

按 GB 619—77 之规定进行取样及验收。

包装及标志

1 包装 按 HG 3—119—64 之规定,其中:

内包装形式:X—3、Xz—3;

外包装形式:W—1;

包装单位:第 4、5 类。

2 标志 按 HG 3—119—64 之规定。

DL-丙氨酸

007

DL-Alanine

CH₃CH(NH₂)COOH C₃H₇NO₂ 89.09

[DL-α-丙氨酸; DL-α-丝氨酸; DL-β-丙氨酸; DL-β-氨基丙酸]

性状 白色结晶。溶于水,微溶于乙醇,不溶于乙醚及丙酮。

规格

GB/T 1295—1993

含量(C₃H₇NO₂)/% ≥

层析试验

水溶解试验

干燥失重/% ≤

灼烧残渣(以硫酸盐计)/% ≤

氯化物(Cl)/% ≤

铁(Fe)/% ≤

重金属(以 Pb 计)/% ≤

生化试剂

99.0

合格

合格

0.5

0.1

0.01

0.001

0.001

试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备;实验用水符合 GB 6682 中三级水规格。

杂质测定,试样称量须精确至 0.01g。

1 含量(C₃H₇NO₂)

称取 0.2g 样品,精确至 0.0001g。置于干燥的锥形瓶中,加 50mL 乙酸(冰醋酸),加 2 滴结晶紫指示液(2g/L),用高氯酸标准滴定溶液 [c(HClO₄) = 0.1mol/L] 滴定至溶液呈蓝绿色。同时做空白试验。

含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2)c \times 89.09}{m \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中 X—DL-丙氨酸的质量百分含量,%;

V₁—高氯酸标准滴定溶液的体积,mL;

V₂—空白试验高氯酸标准滴定溶液的体积,mL;

c—高氯酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

89.09—DL-丙氨酸的摩尔质量[M(C₃H₇NO₂)], g/mol;

m—样品的质量,g。

2 层析试验

按 GB/T 13648—1992 之规定测定,其中:

2.1 展开剂

正丁醇 + 乙酸(冰醋酸) + 乙醇(无水乙醇) + 水 = 4 + 1 + 1 + 2。

2.2 测定方法

称取 5.0mg 样品,加 0.50mL 水溶解,制成溶液 I。另称取 5.0mg 标准样品或工作标准样品,加 0.50mL 水溶解,制成溶液 II。于新华 1 号层析纸上分别点上述溶液 I、溶液 II 各 10μL,于展开剂的饱和蒸气中平衡后展层,上行 25~30cm,取出干燥,喷以苯并戊三酮乙醇溶液(4g/L),吹干,于 50℃ 保温 15min,显出有色斑点。

2.3 要求

溶液 I 只允许显示一个斑点,其 R_f 值应同溶液 II 显示的斑点一致。

3 水溶解试验

称取 0.5g 样品,溶于 10mL 水中。溶液应澄清无机械杂质。

4 干燥失重

称取 1g 样品,精确至 0.0001g。置于已在(105 ± 2)℃ 恒重的称量瓶中,于(105 ± 2)℃ 的电烘箱中干燥至恒重。

干燥失重按式(2)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

式中 X—干燥失重,%;

m₁—干燥前样品的质量,g;

m₂—干燥恒重后样品的质量,g。

5 灼烧残渣

称取 4g 样品,按 GB/T 9741—1988 中 4.1 之规定测定(其中灼烧温度 500~550℃)。保留残渣用于铁、重金属的测定。

6 氯化物

称取 0.1g 样品,溶于 10mL 水中,按 GB/T 9729—1988 之规定测定。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 0.01mg 氯(Cl)的氯化物标准溶液,与试样同时同样处理。

7 铁

7.1 试液的制备

在灼烧残渣测定后的残渣中(5),加 3mL 盐酸及 1mL 硝酸,在水浴上蒸干,加 1 至 2 滴盐酸及少量水,温热溶解,稀释至 10mL。

7.2 测定方法

取 5mL 试液,稀释至 15mL,用氨水溶液(10%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739—1988 之规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.02mg 铁(Fe)的标准溶液,稀释至 15mL。用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2 后,与同体积试样溶液同时同样处理。

