



中华人民共和国国家标准

GB/T 13216—****
代替GB/T 13216—2008

甘油试验方法

Test methods for glycerols

(ISO 2096:1972 Glycerols for industrial use—Methods of sampling MOD)

(征求意见稿)

202*-*-**发布

202*-*-**实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 录

前言	II
引言	III
1 范围	(1)
2 规范性引用文件	(1)
3 术语和定义	(1)
4 桶装甘油取样方法	(1)
5 透明度的测定	(3)
6 气味的测定	(3)
7 色泽的测定	(3)
8 20℃时密度的测定	(3)
9 甘油含量的测定	(4)
10 氯化物的限量试验	(7)
11 硫酸化灰分的测定	(7)
12 酸度或碱度的测定	(8)
13 皂化当量的测定	(9)
14 砷的限量试验	(10)
15 重金属的限量试验	(11)
16 还原性物质的试验	(12)
17 试验结果报告要求	(12)
附录 A(资料性附录)	(13)

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件代替GB/T 13216—2008《甘油试验方法》。与GB/T 13216—2008相比，主要变化如下：

——删去了对 ISO 1615:1976、ISO 1616:1976、ISO 2879:1975 修改采用信息，但正文中保留相应的内容（见封面）；

——删去对 ISO 2211:1973 的修改采用，相应测试改为 GB/T 3143（见第 7 章，2008 版的第 7 章）；

——删去对 ISO 2099:1972 的修改采用，相应测试改为 GB/T 4472（见第 8 章，2008 版的第 8 章）；

——增加了液相色谱法测定甘油含量（见 9.4）；

——删去了所界定的术语定义（见第 3 章，2008 版的第 3 章）；

——按GB/T 1.1—2020要求对文件重新进行编辑性修改。

本文件的第4章为修改采用ISO 2096:1972《工业用甘油——取样方法》(Glycerols for industrial use — Methods of sampling)。本文件只修改采用已装入桶中的桶装甘油取样规定，两者间所存在的技术性差异用垂直线标示在它们所涉及调控的页边右侧空白处，并在附录A中给出了技术性差异及其原因一览表以供参考。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会归口（SAC/TC 272）。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况：

——GB/T 13216.1—1991～GB/T 13216.13—1991、GB/T 13216—2008。

引 言

甘油试验方法国家标准自1991年发布以来，长期用于产品的质量检测中。2008版文件中采用了6份ISO标准，分别为ISO 2096:1972《工业用甘油——取样方法》、ISO 1615:1976《工业用甘油——酸度或碱度的测定——滴定法》、ISO 1616:1976《工业用甘油——硫酸化灰份的测定——重量法》、ISO 2879:1975《工业用甘油——甘油含量的测定——滴定法》、ISO 2099:1972《工业用精制甘油——20℃时密度的测定》和ISO 2211:1973《液体化学产品色泽的测定（Hazen单位 铂-钴色度）》。在5份甘油测试ISO标准中有4份已作废，仅ISO 2096:1972有效，因此本文件删去对这些ISO标准的采标信息，其中ISO 1615:1976、ISO 1616:1976、ISO 2879:1975有关测试过程、细节等内容仍予以保留，供甘油产品质量检测中实际应用，而ISO 2099:1972内容则以GB/T 4472—2011《化工产品密度、相对密度的测定》代替。另外，ISO 2211:1973《液体化学产品色泽的测定（Hazen单位 铂-钴色度）》在国内已有对应的技术对口单位制定了内容一致的国家标准GB/T 3143—1982《液体化学产品颜色测定法（Hazen单位 铂-钴色号）》，因此本文件删去对ISO 2211:1973的采用，相关测试改为采用GB/T 3143。

甘油试验方法

1 范围

本文件规定了甘油的试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen单位 铂-钴色号）

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

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）

QB/T 2739—2005 洗涤用品常用试验方法滴定分析（容量分析）用试验溶液的制备

SN/T 2544 甘油含量的测定 高效液相色谱法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 桶装甘油取样方法

4.1 本方法适用于桶内无固体沉淀或悬浮物的精制甘油。对因受冷冻结，温热后能回复到原状的桶装精制甘油也可适用。

实验室测定用样品均按本方法制备和贮存。

4.2 原理

用取样管从塞孔插入至桶底，从桶的整个深度采取样品，每个样桶采取等量样品。合并同批的所有样品，混合均匀，分样成需要份数的实验室样品。

4.3 仪器

4.3.1 取样管

如图1。由两个不锈钢或其他耐化学品材质的圆筒构成，内筒与外筒严密相配。两筒上各有两排交错断续的纵向槽，槽宽度占筒圆周长的四分之一，槽长度在筒的全长上四等分分布。内筒和外筒上的槽可由转动带有指针的内筒手柄而恰好重合或密封，指针指示配在外筒上的标尺位置表明内筒和外筒上槽的相对位置。在“灌装”位置时，内外槽形成两排交错断续的开口，使桶内所有深度的样品同时进入取样管内。

