

基本有机产品标准汇编

*

技术标准出版社出版 (北京复外三里河)

北京印刷七厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/32 印张 $4\frac{1}{8}$ 字数 128,000

1972年11月第一版 1972年11月第一次印刷

定 价 0.53 元

*

统一书号: 15169 · 2(合)-22

出 版 说 明

当前，我国工业战线遵照毛主席“**工业学大庆**”的伟大教导，正在为不断提高产品质量而努力。为适应这一需要，我们收集了现行的基本有机化工产品国家标准和部标准，汇编出版。

对于标准中存在的问题，请读者及时提出改革意见，以利于将来标准的修订。

一九七二年九月

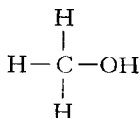
目 次

G B 338—64 精甲醇·····	1
G B 339—64 工业合成苯酚·····	9
H G 2—165—65 工业硫脲·····	12
H G 2—169—65 工业草酸·····	17
H G 2—243—65 工业氯磺酸·····	24
H G 2—247—65 苯乙烯·····	28
H G 2—320—66 工业丙酮·····	31
H G 2—340—66 乙酸乙酯·····	39
H G 2—341—66 乙酸丁酯·····	46
H G 2—342—66 己内酰胺·····	53
H G 2—345—66 乙苯·····	59
H G 2—384—66 玉蜀黍淀粉·····	67
H G 2—385—66 硫酸胍·····	74
H G 2—386—66 硝酸胍·····	77
H G 2—387—66 吡唑酮·····	81
H G 2—388—66 乙酰苯胺·····	84
H G 2—430—66 冰乙酸·····	89
H G 2—453—66 氯乙醇·····	96
H G 2—528—67 磷酸三苯酯·····	100
H G 2—529—67 磷酸三甲苯酯·····	104
H G 2—737—71 电石·····	108
HGB 2073—60 工业用丁醇·····	119
HGB 2166—62 尿素·····	122

精 甲 醇

本标准适用于水煤气在高温、中压、具有触媒条件下合成甲醇的精制品。

结构式：



分子式：CH₃OH

分子量：32.04 (1961 年国际原子量)

一、技 术 条 件

1. 外观：无色透明的液体。

2. 精甲醇应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 级 品	二 级 品
在蒸馏水中的溶解度	可同任意比例的水混合，不呈乳白浑浊	同一级品
比重(D ₄ ²⁰)	0.791~0.793	0.791~0.793
初馏点 (在压力 760 毫米汞柱时) (°C)	≥ 64	64
蒸馏量 (在压力 760 毫米汞柱，温度 64~66°C 时蒸馏量) (以体积%计)	≥ 98.8	98.0
酸值 (每克甲醇消耗的 KOH 毫克数)	≤ 0.035	0.05
醛酮含量 (以丙酮重量%计)	≤ 0.08	0.12
高锰酸钾试验 (分钟)	≥ 20	—
羰基铁含量 (以铁重量%计)	≤ 0.001	0.002
硫含量 (以重量%计)	≤ 0.002	0.015
蒸发残渣 (以重量%计)	≤ 0.002	—

注：羰基铁含量指标以出厂检验为准。

二、检 验 规 则

3. 精甲醇应由生产厂的技术监督部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求，并应附有一定格式的质量证明书。

4. 用戶有权按照第 3~17 条規定的檢驗規則和試驗方法，检查所收到的精甲醇质量是否符合本标准的要求。

5. 取样方法：甲醇装在貯罐或槽車內时，取样可按容器为单位，每一容器为一批。取样应用液体取样器由上、中、下不同液层取平均試样。若 甲 醇 装 桶 时，可按 5 % 的桶数抽查。当桶数較少时，取样桶数应不少于 3 桶，可用玻璃管取样混合。取样总量不少于 2 升。