8 重金属

取 5mL 试液(7.1),用氨水溶液(10%)将溶液 pH

值调至4,稀释至20mL,取15mL后,按GB/T 9735—1988之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取剩余的5mL试样溶液及含0.01mg铅(Pb)的标准溶液,稀释至15mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

检验规则

按GB/T 619—1988之规定进行采样及验收。

包装及标志

按HG 3—119—83之规定,其中:

内包装形式:Gz—3;

外包装形式:W—I;

包装单位:第2、3类。

茜素红

008

Alizarin red monohydrate

COc6H4COc6H(OH)2SO3Na·H2O

C14H7NaO7S·H2O

360.27

[茜素S;茜素红S;1,2-二羟基蒽醌-3-磺酸钠盐]

性状 橙黄或棕色粉末。易溶于水、乙醇,溶于氨水,亦溶于苯、三氯甲烷。

规格

企标(原HGB 3381—60)

指示剂

合格

对酸和碱灵敏度

pH值变色范围

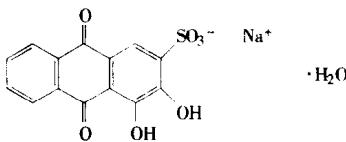
3.7(黄)~5.2(紫)

水溶解试验

合格

对铝灵敏度

合格



试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备;实验用水符合GB 6682中三级水规格。

杂质测定,试样称量须精确至0.01g。

1 灵敏度

取100mL不含二氧化碳之水,加3滴1%样品溶液及0.05mL0.1mol/L氢氧化钠标准液时应呈红色,再加0.1mL0.1mol/L盐酸标准液时应转为黄色。

2 pH值变色域之测定

按GB/T 9724—1988之规定进行测定。

3 水溶解试验

取0.1g样品,用100mL水溶解,应澄清透明或微浑(保留溶液)。

4 对铝的灵敏度

取5mL0.1%样品溶液,加5mL水,混匀为“溶液I”。取0.05mL“溶液I”,加0.05mL(1mL=0.01mg

Al)标准液与0.05mL1mol/L氢氧化钠混合液,再加稀乙酸(1:2)至类似紫色消失应呈显淡蔷薇红色。

检验规则

按GB 619—77之规定进行取样及验收。

包装及标志

1 包装 按HG 3—119—64之规定,其中:

内包装形式:X—3,Xz—3;

外包装形式:I—I;

包装单位:第2类。

2 标志 按HG 3—119—64之规定。

茜素黄 GG

009

Alizarin yellow GG

O2NC6H4N:NC6H3(OH)COONa C13H8N3NaO5 309.21

[间铬黄;间硝基苯偶氮水杨酸钠;茜素黄2G;偏铬黄;偏铬黄2RD]

性状

黄色粉末。易溶于热水,微溶于冷水,pH值10.2~12.0(由无色至黄色)。

规格

企标(原HGB 3524—62)

指示剂

pH值变色范围

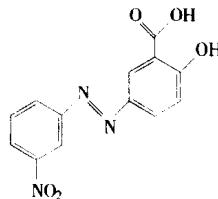
10.0(无色)~12.0(棕黄)

灼烧残渣(以硫酸盐计)/%≤

30

乙醇溶解试验

合格



试验方法

本试验方法中杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按GB 602、GB 603之规定制备;实验用水符合GB 6682中三级水规格。

杂质测定,试样称量须精确至0.01g。

1 pH值变色范围

按GB/T 9724—1988之规定进行。

2 灼烧残渣

称1g样品,置于已恒重之坩埚中,在电炉上加热炭化,冷却后加入1mL浓硫酸(密度1.84),继续加热炭化至无硫酸蒸气逸出为止,然后移置高温炉中于800℃灼烧至恒重,残渣重不得大于0.3g。

3 乙醇溶解试验

称0.1g样品,溶于100mL50%乙醇中,溶液应澄清。

检验规则

按GB 619之规定进行取样及验收。

包装及标志

1 包装 按HG 3—119—64之规定,其中:

内包装形式:Gz—3;

外包装形式:W—1;
包装单位:第2类。

2 标志 按 HG 3—119—64 之规定。

茜素黄 R

010

Alizarin yellow R sodium salt

O₂NC₆H₄N·NC₆H₃(OH)COONa

C₁₃H₈N₃NaO₅

309.22

[对硝基苯偶氮水杨酸钠盐;茜素黄 R 钠盐;媒染黄 3R]