内外筒底均钻有孔，当指针在“放空”位置时，底孔重合形成开口，而纵向槽保持密闭。

取样管的长度应与待取样物料的深度成比例，其有效容积应约为桶容积的0.1 %。

4.3.2 擦拭塞：与待取样桶的塞孔相配。

4.3.3 圆筒形收集器：用与取样管相同的材料制成，但最好是玻璃的，配备密封盖，容积约 1.5 L，可适用于每吨待取样产品。

4.3.4 样品瓶：具有磨砂玻璃塞或带聚乙烯垫密封盖的玻璃瓶，容积恰为制备的实验室样品注满。

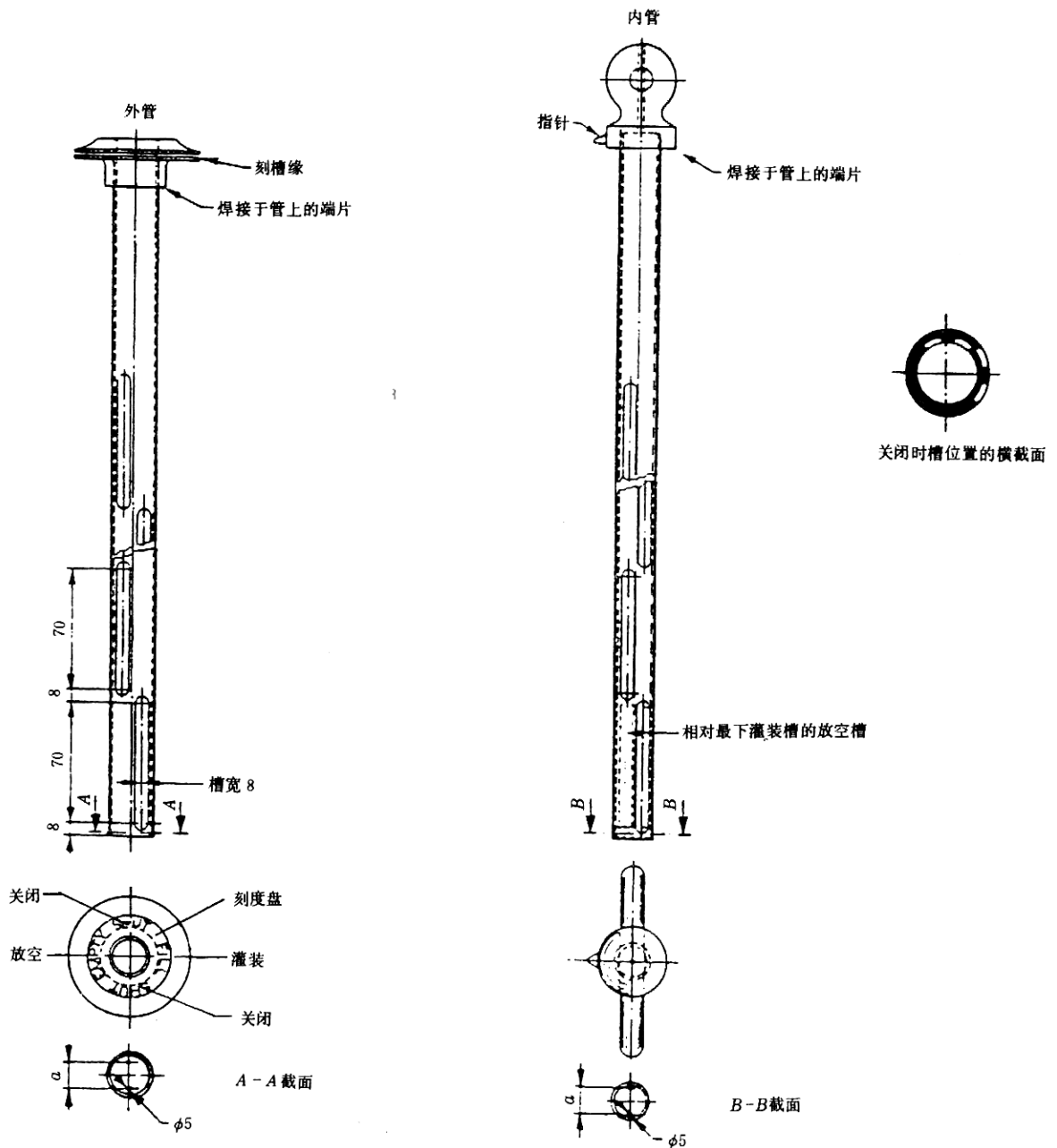


图1 甘油取样管

4.4 程序

4.4.1 预防措施

由于甘油的吸水性很强，在取样、分析和贮存样品时均应遵守如下预防措施，使样品避免湿气：

- a) 用于混合和贮存样品的容器应为密封的，在灌装和采取各个样品的操作空间均应保持容器密闭；
- b) 取样时应尽可能遮蔽容器，尤其要防雨和其他意外的污染；
- c) 所有仪器和容器在使用时应清洁干燥；
- d) 由混合样分样得到的实验室样品应完全灌满样品瓶（4.3.4）。

4.4.2 样品制备

将槽孔关闭的取样管（4.3.1）通过擦拭塞（4.3.2）插至桶底，旋转手柄使指针至“灌装”位置，开启纵向槽，待取样管充满后关闭槽孔，抽出取样管，借助紧靠擦拭塞擦净管外壁。

将充满甘油的取样管插入收集器（4.3.3），旋转手柄使指针至“放空”位置，放空取样管。以此方法从各个样桶依次采取等量样品，使总量大于需要量。两次放空操作的空间要保持收集器密闭。