6. 將試样仔細混匀，分別装入两个清洁干燥且帶磨口塞的玻璃瓶中，瓶上粘貼标签注明：生产厂名称、产品名称、批号和取样日期。一瓶送交化驗室进行化驗，另一瓶加封作保留样，一般保留一个月，以备仲裁分析之用。

7. 如檢驗結果有一项不符合指标要求，应重新自两倍数量的包装中取两倍数量的試样进行复查，复查結果即使只有一项指标不符合标准，整批精甲醇不能驗收。

三、試 驗 方 法

8. 外观測定：在无色玻璃試管或比色管中，注入甲醇試液至高 100 毫米，在有足够光綫或日光灯下进行观察，应无色透明。

9. 在蒸餾水中溶解度：在 100 毫升帶塞比色管中，注入任意量的 甲 醇 試 液，分次加入不同量的蒸餾水，盖好玻璃塞，上下搖动，使其混合均匀，放置 2~3 分钟，每次均与蒸餾水相比，其透明度不应有所区别。

10. 比重測定：用被测的甲醇試液清洗量筒 2~3 次后，注入甲醇，并放入溫度計及比重計（0.760~0.820，准确度为 0.001），待比重平衡（液体溫度維持在 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ）时，記錄甲醇試液的溫度及比重（依弯月面上邊緣讀取 比重計的讀数），并按下式加以校正：

$$D_4^{20} = D_t^t + 0.00093(t - 20)$$

式中： D_t^t —— 被测甲醇在 $t^\circ\text{C}$ 时的比重；

t —— 被测甲醇的溫度 ($^\circ\text{C}$)；

0.00093 —— 溫度变化 1°C 时，精甲醇比重的校正系数。

11. 初餾点及蒸餾量的測定（仪器規格及裝置見圖 1）。

蒸餾前計算出气压对沸点的校正值。如果气压高于 760 毫米汞柱，則于規定的溫度加此校正值；反之，則減。

測定时用干燥的 100 毫升量筒，先用近室溫的甲醇試液清洗 2~3 次。精 确 量取 100 毫升試液，注入干燥的蒸餾瓶中，并插入一支經過校正的溫度計（其位

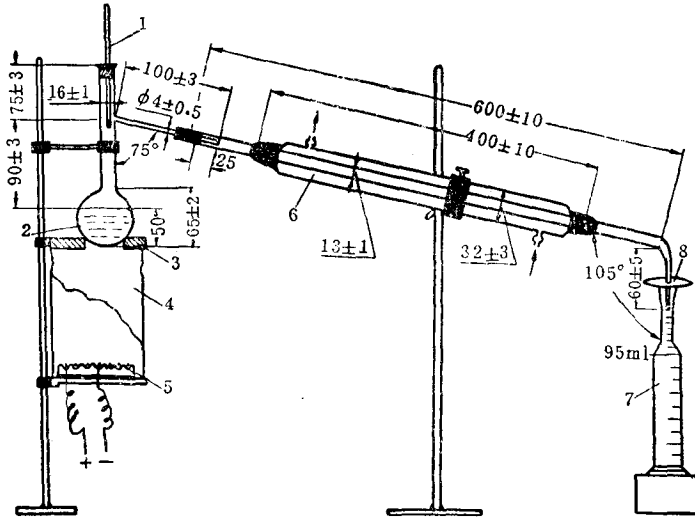


图 1

- 1—分度为 0.2°C 的 $50\sim 100^{\circ}\text{C}$ 温度计；2—150 毫升磨口蒸馏瓶；3—石棉板；4—电炉的外套；5—加热线电炉；6—冷凝管；7—带有 1 毫升刻度的 100 毫升量筒；8—滤纸

