



中华人民共和国国家标准

GB/T 687—2011
代替 GB/T 687—1994

化学试剂 丙三醇

Chemical reagent—Glycerol

(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

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 R64“丙三醇”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 687—1994《化学试剂 丙三醇》,与 GB/T 687—1994 相比主要变化如下:

- 酸度、碱度的单位由“mmol/100 g”调整为“mmol/g”,并改进了测定方法(1994年版的 3.3、4.3.2、4.3.3,本版的第4章、5.6、5.7);
- 重金属的测定增加了硫化钠-丙三醇比色法(1994年版的 4.3.9,本版的 5.13);
- 增加了脂肪酸酯的计算公式(1994年版的 4.3.10,本版的 5.14);
- 修改了包装及标志(1994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。

本标准负责起草单位:江苏强盛化工有限公司。

本标准主要起草人:归向红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 687—1965、GB/T 687—1977、GB/T 687—1994。

化学试剂 丙三醇

示性式: $\text{HOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$

相对分子质量: 92.09(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丙三醇的性状、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丙三醇的检验。

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 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(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 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(GB/T 9735—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)
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 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)
GB/T 9741—2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(ISO 6353-1:1982,NEQ)
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

本试剂为澄清、黏稠液体,无臭。溶于水、醇,不溶于醚、苯、三氯甲烷及二硫化碳。于空气中易吸收水分。

4 规格

丙三醇的规格见表 1。

表 1

名 称	分析纯	化学纯
含量($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$), w/%	≥ 99.0	≥ 97.0
色度/黑曾单位	≤ 10	≤ 30

表 1 (续)

名 称	分析纯	化学纯
灼烧残渣(以硫酸盐计), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.005
酸度(以 H^+ 计)/(mmol/g)	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
碱度(以 OH^- 计)/(mmol/g)	$\leq 0.000\ 3$	$\leq 0.000\ 6$
氯化物(Cl), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	≤ 0.001
硫酸盐(SO_4), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
铵(NH_4), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
砷(As), $w/\%$	$\leq 0.000\ 05$	$\leq 0.000\ 2$
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	—
重金属(以 Pb 计), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 5$
脂肪酸酯(以甘油三丁酯计), $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.1
蔗糖和葡萄糖	合格	合格
还原银的物质	合格	合格
易炭化物质	合格	合格

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的的安全和健康措施。

5.2 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 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

5.3.1 制剂的制备

5.3.1.1 高碘酸钠溶液的制备

称取 60 g 高碘酸钠,置于烧杯中,加 120 mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.1\text{ mol/L}$] 及少量水溶解,溶解时不允许加热,如溶液不澄清,用砂芯漏斗过滤(勿用滤纸过滤),将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.3.1.2 中性乙二醇溶液的制备

取 50 mL 乙二醇与 50 mL 水混合,加 5 滴溴百里香酚蓝指示液(1 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(NaOH)=0.05\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色。使用前配制。

5.3.2 测定

称取 0.35 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于具塞锥形瓶中,稀释至 50 mL。加 5 滴溴百里香酚蓝指示液(1 g/L),溶液应呈绿色或黄绿色,如果溶液呈蓝绿色,用硫酸标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈绿色或黄绿色,再用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(NaOH)=0.05\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色。准确加入 50.00 mL 高碘酸钠溶液,缓缓摇匀,盖上瓶塞,于暗处放置 30 min(温度不得超过 35℃),加入 10 mL 中性乙二醇溶液,放置 20 min,稀释至 300 mL,用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(NaOH)=0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色。同时做空白试验。

丙三醇的质量分数 w , 数值以“%”表示, 按式(1)计算:

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

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

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

M ——丙三醇摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3) = 92.09$];

m ——样品质量的数值, 单位为克(g)。

5.4 色度

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

5.5 灼烧残渣

称取 100 g(80 mL)样品, 按 GB/T 9741—2008 中 4.3 的规定测定, 结果按第 5 章的规定计算。保留残渣用于铁的测定。

5.6 酸度

取 100 mL 无二氧化碳的水, 加 3 滴溴百里香酚蓝指示液(1 g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色, 并保持 30 s。加 30 g(24 mL)样品, 摇匀, 若溶液呈黄色, 用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色, 并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—2008 中 5.1.2 的规定计算。