将样品容器密闭，躺倒滚动，迅速混匀全部样品。立即取约500 g（或其他需要量）样品，装入样品瓶（4.3.4）内，如此制备需要份数的相同实验室样品。盖紧瓶塞或密封盖，用封口蜡（或胶）封口。粘贴样品标签，它包括样品名称、批号、规格、取样日期和取样人签名。

如样桶内的甘油已因受冷冻结，应先缓和加热并将桶躺倒滚动，使甘油解冻混匀后再按上述进行取样。

5 透明度的测定

5.1 仪器

5.1.1 纳氏比色管，50 mL。

5.1.2 乳白色电灯。

5.2 程序

将甘油样品混合均匀，并用抽真空或超声波脱气，量取50 mL，置于纳氏比色管中，在室温下向着乳白色电灯观察，再置于白色布幕前反射光观察，如均无浑浊现象即判为透明。

6 气味的测定

将少许甘油样品置于手背上涂抹后，嗅其气味，如仅有甘油的特殊气味，而无其他异味，即判定为无不良气味。

7 色泽的测定

按 GB/T 3143 规定在纳氏比色管中目测判定。

试样的色泽以最接近于试样的铂-钴标准比色溶液的Hazen（铂-钴色度）单位表示。如果试样的色泽介于两铂-钴标准比色溶液之间，则以色泽较深的铂-钴标准比色溶液的Hazen单位表示。

8 20 °C时密度的测定

按GB/T 4472规定测定。

甘油不同温度间密度换算，按式（1）计算：

$$\rho_{t_1} = \rho_{t_2} + B\rho_{wt_1} \times (t_2 - t_1) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_{t_1} ——在温度 t_1 时甘油的密度，单位为克每毫升（g/mL）；

ρ_{t_2} ——在温度 t_2 时甘油的密度，单位为克每毫升（g/mL）；

ρ_{wt_1} ——在温度 t_1 时水的密度，单位为克每毫升（g/mL）（见表1）；

B ——温度校正系数， $^{\circ}\text{C}^{-1}$ 。甘油含量为80 % ~ 100 %时， $B=0.000\ 615\ ^{\circ}\text{C}^{-1}$ 。

表1 水在不同温度时的密度

温度/ $^{\circ}\text{C}$	水的密度/（g/mL）
10	0.999 73
15	0.999 13
20	0.998 23
25	0.997 07
30	0.995 67

9 甘油含量的测定

9.1 概述

本文件规定了测定甘油含量的密度法、滴定法和液相色谱法。

密度法适用于高含量精制甘油产品和纯甘油的水溶液；滴定法适用于各种甘油产品，但不适用于含有相邻碳原子上多于两个羟基的有机化合物的甘油产品，如糖类，因其也能氧化产生甲酸，干扰测定；液相色谱法不同含量规格的皂化甘油和合成甘油含量的测定，也适用于定性鉴别掺有乙二醇、二甘醇、三甘醇和山梨醇等为主要原料的甘油替代品。

注：甘油中的非甘油有机物会使密度法结果偏高，而滴定法、液相色谱法不受影响。

9.2 密度法

9.2.1 原理

高含量精制甘油或纯甘油的水溶液，其甘油含量与密度呈对应关系，由测得的密度值查表或计算可得到甘油含量；在窄范围内甘油含量与密度成线性关系，可由密度值用插入法计算确切的甘油含量。

9.2.2 程序

按本文件中第8章测得甘油在20℃的密度（ ρ_{20} ）。

9.2.3 结果计算

甘油含量（ G ）以质量分数（%）表示，由测得的密度值（ ρ_{20} ）选用以下方式求得：

a) 直接查表

若密度（ ρ_{20} ）恰为表2给出值，则从表2直接查得密度对应的甘油含量。

b) 若密度（ ρ_{20} ）介于表2中同温度两给出值之间，则按式（2）计算确切的甘油含量。

$$G = G_1 + \frac{\rho_{20} - \rho_1}{\rho_h - \rho_1} \times (G_h - G_1) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

G ——试样中甘油含量，单位为质量分数（%）；

G_1 ——表2中对应于 ρ_1 的甘油含量，单位为质量分数（%）；

G_h ——表2中对应于 ρ_h 的甘油含量，单位为质量分数（%）；

ρ_{20} ——甘油试样的密度测定值，单位为克每毫升（g/mL）；

ρ_1 ——表2中邻近测定值 ρ_{20} 的较低密度值，单位为克每毫升（g/mL）；

ρ_h ——表2中邻近测定值 ρ_{20} 的较高密度值，单位为克每毫升（g/mL）。

c) 若密度（ ρ_{20} ）在1.229 9 g/mL ~ 1.261 1 g/mL（对应甘油含量88.00 % ~ 100.00 %）之间，可按式（3）计算确切的甘油含量。

$$G = 384.62\rho_{20} - 385.04 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

G ——试样中甘油含量，单位为质量分数（%）；

ρ_{20} ——甘油试样的密度测定值，单位为克每毫升（g/mL）。

注：系数和常数由表2给出值演算而来。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

表2 甘油的密度与其质量分数（%）对照

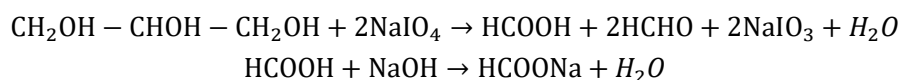
密度（20℃）/（g/mL）	甘油/%	密度（20℃）/（g/mL）	甘油/%
1.261 10	100	1.208 50	80
1.258 50	99	1.205 75	79
1.255 90	98	1.203 05	78
1.253 35	97	1.200 30	77
1.250 80	96	1.197 60	76