置应垂直于瓶颈的中央，高度应使水银球上端与支管内壁的下边缘平行），将蒸馏瓶放在具有石棉垫（孔径为 30 毫米，厚度为 4~5 毫米）和附有变压器的电炉上（加热面积 90×90 毫米），使支管与冷凝器相连，并将接受甲醇试液附有滤纸的量筒与冷凝器末端接管处相连，接通冷却水，启动变压器，开始升温。控制第一滴馏分在 5~10 分钟内滴入量筒，确定为初馏点 ($64^{\circ}\text{C}+\Delta t$)。此后按每分钟蒸馏出 2~3 毫升的速度进行，直至末点 ($66^{\circ}\text{C}+\Delta t$)。然后撤去热源，待 3 分钟后，馏分的温度接近室温时，读取量筒中馏分的体积。其含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V}{100} \times 100$$

式中：V——蒸餾甲醇的體積（毫升）。

注：① 在大氣壓為 760 毫米汞柱時，甲醇餾分的溫度範圍為 64~66°C。如壓力不同時，溫度範圍應為：(64°C + T)~(66°C + T)。

式中：T = $\Delta t_1 + \Delta t_2$

$$\Delta t_1 = 0.034(P - 760)$$

Δt_1 ——標準狀況下的溫度校正值（°C）。

$$\Delta t_2 = 0.00016H(t_1 - t_2)$$

Δt_2 ——溫度計水銀柱露出塞上部的溫度校正值（°C）。

t_1 ——溫度計讀數（°C）。

t_2 ——溫度計水銀柱露出部分的空間介質溫度（°C）。

P——大氣壓力（毫米汞柱）。

H——溫度計水銀柱露出部分長度（°C）。

② 大氣壓力高於 770 或低於 750 毫米汞柱時，標準狀況下的溫度校正值按下式計算：

$$\Delta t_1 = 0.00012(760 - P)(273 + t)$$

式中 t 為餾出溫度在大氣壓力 P 時的數據。

12. 酸值測定

(1) 試劑：

氫氧化鉀（GB629—65）：優級純，0.01N 溶液；

酚酞指示劑（HGB3039—59）：1% 溶液。

(2) 測定手續：于錐形瓶中加入無二氧化碳的蒸餾水 25 毫升，用移液管移取 25.0 毫升甲醇試液加入瓶中，將該瓶與冷凝器相連，在沸水浴中回流 5 分鐘，取下冷凝器，立即塞上鹼石棉管，以流水冷卻至室溫，加 2 滴酚酞指示劑，以 0.01N 氫氧化鉀標準溶液滴至微紅色為終點。在試驗的同時應作空白試驗。結果按下式計算（酸值 X_2 以氫氧化鉀毫克/克甲醇表示）：

$$X_2 = \frac{(V - V_1)K \times 0.01 \times \frac{56}{1000} \times 1000}{25 \times D_4^{20}} \\ = \frac{0.0224(V - V_1)K}{D_4^{20}}$$

式中：V——滴定时消耗 0.01N 氫氧化鉀溶液的毫升數；

V_1 ——空白試驗消耗 0.01N 氫氧化鉀溶液的毫升數；

K——0.01N 氢氧化鉀标准溶液的浓度校正值；

D_4^{20} ——甲醇試液的比重。

13. 醛酮含量的測定

(1) 試剂：

氢氧化鈉 (GB629—65)：优級純或分析純，1N 溶液；

硫酸 (GB625—65)：优級純或分析純，1N 溶液；

碘 (GB675—65)：优級純或分析純，0.1N 溶液；

硫代硫酸鈉 (GB637—65)：分析純，0.1N 溶液；

淀粉：分析純，1% 溶液。

(2) 測定手續：置 1N 氢氧化鈉溶液 50 毫升于 250 毫升碘量瓶中，加入 20 毫升 0.1N 碘液，用冰水冷却至 $2\sim 5^{\circ}\text{C}$ ，再加入 10 毫升甲醇試液，振蕩混勻后，繼續保持在 $2\sim 5^{\circ}\text{C}$ ，并放于暗处靜置 10 分钟，然后加入 51 毫升 1N 硫酸溶液，用 0.1N 硫代硫酸鈉溶液滴至淡黄色，加入 2 毫升淀粉指示剂，繼續滴至蓝色消失为止。同时作空白試驗。其含量 % (X_3) 按下式計算 (醛酮含量以丙酮重量百分数計)：