5.7 碱度

取 100 mL 无二氧化碳的水, 加 3 滴溴百里香酚蓝指示液(1 g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈纯蓝色, 并保持 30 s。加 30 g(24 mL)样品, 摇匀, 若溶液呈纯蓝色, 用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈黄色, 并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—2008 中 5.1.2 的规定计算。

5.8 氯化物

5.8.1 试验溶液的制备

称取 62.5 g(50 mL)样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。

5.8.2 测定

取 8 mL 试验溶液, 按 GB/T 9729 的规定测定, 充分振摇。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯..... 0.005 mg Cl_2 ;

化学纯..... 0.050 mg Cl_2 。

稀释至 8 mL, 与同体积试验溶液同时同样处理。

5.9 硫酸盐

取 8 mL 试验溶液(5.8.1), 加 5 mL 甲醇, 稀释至 20 mL, 加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后, 按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯..... 0.025 mg SO_4 ;

化学纯..... 0.050 mg SO_4 。

稀释至 8 mL, 与同体积试验溶液同时同样处理。

5.10 铵

取 8 mL 试验溶液(5.8.1), 注入支管蒸馏瓶中, 加无氨的水溶解并稀释至 140 mL, 沿壁加 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L), 加热蒸馏出 75 mL, 用盛有 5 mL 硫酸溶液(0.5%)的 100 mL 比色管接收。加

3 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、2 mL 纳氏试剂,稀释至 100 mL,摇匀。溶液所呈黄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铵标准溶液:

分析纯..... 0.025 mg NH_4 ;

化学纯..... 0.050 mg NH_4 。

稀释至 8 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

5.11 磷

取 6.5 mL 试验溶液(5.8.1),置于定磷瓶中,稀释至 30 mL 后,按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫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磷标准溶液:

分析纯..... 0.002 mg As;

化学纯..... 0.008 mg As。

稀释至 30 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

5.12 铁

于灼烧残渣(5.5)中加 1 mL 盐酸,在水浴上蒸干,加 0.2 mL 盐酸溶液(25%)溶解,稀释至 100 mL。取 10 mL,稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)调节溶液的 pH 值至 2 后,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 0.01 mg 铁(Fe)的标准溶液,稀释至 15 mL,与 pH 值调至 2 后的试液同时同样处理。

5.13 重金属

取 24 mL 试验溶液(5.8.1),用乙酸溶液(30%)调节溶液的 pH 值至 4 后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 8 mL 试验溶液(5.8.1)及含下列数量的铅标准溶液:

分析纯..... 0.01 mg Pb;

化学纯..... 0.05 mg Pb。

稀释至 24 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

5.14 脂肪酸酯

称取 40 g(32 mL)样品,加 50 mL 无二氧化碳的水,摇匀,加 10.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]及 2 滴酚酞指示液(10 g/L),回流 30 min,冷却(冷却时冷凝器管口与盛有钠石灰的管子相连),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。

脂肪酸酯的质量分数 w_1 ,数值以“%”表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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 ——甘油三丁酯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{3}\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}_6)=100.8$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.15 蔗糖和葡萄糖

取 10 mL 试验溶液(5.8.1),加 1 mL 硫酸溶液(20%),在水浴上加热 5 min,加 2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)及 5 mL 费林溶液,再加热 10 min。溶液不得呈现混浊或产生沉淀。

5.16 还原银的物质

5.16.1 警示

银氨混合溶液易爆炸,用后应弃之。

5.16.2 测定

称取 5 g(4 mL)样品,加 5 mL 氨水溶液(5%),摇匀,于水浴中加热至 60 °C,加 0.5 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀,于暗处放置 5 min。溶液所呈暗色不得深于同量样品经同样处理而不加硝酸银溶液的颜色。

5.17 易炭化物质

称取 6.25 g(5 mL)样品,在搅拌下逐滴加入 5 mL 硫酸(优级纯,95%±0.5%),此时温度不得超过 50 °C,放置 30 min。溶液所呈颜色不得深于 GB/T 9737 中规定的标准色 F 或 P。

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 类;

内包装形式:NB Y-20、NB Y-21、NB Y-23、NB Y-24、NB Y-27、NB Y-28、NB Y-29;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 丙三醇
GB/T 687—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 0.75 字数 11 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43300 定价 16.00 元



GB/T 687-2011

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