密度 (20 °C) / (g/mL)	甘油/%	密度 (20 °C) / (g/mL)	甘油/%
1.248 10	95	1.194 85	75
1.245 60	94	1.192 15	74
1.243 00	93	1.189 40	73
1.240 35	92	1.186 70	72
1.237 70	91	1.183 95	71
1.235 10	90	1.181 25	70
1.232 45	89	1.178 50	69
1.229 90	88	1.175 75	68
1.227 10	87	1.173 00	67
1.224 45	86	1.170 25	66
1.221 80	85	1.167 50	65
1.219 15	84	1.164 75	64
1.216 50	83	1.162 05	63
1.213 80	82	1.159 30	62
1.211 15	81	1.156 55	61

9.3 滴定法

9.3.1 原理

在强酸介质中，甘油被高碘酸钠冷氧化，反应产生的甲酸以pH计指示，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。反应式为：



9.3.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682三级或以上的水。

注：适用于本文件所有试验。

9.3.2.1 水，煮沸至少 10 min，以驱除二氧化碳；

9.3.2.2 乙二醇稀释溶液，1 体积不含甘油的乙二醇，用 1 体积水稀释，用酚酞作指示剂中和至刚好褪色；

9.3.2.3 硫酸， $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 溶液，按 QB/T 2739-2005 中 4.4 配制；

9.3.2.4 甲酸钠 (NaCHO_2)，68 g/L 溶液；

9.3.2.5 高碘酸钠 (NaIO_4)，60 g/L 酸性溶液

按下面程序配制：

a) 酸性溶液的制备

称取高碘酸钠 60 g (称准至 0.1 g)，溶于已加入 120 mL 硫酸溶液 (9.3.2.3) 的约 500 mL 水 (9.3.2.1) 中，边加入边冷却，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。如有必要，通过玻璃过滤器过滤。

b) 溶液的酸度校核

空白试验 (9.3.4.4) 所用氢氧化钠标准滴定溶液 (9.3.2.7) 的体积，应不少于 4.5 mL，这与基本反应 (9.3.1) 中产生的酸度相当。

c) 溶液的贮存

溶液贮存在有磨口玻璃塞的棕色玻璃瓶中。

9.3.2.6 氢氧化钠，约 0.05 mol/L 溶液，按 QB/T 2739-2005 中 4.1 配制；

9.3.2.7 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 0.125 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液，按 QB/T 2739-2005 中 4.1 配制和标定；

9.3.2.8 酚酞指示液, 10 g/L 乙醇溶液, 按 QB/T 2739-2005 中 5.1 配制。

9.3.3 仪器

9.3.3.1 滴定管, 50 mL;

9.3.3.2 pH 计, 灵敏度 0.02 pH, 配有玻璃测量电极和甘汞参比电极, 缓冲溶液为:

- a) 苯二甲酸氢钾, $c[\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})]=0.05 \text{ mol/L}$ (10.12 g/L) 溶液, 20 °C 时 pH 为 4.00;
- b) 四硼酸二钠十水合物, $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=0.01 \text{ mol/L}$ (3.81 g/L) 溶液, 20 °C 时 pH 为 9.22。

9.3.4 程序

9.3.4.1 试验份

称取甘油含量不大于 0.50 g 的试验份 (称准至 0.001 g)。如果不知甘油的大致含量, 应称取试样 0.50 g 预测。

如果甘油含量大于 75%, 最好称取试样 (5.0±0.1) g (称准至 0.001 g), 置于 500 mL 容量瓶中, 用水 (9.3.2.1) 稀释至刻度, 混匀后移取 50.0 mL 用于测定。

9.3.4.2 试验溶液的制备

对碱性试样或试样酸化出现焦油沉淀物时, 可将试验份 (9.3.4.1) 放入配有回流冷凝器的烧瓶中, 需要时稀释到 50 mL, 加 2 滴酚酞指示液 (9.3.2.8), 用硫酸溶液 (9.3.2.3) 中和至刚好褪色, 再过量 5 mL, 煮沸 5 min, 冷却。必要时过滤, 并用水 (9.3.2.1) 洗涤滤器。将溶液定量地转入 600 mL 烧杯中。

无上述情况时, 将试验份 (9.3.4.1) 直接放入 600 mL 烧杯中。

二氧化碳的存在能引起误差, 因此试验溶液在放置时, 最好用表面皿盖住盛有溶液的容器, 还应避免同时进行会增加实验室空气中二氧化碳含量的操作。

9.3.4.3 滴定

用水稀释试验溶液 (9.3.4.2) 至体积约为 250 mL。在不断搅拌下, 用 pH 计 (9.3.3.2) 指示, 加入氢氧化钠溶液 (9.3.2.6), 调节 pH 至 7.9±0.1。