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2)K \times 0.1 \times \frac{58}{6000}}{10 \times D_4^{20}} \times 100$$

$$= \frac{0.0097 \times K(V_1 - V_2)}{D_4^{20}}$$

式中： V_1 ——空白試驗消耗 0.1N 硫代硫酸鈉溶液的毫升数；

V_2 ——測定时消耗 0.1N 硫代硫酸鈉溶液的毫升数；

K——0.1N 硫代硫酸鈉标准溶液的浓度校正值；

D_4^{20} ——甲醇試液的比重。

14. 高錳酸鉀試驗

(1) 試剂：

盐酸 (GB622—65)：0.01N 溶液；

甲基橙 (HGB3089—59)：0.1% 溶液；

高錳酸鉀 (GB643—65)：0.01% 溶液；

标准色牌：于 100 毫升容量瓶中，加入 4 毫升 0.01N 盐酸及 0.2 毫升 0.1% 甲基橙，然后加水稀释至标綫 (有效期一周)。

(2) 測定手續：取标准溶液 12 毫升于比色管中，再取甲醇試液 10 毫升于

另一支比色管中，控制管內試液溫度在 $15 \pm 1^\circ\text{C}$ 約 5 分鐘，然後向試樣中加入 0.01% 高錳酸鉀 2 毫升，加最後一滴時記下時間，同時混合試樣，保持在 $15 \pm 1^\circ\text{C}$ ，並在光線充足的地方與標準比色管進行平視比色。當試樣顏色在 20 分鐘內，所呈現紫紅色深于或等于標準色牌，則為合格；若試液淺于色牌，則為不合格。

15. 羰基鐵含量的測定

(1) 試劑：

異戊醇：分析純；

过氧化氢：分析純，3% 水溶液；

鐵標準溶液：含鐵量 0.01 毫克/毫升，新鮮配制的鐵銨矾；

硫氰酸銨 (GB660—65)：10% 水溶液；

鹽酸 (GB622—65)：10% 水溶液。

(2) 測定手續：當甲醇試液中混有機械雜質及懸浮物時，應先經過濾。取 100 毫升試液于蒸發皿或燒杯中，在水浴中蒸發至 20 毫升以下，加入 10 毫升 10% 鹽酸，10 毫升 3% 过氧化氢，再于水浴中小心蒸發至近干，于殘渣中加入 3 毫升鹽酸，酸化後微熱，小心攪拌至溶解，用蒸餾水洗入比色管中。加水稀釋至 30 毫升左右，加入 5 毫升 10% 硫氰酸銨溶液，振盪 2 分鐘，再加入 10 毫升異戊醇，再振盪 2 分鐘，並靜置之。

于另一比色管中，加入 20 毫升蒸餾水、13 毫升 10% 鹽酸及 5 毫升 10% 硫氰酸銨，振盪 2 分鐘後，再加入 10 毫升異戊醇，用標準溶液滴至異戊醇層經振盪靜置後與樣品顏色深度一致為止。羰基鐵含量% (X_4) 按下式計算（以鐵的重量百分數計）：