性状 红色粉末。溶于水。

规格

HG/T 3496—2000

分析纯

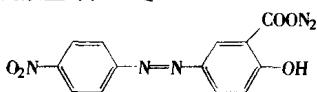
含量(C₁₃H₈N₃NaO₅)(柱层析-分光光度法)/% ≥ 90.0

pH 值变色范围 10.0(黄)~12.0(红)

水溶解试验

合格

灼烧残渣(以硫酸盐计)/% ≤ 20~25



试验方法

测定中所需制剂及制品按 GB 603—77 之规定制备。

杂质测定,样品须称准至 0.01g。

1 C₁₃H₈N₃O₅Na 含量测定(柱层析-分光光度法)

仪器:分光光度计;

固定相:聚己内酰胺粉(尼龙 6 粉);

展开剂:0.1mol/L 氢氧化钠:乙醇 = 3:1;

聚己内酰胺粉柱:在长 15cm, 直径 1.5cm 的玻璃层析柱中装 5~6cm 高的聚己内酰胺粉。

测定方法:称取 0.05g 样品, 称准至 0.0002g, 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中, 并用水稀释至刻度。

准确量取 0.6mL 样品溶液上柱, 以展开剂展开。用 50mL 容量瓶接收深红色主体, 并以展开剂稀释至刻度。用分光光度计在 504nm 波长处, 用 1cm 吸收池, 以水作参比, 测定样品的吸收度值。

C₁₃H₈N₃O₅Na 含量%(X)按下式计算:

$$X = \frac{A}{0.611} \times 100$$

式中 A——被测样品的吸收度值;

0.611——与被测样品同浓度的标准样品的吸收度值。

2 pH 值变色范围测定

按 GB 604—77 之规定测定。

3 水溶解试验

称取 0.1g 样品, 加热溶于 100mL 水中, 溶液应澄清, 无机械杂质。

4 灼烧残渣

称取 0.5g 样品, 称准至 0.0002g, 置于恒重的坩埚中, 加热炭化, 冷却, 加 1mL 硫酸, 继续加热至硫酸蒸气逸尽, 于 800℃ 灼烧至恒重。

灼烧残渣(以硫酸盐计)含量%(X_t)按下式计算:

$$X_t = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中 m₁——残渣及坩埚质量,g;

m₂——坩埚质量,g;

m——样品质量,g。

包装及标志

1 包装 按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式:X—3、Xz—3;

外包装形式:I—1;

包装单位:第2类。

2 标志 按 HG 3—119—64 之规定。

十二水合硫酸铝铵

011

Aluminum ammonium sulfate dodecahydrate

AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O

453.33

[硫酸铝铵 十二水; 铵明矾; 硫酸铵铝; 铝铵矾]

性状 无色结晶或结晶性颗粒或粉末。溶于水, 水溶液呈酸性。易溶于甘油, 不溶于乙醇。

规格

企标(原 HG 3—1060—77)

分析纯

化学纯

含量[AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O]/% ≥ 99.5

水溶液反应

合格

合格

澄清度试验

合格

合格

水不溶物/% ≤ 0.005

0.01

氯化物(Cl)/% ≤ 0.0005

0.002

钠(Na)/% ≤ 0.005

0.01

钾(K)/% ≤ 0.005

0.01

钙(Ca)/% ≤ 0.03

0.05

铁(Fe)/% ≤ 0.0003

0.001

砷(As)/% ≤ 0.00005

0.0001

重金属(以 Pb 计)/% ≤ 0.0005

0.001

试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77 之规定制备。

杂质测定,样品须称准至 0.01g。

1 AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O 含量测定

称取 0.9g 样品, 称准至 0.0002g, 溶于 50mL 水中, 加 50.00mL 0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液, 煮沸, 冷却。加 5mL 30% 六亚甲基四胺溶液, 加 2 滴 0.2% 二甲酚橙指示液, 用 0.05mol/L 硝酸铅标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O 含量%(X)按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times 0.4533}{m} \times 100$$

式中 V₁——乙二胺四乙酸二钠标准溶液之用量,

mL;

c₁——乙二胺四乙酸二钠标准溶液之浓度,
mol/L;