加高碘酸钠溶液 (9.3.2.5) 50.0 mL, 缓和搅匀。盖上表面皿, 在温度不超过 35 °C 的暗处放置 30 min。

然后加入乙二醇稀溶液 (9.3.2.2) 10 mL, 混合, 在同样条件下再放置 20 min。

加甲酸钠溶液 (9.3.2.4) 5.0 mL, 用 pH 计指示, 以氢氧化钠标准滴定溶液 (9.3.2.7) 滴定至 pH 为 7.9 ± 0.1。

9.3.4.4 空白试验

在测定的同时, 在同样条件下, 用相同量试剂和稀释水, 用 50 mL 水代替试样, 作空白试验。但加入高碘酸钠溶液之前, 空白溶液应调节 pH 至 6.5, 加入高碘酸钠溶液之后, 滴定终点至 pH 为 6.5。

9.3.5 结果计算

9.3.5.1 甘油含量 (G), 按式 (4) 计算:

$$G = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0921}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- G——试样中甘油含量, 单位为质量分数 (%) ;
- c——所用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L) ;
- V₁——测定试样所耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL) ;
- V₂——空白试验所耗用氢氧化钠标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL) ;
- 0.0921——甘油的毫摩尔质量, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol) 。
- m——被滴定的试验份质量, 单位为克 (g) 。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

9.3.5.2 精密度:

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.2%，以大于0.2%的情况不超过5%为前提。

9.4 液相色谱法

按照SN/T 2544的规定测定。

10 氯化物的限量试验

10.1 原理

规定量甘油试样中氯化物，即氯离子 (Cl^{-1}) 与硝酸银生成氯化银沉淀所呈现的浊度，与规定量氯离子标准溶液和硝酸银产生的氯化银沉淀的浊度进行比较，判断甘油试样氯离子含量的水平。

10.2 试剂

10.2.1 硝酸，2 mol/L 溶液；

10.2.2 硝酸银，17 g/L 溶液；

10.2.3 氯化钠，含氯离子 (Cl^{-1}) 5 mg/L 标准溶液。

精确称取于500 °C ~ 600 °C灼烧至恒重的氯化钠0.084 2 g，溶于水，转移至100 mL容量瓶中，稀释至刻度。用移液管准确吸取此溶液10.0 mL，转移至1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

10.3 仪器

10.3.1 容量瓶，50 mL；

10.3.2 纳氏比色管，50 mL。

10.4 程序

10.4.1 称取试样 25.0 g 于容量瓶 (10.3.1) 中，用蒸馏水稀释至刻度，混匀。

10.4.2 分别移取甘油溶液 (10.4.1) 10.0 mL 和 1.0 mL 于二支纳氏比色管 (10.3.2) 中，用水稀释至 15 mL，加硝酸溶液 (10.2.1) 1 mL，并立即加入硝酸银溶液 (10.2.2) 1 mL 摇匀。于避免明亮光照处保持 2 min。

10.4.3 移取氯化钠标准溶液 (10.2.3) 10.0 mL 于纳氏比色管中，用水稀释至 15 mL，如同 (10.4.2) 加入同样体积的硝酸和硝酸银溶液摇匀并放置。

10.5 结果

将试样管和标准管放置在试管架上，对着黑色背景，横向观测比较，试样溶液呈现的浊度不强于氯化物标准溶液呈现的浊度时，对移取试样溶液10.0 mL者，氯化物 (Cl^{-1}) 含量小于0.001%；对移取试样溶液1.0 mL者，氯化物含量小于0.01%。

11 硫酸化灰分的测定

11.1 原理

本方法适用于硫酸化灰分含量不大于0.5%的各种甘油产品。

燃烧试验份，并在硫酸存在于下于800 °C ~ 850 °C灼烧残余物，称量由此得到的硫酸化灰分。

11.2 试剂

11.2.1 浓硫酸，密度 $\rho_{20} \approx 1.84$ g/mL。

11.3 仪器

11.3.1 瓷蒸发皿，直径 70 mm ~ 90 mm，高度 25 mm ~ 50 mm；

11.3.2 干燥器，内置变色硅胶；

11.3.3 高温电炉，可控温 800 °C ~ 850 °C。

11.4 程序

11.4.1 试验份

将瓷蒸发皿（11.3.1）放在800℃～850℃高温炉（11.3.3）中加热数分钟，取出，置于干燥器中冷却至室温并称量，称准至0.001g。于已预称量的瓷蒸发皿中称取试样50g±1g（称准至0.01g）。