$$X_4 = \frac{0.01 \times V}{100 \times D_4^{20} \times 1000} \times 100$$

式中：V——鐵標準溶液的毫升數；

D_4^{20} ——甲醇試樣比重。

16. 硫含量的測定

(1) 儀器：閉口燃燈法測硫裝置一套（規格及裝置見圖 2）。

(2) 試劑：

鹽酸 (GB622—65)：優級純，1N 溶液；

氯化鋇 (GB652—65)：分析純，10% 溶液；

硫標準溶液：1 毫升相當于 0.1 毫克硫（用恒重的無水硫酸鈉配制，有效期

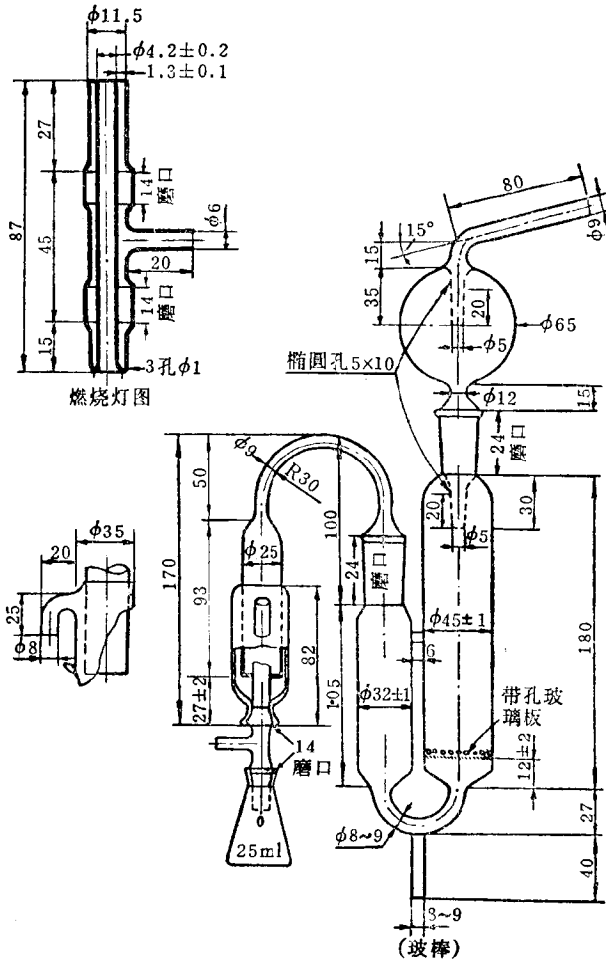


图 2

二周)；

浮悬稳定剂：1：2 甘油乙醇溶液（新鮮配制）；

标准色牌：取标准溶液 2 毫升加入洁淨的比色管中，再加入 0.1 毫升盐酸溶液、0.5 毫升氯化鋇溶液及 0.5 毫升稳定剂，稀释至 20 毫升混匀，此浊度相当于含硫 0.2 毫克。

（3）测定手續：將約 20 毫升甲醇試液注入燃灯器（三角瓶中），盖好灯罩，并在分析天平上称准至 0.001 克。取 10 毫升过氧化氢注入吸收管中，连接气体捕集器，开水流唧筒，调节一定风速后，用酒精灯点燃棉綫绳灯芯，并立即与烟道连接，调节火苗高度为 5~8 毫米。至烧去甲醇約占总体积的 3/4 时，取下燃灯，稍冷，在分析天平上准确称量。将吸收液全部洗入蒸发皿或烧杯中，在水浴上加热分解过氧化氢，并蒸发至 3~5 毫升，用蒸馏水洗入比色管中，加入 0.1 毫升盐酸、0.5 毫升氯化鋇及 0.5 毫升稳定剂，用水稀释至 20 毫升，充分振蕩，放置 15~20 分钟，与标准色牌在光线充足的地方进行比浊。硫含量 % (X_5) 按下式計算：

$$X_5 = \frac{\text{比浊相当浓度}}{\text{燃烧样品重}} \times 100$$

17. 蒸发残渣

测定手續：以移液管移取經過過濾的甲醇試液 50 毫升，置于事先恒重的玻璃蒸发皿中，在水浴中进行蒸发使其干涸，再移入 100~105°C 烘箱中干燥 30 分钟，冷却，称量至恒重，蒸发残渣 % (X_6) 按下式計算：

$$X_6 = \frac{\text{残渣重}}{50 \times D_4^{20}} \times 100$$

式中： D_4^{20} ——甲醇試液的比重。

四、包装标志、貯存和運輸

18. 精甲醇裝于鉄槽車內運輸，運輸时应做到專車專用，精甲醇也可包裝在載重为 150 公斤鉄桶內，所用容器必須严格的检查才能使用。

19. 灌裝后，槽車和鉄桶的盖子要用胶质石棉衬垫，并加以鉛封，用紅色字样标明“毒物”、“易燃”和划上危險品标志。

20. 每批包裝好的产品都应附有质量証明书。証明书内容包括：制造厂名称、产品名称、产品等級、槽車号或批号、生产和出厂日期、产品淨重或件数、本标准編号。产品质量应完全与証明书、批号相符合。

工 业 合 成 苯 酚

本标准适用于磺化法制取的工业合成苯酚。該产品主要用于酚醛塑料、合成纖維、染料中間体、医药和农药等方面。

结构式：



分子式：C₆H₅OH

分子量：94.11 (1961 年国际原子量)

一、技 术 条 件

1. 外观：无色针状或白色结晶，二級品可允許稍帶微紅色或微黃色。
2. 工业合成苯酚应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 級 品	二 級 品
凝固点 (°C) ≥	40.40	39.70
不挥发物含量 (%) ≤	0.010	0.016
水中溶解度 (苯酚：水)	1：20	1：30

二、检 驗 規 則

3. 苯酚应由生产厂的技术监督部門进行檢驗。生产厂应保証所有出厂的产品都符合本标准的要求，并应附有一定格式的质量証明书。

4. 使用单位有权按照本标准所規定的檢驗規則及試驗方法，对苯酚质量进行驗收。

5. 同一等級任意数量的一批苯酚产品，其取样数量按 $\sqrt{\frac{R}{2}}$ 計算 (R 为每一批苯酚的总桶数)。小批取样，不得少于 5 桶。取样时，将苯酚桶放在 100°C 以下水槽中，使苯酚熔融后，将取样管敞口緩慢插入桶底取出試样。

6. 每次取样总量不得少于 0.5~1.0 公斤,充分混合均匀,分装于两个清洁、干燥并具磨口塞的棕色广口瓶中。样品瓶上粘贴标签注明:生产厂名、产品名称、级别和批号。一瓶交檢驗部門分析,另一瓶保存二个月,以备仲裁分析之用。

7. 如对产品檢驗发现有一項不符合指标要求时,应重新自两倍数量的桶中取样,进行复查。如檢驗結果仍不完全符合指标要求时,則整批产品按不合格品处理。

三、試 驗 方 法

8. 凝固点的測定:凝固点的測定使用 0.1°C 分刻度的 $37\sim 50^{\circ}\text{C}$ 的溫度計(見圖 1)及茹可夫瓶。茹可夫瓶規格(見圖 2):高 85 ± 5 毫米;直径 40 ± 4 毫米;內管直径 20 ± 2 毫米;內管高 70 ± 3 毫米;夾套真空度 700 毫米汞柱以上。

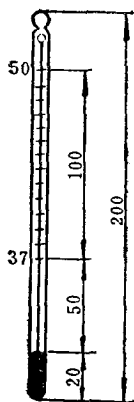


图 1

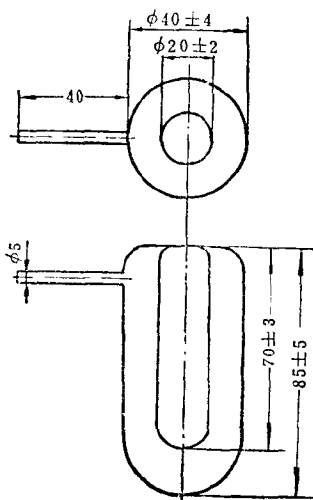


图 2

將潔淨干燥并已預熱至 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 的茹可夫瓶,用万能夹固定住。然后,將帶有橡皮塞的溫度計插入茹可夫瓶中,使其預熱。再把熔融且保持在 $45\sim 50^{\circ}\text{C}$ 的苯酚試樣傾入茹可夫瓶中,充至內管容積的 $2/3$ 处,用溫度計上的橡皮塞將管口嚴密塞上。溫度計應置于內管中央,水銀球底端距茹可夫瓶內管底 $5\sim 10$ 毫米。外界溫度控制在 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ (如室溫達不到要求時,可在水浴中進行),使其靜置冷卻至結晶出現(必要時可攪拌)。此時溫度開始上升,當溫度升至最高點不再