11.4.2 测定

在小火焰上缓缓加热盛试验份（11.4.1）的蒸发皿，避免飞溅，引燃蒸汽，停止加热，使之燃烧，得到炭化物。

冷却后，加入数滴硫酸（11.2.1）润湿残余物，加热至白烟消失，除去过量的酸并使可燃物烧尽。重复此操作，然后将蒸发皿置于800℃～850℃高温炉内烧5min。

取出蒸发皿置于干燥器内冷却至室温并称量，称准至0.001g。

11.5 结果

11.5.1 甘油的硫酸化灰分（*H*），按式（5）计算：

$$H = \frac{w_1 - w_2}{w_0} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

H——甘油的硫酸化灰分含量，单位为质量分数（%）；

*w*₁——含硫酸化灰分的瓷蒸发皿的质量，单位为克（g）；

*w*₀——空蒸发皿的质量，单位为克（g）；

*w*₂——试验份的质量，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后三位作为测定结果。

11.5.2 精密度：

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.005%，以大于0.005%的情况不超过5%为前提。

12 酸度或碱度的测定

12.1 原理

以酚酞作指示剂，用盐酸或氢氧化钠标准滴定溶液滴定试验份。

12.2 试剂

12.2.1 水，煮沸至少10min，以驱除二氧化碳；

12.2.2 氢氧化钠，*c*（NaOH）=0.01mol/L标准滴定溶液，按QB/T 2739-2005中4.1配制和标定；

12.2.3 盐酸，*c*（HCl）=0.01mol/L标准滴定溶液，按QB/T 2739-2005中4.3配制和标定；

12.2.4 95%乙醇；

12.2.5 酚酞指示液，1g/L乙醇溶液，按QB/T 2739-2005中5.1配制。

12.3 仪器

常用实验室仪器和

12.3.1 无塞和具塞微量滴定管，分度0.01mL。

12.4 程序

称取试样约30g（称准至0.001g）于250mL锥形瓶中。加入蒸馏水（12.2.1）100mL，加入3滴酚酞指示液，摇匀。观察溶液呈现的颜色，无色时，用氢氧化钠标准滴定溶液（12.2.2）滴定酸度，至刚好出现持久的粉红色；呈红色时，用盐酸标准滴定溶液（12.2.3）滴定碱度，至粉红色刚好褪去。

12.5 结果

12.5.1 甘油的酸度或碱度 (X), 按式 (6) 计算:

$$X = \frac{c \times V}{w_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

X ——甘油的酸度或碱度, 单位为毫摩尔每百克 (mmol/100g);

c ——用于滴定的氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V ——用于滴定的氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

w_0 ——试验份的质量, 单位为克 (g)。

酸度或碱度, 以两次平行测定结果的算术平均值表示至两位有效数字。

12.5.2 精密度

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.01, 以大于0.01的情况不超过5%为前提。

13 皂化当量的测定

13.1 原理

用过量的碱中和及皂化甘油中的酸和酯, 再用酸标准滴定溶液滴定过量的碱。

13.2 试剂

13.2.1 氢氧化钠, $c(\text{NaOH}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 溶液, 参照 QB/T 2739-2005 中 4.1 配制;

13.2.2 硫酸, $c = (\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.2 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液, 按 QB/T 2739-2005 中 4.4 配制和标定;

13.2.3 酚酞指示液, 10g/L 乙醇溶液, 按 QB/T 2739-2005 中 5.1 配制。

13.3 仪器

13.3.1 锥形烧瓶, 500 mL, 具有磨口玻璃接口;

13.3.2 冷凝器, 水冷式, 具有磨口玻璃接头与锥形烧瓶相配;

13.3.3 无塞和具塞滴定管, 50 mL。

13.4 程序

称取试样约100 g (称准至0.1 g) 于锥形烧瓶 (13.3.1) 中, 加入不含二氧化碳的热水100 mL和酚酞指示液1 mL。如果溶液呈碱性, 先用硫酸标准滴定溶液 (13.2.2) 调节至刚好中性, 再由无塞滴定管加入氢氧化钠溶液 (13.2.1) 20 mL。将烧瓶与冷凝管 (13.3.2) 连接, 加热至沸腾并保持5 min。稍微冷却, 用少量水冲洗冷凝管, 拆下烧瓶, 用带有碱石灰管的瓶塞密封并冷却。用硫酸标准滴定溶液 (13.2.2) 滴定, 同时用140 mL水代替试样作空白试验。

13.5 结果计算

13.5.1 甘油的皂化当量 (Y), 按式 (7) 计算:

$$Y = \frac{(V_0 - V_1) \times c}{w_0} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

Y ——甘油的皂化当量, 单位为毫摩尔每百克 (mmol/100g)

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_0 ——空白试验所消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——滴定试样溶液所消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

w_0 ——试验份的质量, 单位为克 (g)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至两位有效数字。

13.5.2 精密度:

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.05，以大于0.05的情况不超过5%为前提。

14 砷的限量试验

14.1 原理

试验溶液以碘化钾、氯化亚锡将五价砷还原为三价砷，然后与锌粒和酸产生的新生态氢生成砷化氢，再与溴化汞试纸生成黄色至橙色的色斑，比较试样与标准砷斑作出判断。

14.2 试剂

14.2.1 浓盐酸，密度 $\rho_{20} \approx 1.19$ g/mL；

14.2.2 碘化钾，165 g/L 溶液；

14.2.3 氯化亚锡盐酸溶液

溶解氯化亚锡8 g于500 mL盐酸（14.2.1）中，保存于具塞棕色试剂瓶内，有效使用期为三个月；

14.2.4 无砷锌，粒状，粒度 0.8 mm ~ 1.8 mm；

14.2.5 氢氧化钠，200 g/L 溶液；

14.2.6 硫酸，10%溶液。取 60 mL 浓硫酸稀释至 1 000 mL；

14.2.7 乙酸铅吸收棉

溶解乙酸铅三水合物9.5 g于水中，稀释至100 mL，贮存于玻璃瓶内，密封保存。取脱脂棉浸入该乙酸铅溶液与水等体积混合液中，浸透后沥去过量的溶液，在80 °C以下的烘箱内烘干，贮存于具塞瓶中备用；

14.2.8 溴化汞纸

将溴化汞5.5 g溶解于95 %乙醇，用水稀释至100 mL。将不含砷的滤纸剪成直径2 cm的圆片或边长2 cm的方片，在溴化汞溶液中浸渍1 h以上，保存于冰箱中，临用时取出滤纸片置暗处阴干备用；