上升时，此点温度即为苯酚的凝固点 (t_1)。

注：① 凝固点按下公式加入校正值 (Δt)：

$$\Delta t = 0.00016h (t_1 - t_2)$$

式中：h——高出苯酚液面的水银柱高度，°C；

t_1 ——试验观察苯酚的凝固点，°C；

t_2 ——高出苯酚液面水银柱中部周围空气的温度，°C。

② 测定凝固点所用的温度计，须经国家计量单位校正过的标准温度计进行校对。规定每年至少校正一次。

9. 不挥发物含量的测定：取直径 55 毫米、高 30 毫米的称量瓶，置沸水浴上处理半小时，再移入烘箱中，在 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 下烘干至恒重（称量准确至 0.0002 克）。将此恒重的称量瓶加入 10 克试样（称量准确至 0.01 克），置沸水浴上蒸发至无苯酚气味，移入烘箱中烘干，再称至恒重，不挥发物含量 % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中：G——试样重量，克；

G_1 ——称量瓶重，克；

G_2 ——称量瓶加残渣重，克。

注：如称量瓶为初次使用，必须预先在沸水浴上处理 2 小时。

10. 水中溶解度试验：称苯酚试样 5 克（准确至 0.01 克），一级品溶于 100 毫升蒸馏水中；二级品溶于 150 毫升水中。控制温度 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ，静置 30 分钟，倾入比色管中。在透射光线下，观察溶液，其外观应与同体积蒸馏水一样透明。

四、包装、标志、运输和贮存

11. 工业苯酚应包装于镀锌铁桶中，每桶净重分为 100 公斤及 200 公斤两种，桶皮厚度分别不小于 0.6 及 1.0 毫米。

12. 桶上标明生产厂名、产品名称、级别、批号、净重、皮重、商标及危险品标志。

13. 每批苯酚都应附有质量检验证明书，内容包括：生产厂名、产品名称、级别、批号、产品数量或桶数、出厂日期、符合本标准要求的质量指标及本标准编号。

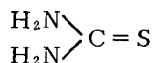
14. 运输时应防止猛烈撞击，以免桶皮焊口破裂，并禁止雨淋日晒。

15. 苯酚应贮存在温度不高于 35°C 、干燥通风的仓库内。

工 业 硫 脲

本标准适用于以氰氨化钙及硫化钙为原料制成的硫脲。

结构式：



分子式：(NH₂)₂CS

分子量：76.12（按 1961 年国际原子量表）

一、技 术 条 件

1. 外观：白色細結晶。

2. 硫脲应符合下列要求：

指 标 名 称		指 标	
		一 級	二 級
硫脲含量（干基）%，	≥	99.0	98.0
水 分 %，	≤	0.5	1.0
灰分（以硫酸盐計）%，	≤	0.2	0.5
熔点（干基）℃，	≥	175	170

二、检 驗 規 則

3. 工业硫脲应由生产厂的技术监督部門进行檢驗。生产厂应保証所有出厂的硫脲都符合本标准的要求。每一批出厂的硫脲应附有一定格式的质量証明书，其内容包括：生产厂名称、产品名称、等級、批号、数量、出厂日期、化驗結果和本标准编号。