14.2.9 三氧化二砷；

14.2.10 砷标准溶液

将三氧化二砷（14.2.9）于硫酸干燥器中干燥至恒重，称取0.132 0 g于100 mL烧杯中，加氢氧化钠溶液（14.2.5）5 mL溶解，加硫酸（14.2.6）中和后，再加硫酸10 mL，用水转移至1 000 mL容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液为砷标准贮液，含砷0.1 mg/mL。

准确移取砷标准贮液1.0 mL至100 mL容量瓶中，加1 mL硫酸（14.2.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液为砷标准使用溶液，含砷1 μ g/mL，需临用时配制。

14.3 仪器

14.3.1 量筒，25 mL；

14.3.2 移液管，1 mL、2 mL、5 mL、10 mL；

14.3.3 容量瓶，100 mL、1000 mL；

14.3.4 测砷装置，如图 3，包括：

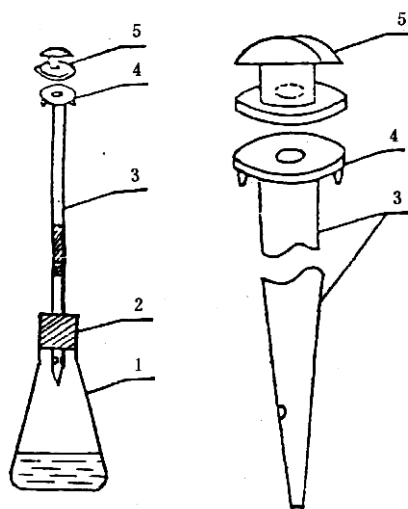
a) 锥形瓶，100 mL；

b) 橡皮塞，中间有孔与测砷管相配；

c) 玻璃测砷管，全长 18 cm，上粗下细，自管口向下至 14 cm 一段的内径约 6.5 mm，自此以下渐细，末端内径约 1 mm ~ 3 mm。距末端 1 cm 处有一直径约 2 mm 的小孔，狭细部分紧密插入橡皮塞中，使下部小孔伸出橡皮塞至少 3 mm。顶端为圆形扁平的管口，表面磨平，对径两侧面各有一钩用以固定玻璃帽。自顶端管口 3 cm 以下的较粗部分装有 5 cm ~ 6 cm 长的乙酸铅吸收棉；

d) 玻璃帽，下端面磨平，上面有弯月形凹槽，中央有直径 6.5 mm 的圆孔。

使用时，装入玻璃测砷管下端的橡皮塞塞入锥形瓶口；玻璃帽盖在玻璃测砷管上端管口，使圆孔相互吻合，中间夹一溴化汞试纸，用橡皮圈穿过钩套住玻璃帽与测砷管。



1——锥形瓶；2——橡皮塞；3——测砷管；4——管口；5——玻璃帽

图3 测砷装置

14.4 程序

14.4.1 试验准备

取两套测砷装置，分别标为A和B，配好橡皮塞，在玻璃测砷管上部较粗部分填入5 cm ~ 6 cm长度的乙酸铅吸收棉（14.2.7），在玻璃帽和测砷管上端面间夹一片溴化汞试纸（14.2.8），用橡皮圈固定玻璃帽与测砷管。

14.4.2 试验

向锥形瓶A中加入甘油试样1.0 g，锥形瓶B中加入砷标准使用溶液2.0 mL，各加入盐酸（14.2.1）5 mL、碘化钾溶液（14.2.2）5 mL和氯化亚锡溶液（14.2.3）5滴。向每个锥形瓶加水使溶液总体积约40 mL，于室温下放置10 min后，各加入锌粒（14.2.4）1.5 g。迅速将玻璃测砷管下面的橡皮塞塞入锥形瓶口。将锥形瓶浸入约25 °C的水盘中，调节水的温度，控制反应速度，但水温不得超过40 °C。1 h后，拆开玻璃帽，取出溴化汞试纸，比较试样砷斑与砷标准溶液砷斑的颜色。如试样砷斑的颜色不深于砷标准溶液砷斑的颜色，即认为甘油中含砷不高于2 mg/kg。

14.4.3 结果报告

两次平行试验得到相同的结果，即为最后的结果。

试验报告应表明试样砷斑的颜色深于、浅于或相当于砷标准溶液砷斑的颜色。

15 重金属的限量试验

15.1 原理

甘油在乙酸溶液中，重金属与硫化氢饱和溶液生成有色的金属硫化物沉淀，沉淀悬浮在溶液中呈现的颜色与一定量的铅标准溶液在同条件下生成的颜色相比较。

15.2 试剂

15.2.1 乙酸，1 mol/L 溶液；

15.2.2 硝酸，1 %溶液。取 10 mL 浓硝酸稀释至 1 000 mL；

15.2.3 硝酸铅；

15.2.4 铅标准溶液

准确称取硝酸铅0.159 8 g，置于1 000 mL容量瓶中，加入含硝酸溶液（15.2.2）1 mL的蒸馏水100 mL，溶解后加水稀释至刻度，此贮备液含铅0.1 mg/mL。

移取硝酸铅贮备液10.0 mL，置于100 mL容量瓶中，加蒸馏水稀释至刻度，混匀。此溶液含铅10 μg/mL。此溶液应在临用时稀释，配制与贮存溶液用的玻璃容器均不得含有铅。

15.2.5 饱和硫化氢溶液

以稀盐酸加入盛有硫化铁的发生器内，即得硫化氢气体，将此气体导入蒸馏水内，使成饱和溶液，此溶液应在临用时配制。

15.3 仪器

15.3.1 纳氏比色管，50mL；

15.3.2 比色管架，托板为白色。

15.4 程序

取纳氏比色管两支，A管中加入铅标准溶液（15.2.4）2.0 mL，B管中加入甘油试样4.0 g，两管各加入2 mL乙酸溶液（15.2.1），用水稀释至25 mL，再分别加入饱和硫化氢溶液（15.2.5）10 mL，混合，在暗处放置10 min后，同置于纳氏比色管架上，对着白色背景，自上向下观察，比较两管溶液呈现出的颜色。如试样溶液呈现出的颜色比铅标准溶液的颜色浅，即认为甘油中重金属含量不高于5 mg / kg。

15.5 结果报告

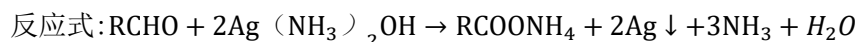
两次平行试验得到相同的结果，即为最后的结果。

试验报告应表明试样试验呈现的颜色深于、浅于或相当于铅标准溶液试验呈现的颜色。

16 还原性物质的试验

16.1 原理

甘油中还原性物质（如丙烯醛）还原银氨络合物析出银，根据是否产生沉淀和银镜来鉴别甘油中还原性物质可检出量。



16.2 试剂

16.2.1 氨水，2 mol/L 溶液；

16.2.2 氨试液，取浓氨水 400 mL，加水稀释至 1 000 mL；

16.2.3 硝酸银，氨化溶液；

取硝酸银1 g，加水20 mL溶解后，滴加氨试液（16.2.2），边加边搅拌，至初始的沉淀接近全溶，过滤即得。该溶液应置棕色瓶内，保存在暗处。

16.3 仪器

16.3.1 试管，10 mL；

16.4 程序

称取甘油试样25 g，加水25 mL，混匀。取2 mL该溶液于试管中，加氨化硝酸银（16.2.3）溶液1 mL，加氨水（16.2.1）溶液0.15 mL，静置15 min，应无颜色产生；在50 °C水浴中加热，保持15 min，应不产生沉淀和银镜，但可能会出现棕色和灰色。

16.5 结果报告

试验结果报告应表明试验以后颜色及是否有沉淀和银镜出现。

17 试验结果报告要求

试验报告应至少包括以下各项：

- 所用的参考方法；
- 所得结果及使用的表示方法；
- 测定时注意到的任何异常现象；
- 本标准未规定的或任选的任何操作。

附录 A
(资料性附录)

本文件章条与有关 ISO 标准的对应信息

A.1 本文件章条与有关的ISO标准对应信息

本文件第4章内容为修改采用ISO 2096-1972《工业用甘油——取样方法》，两者间具体技术性差异及其原因见表A.1。

表A.1 本文件第4章与ISO 2096-1972的技术性差异及其原因

本文件章条编号	本文件第4章内容	ISO 章条编号	ISO 2096-1972内容	原因
4.1	本方法适用于桶内无固体沉淀或悬浮物的精制甘油。对因受冻结，温热后能恢复到原状的桶装精制甘油也可适用	1	本国际标准描述了工业用粗甘油或精甘油在灌装时(见第4节)或已装入桶(见第5节)或贮罐(移动式或固定式)(见第6节)的取样方法	因桶装甘油为市场贸易中，大量使用、常见的储存方式。只规定桶装甘油的取样方法(ISO标准第5节)，可以满足市场实际应用需要。
4.2	用取样管从塞孔插入至桶底，从桶的整个深度采取样品，每个样桶采取等量样品。合并同批的所有样品，混合均匀，分样成需要份数的实验室样品	5.2	用取样管经桶口插入穿过整个高度，从提交取样的每个桶中取样。各样品混合均匀后，取试验室样品。建议每批样品不超过100桶	它们具有等效性
4.3.1	由两个不锈钢或其他耐化学品材质的圆筒构成，内筒与外筒严密相配。两筒上各有两排交错断续的纵向槽，槽宽度占筒周长的四分之一，槽长度在筒的全长上四等分分布。内筒和外筒上的槽可由转动带有指针的内筒手柄而恰好重合或密封，指针指示配在外筒上的标尺位置表明内筒和外筒上槽的相对位置。在“灌装”位置时，内外槽形成两排交错断续的开口，使桶内所有深度的样品同时进入取样管内。 内外筒底均钻有孔，当指针在“放空”位置时，底孔重合形成开口，而纵向槽保持密闭	5.3.1	由两个黄铜不锈钢或其任何化学稳定材料圆筒组成，内筒精确地与外筒相配，二者各有交错的纵向槽，这些槽覆盖圆周的四分之一，并四等分全长。旋转内筒上带有指针的手柄，可使内外桶上的槽重合或封闭。指针对着的外筒标尺可指示出两槽的相对位置。在灌装位置，两槽形成两个不连续的开口线，使桶内不同高度的样品能同时进入管内。 两个圆筒在底上钻孔，当指针位于放空位，纵向槽保持关闭时，此孔重合形成开口	等效
4.3.2	擦拭管	5.3.2	滑动塞	等效