4. 使用单位有权按照本标准第 5~11 条規定的檢驗規則和檢驗方法检查所收到的硫脲质量是否符合本标准的要求。

5. 取样方法：

样品应由每批总袋数的 30% 中选出，小批者不得少于 3 袋。用鋁制 取样管垂直插入各袋的 2/3 处，取出样品。

6. 將选取的各袋样品，充分混勻，用四分法取出不少於 200 克重样品，分裝於两个清沽干燥的广口瓶中，密封。每瓶須粘貼标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号、等級、数量及取样日期。一瓶送化驗室分析，另一瓶从出厂时起保存三个月，供仲裁分析之用。等級划分必須与标准相符，如果有一項指标不符合要求时，則該批硫脲不能列入該等級之中。

7. 檢驗結果，其中有一項不符合指标之要求，应重新自两倍量的包裝中取样，进行复驗。复驗結果，即使只有一項不合本标准要求，整批硫脲应降級驗收或拒絕驗收。

三、檢 驗 方 法

8. 水分含量的測定：

用称量瓶称取約 5 克样品（准确至 0.0002 克）置于烘箱中，在 100~105°C 干燥至恒重。水分含量百分数 (X_1)，按下式計算：

$$X_1 = \frac{(G - G_1)}{G} \times 100$$

式中：G —— 样品的重量，克；

G_1 —— 干燥后样品的重量，克。

9. 硫脲含量的測定：

(1) 試剂和溶液：

硫代硫酸鈉 GB637-65, 0.1 N 标准液；

碘 液 GB675-65, 0.1 N 标准液；

盐 酸 GB622-65, 12% 溶液；

氢 氧 化 鉀 HGB 3006-59, 10% 溶液；

淀 粉 HGB 3095-59, 10% 溶液。

(2) 測定手續：

称取約 1 克样品（准确至 0.0002 克），置于 500 毫升容量瓶中，溶于水并稀釋至刻度，充分混勻，准确吸取 10 毫升溶液，放入 250 毫升碘量瓶中，准确加入 0.1 N 碘标准液 50 毫升，再加 10% 氢氧化鉀 10 毫升，盖紧瓶塞，搖蕩后，靜置 10 分钟，再加入 12% 盐酸溶液 20 毫升混勻。2 分钟后，用 0.1 N 硫代硫酸鈉标准溶液滴定至淡黄色时，加 3 毫升淀粉，繼續滴定至蓝色消失。

硫脲含量百分数 (X_2)，按下式計算：

$$X_2 = \frac{(NV - N_1 V_1) \times 0.009515 \times 100 \times 100 \times 500}{G \times 10 \times (100 - X_1)}$$

$$\text{簡式: } X_2 = \frac{(NV - N_1 V_1) \times 4758}{G \times (100 - X_1)}$$

式中：N——碘标准溶液的当量浓度；

V——加入碘标准溶液的体积，毫升；

V_1 ——回滴碘所消耗的硫代硫酸钠溶液的体积，毫升；

N_1 ——硫代硫酸钠标准溶液当量浓度；

0.009515——硫脲的毫克当量；

G——样品的重量，克；

X_1 ——水分含量的百分数。

10. 灰分含量的测定：

(1) 试剂及仪器：

浓硫酸 GB 625-65；

瓷坩埚 25毫升。

(2) 测定手續：

称取测水分后之干燥样品 2 克（准确至 0.0002 克），放入已恒重的瓷坩埚内，小心在砂浴上加热熔融至干涸，冷却后，加浓硫酸 1~2 滴，使稍湿润，再置于砂浴上加热蒸发至硫酸烟冒尽。放冷，加酸，蒸发，重复上述操作两次，然后置于高温炉内灼烧至恒重。

灰分含量百分数 (X_3)，以硫酸盐计，按下式计算：

$$X_3 = \frac{W \cdot 100}{G}$$

式中：W——干燥样品灼烧后之残渣重量，克；

G——干燥样品重量，克。

11. 熔点测定：

(1) 仪器及装置：

a. 凯氏烧瓶 规格如图 1，供盛放传热液用。测定装置如图 2。