

化学试剂 乙醚  
编制说明及有关附件

江苏强盛功能化学股份有限公司

2025 年 9 月

# 化学试剂 乙醚

## 编制说明

### 一、工作简况

#### 1 标准制定背景

乙醚，又称依打、二乙醚或乙氧基乙烷，其用途广泛。乙醚作为一种强效的全身麻醉剂，曾广泛用于外科手术、实验动物麻醉等。在实验室中，由于它具有良好的溶解性，可用于溶解许多有机物，因此被广泛用作溶剂。在有机化学合成中，可用作反应物、溶剂或萃取剂，促进各种有机反应，如酯化、醚化和羰基化反应等。在香料和香精工业中，由于其愉悦的气味，被用于香料和香精工业中，可作为某些食品和饮料中的添加剂，为其增添香气。乙醚具有良好的溶解性和挥发性，可用作清洗剂等。

化学试剂乙醚原标准已发布 23 年，其规范性引用文件大部分都有修订或作废，检测项目和技术要求也已不能满足当前市场需求，为解决上述问题，需对该标准进行修订。本次修订主要参考日本标准 JIS K 8103: 2013 乙醚（试剂），修订后的标准以期能够进一步满足用户需求，适应国内外市场的变化。

#### 2 任务来源

根据国标委发【2025】12 号《国家标准化管理委员会关于下达 2025 年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》，由江苏强盛功能化学股份有限公司牵头，负责完成 GB/T 12591-2002《化学试剂 乙醚》国家标准修订工作，计划项目编号为 20250736-T-606，项目周期 16 个月。

#### 3 主要工作过程

本标准于 2025 年 4 月获国标委批准立项，由江苏强盛功能化学股份有限公司牵头组织该标准修订工作，随后成立标准起草工作组，制定工作计划，工作步骤及工作进度，然后对各生产单位进行原标准使用情况调研分析，查阅国内外相关标准及技术资料，编制了化学试剂乙醚国内外标准指标及方法对比表，以及各生产单位产品实测数据。

2025 年 6 月 18 日，在贵阳市召开的全国化学标准化技术委员会化学试剂分会标准审查会上，委员们对化学试剂乙醚的工作方案进行了充分讨论，2025 年 9 月完成征求意见稿并发送各位委员及相关单位征求意见和方法验证工作。

### 二、标准调研情况、编制原则和主要内容

#### 1 调研情况

##### 1.1 生产工艺

(1) 利安隆博华（天津）医药化学有限公司

**分析纯/化学纯：**合成→中和→脱水→蒸馏

**无水级：**二次脱水→蒸馏

(2) 天津市永大化学试剂有限公司



(3) 广东广试试剂科技有限公司、广东光华科技股份有限公司、国药集团化学试剂有限公司、南京化学试剂股份有限公司、江苏强盛功能化学股份有限公司  
分装。

### 1.2 各生产单位近三年产量(见表1)

表1 生产单位近三年的产量

生产单位	产量(吨)					
	2022年		2023年		2024年	
	分析纯	无水级	分析纯	无水级	分析纯	无水级
利安隆博华(天津)医药化学有限公司	5	10	4	4	5	9
广东广试试剂科技有限公司	32.8	15	28.6	15	31	15
广东光华科技股份有限公司	4	17	0.3	0.5	0.4	0.3
国药集团化学试剂有限公司	92.66	3.50	102.56	2.01	104.49	2.76
南京化学试剂股份有限公司	36	7.5	31	6.2	29	6.9
上海安谱实验科技股份有限公司	2	/	2	/	10	/
天津市永大化学试剂有限公司	1.2	2.1	1.4	2.5	2	3.5
江苏强盛功能化学股份有限公司	3.2	7.3	2.4	4.3	2.4	6.8

### 1.3 乙醚国内外标准指标对比表(见表2)

### 1.4 乙醚国内外标准方法对比表(见表3)

### 1.5 乙醚各生产单位检测数据(见表4)

### 1.6 反馈意见汇总

2025年6月通过分会委员微信群(54人)发出征询意见函,收到回函8份,意见和建议汇总见表5。

表5 征询意见汇总

序号	意见内容	提出单位	处理意见
1	含量测定改用毛细管柱	广东广试试剂科技有限公司	采纳
2	a) 建议修改含量、甲醇、乙醇测定方法,改用毛细管色谱柱、FID检测器; b) 建议增加密度的振动式液体密度仪测定方法; c) 建议修改水分测定方法为卡尔费休法; d) 建议调整乙醇的指标,可适当加严。	广东光华科技股份有限公司	采纳

3	1) 含量、甲醇、乙醇测定方法, 改用毛细管色谱柱; 2) 密度检测可增加振动式液体密度计; 3) 水分采用 GB/T 606-2003 通用方法卡尔·费休法, 可增加库伦法。	天津渤海化学试剂有限责任公司	采纳。 水分测定采用 GB/T 606-2003 的通用方法 卡尔·费休法
4	1) 修订含量检测方法, 使用毛细管柱; 2) 水分测定改为容量法。	南京化学试剂股份有限公司	采纳

## 2 标准编制原则及依据

标准编制遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则, 尽可能与国外先进标准接轨, 注重标准的可操作性, 本标准严格按照 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》的规定进行编写和表述。

## 3 标准技术内容的确定及制定说明

化学试剂乙醚国外标准主要有 ISO 6353-3:1987 中 R58“乙醚”、日本 JIS K 8103: 2024 和美国 ACS (2016 年版) (乙醚、无水乙醚)。ISO 标准于 1987 年发布, 已发布 38 年, 原国标在 2002 年第一次修订时非等效采用了 ISO 标准, 本次修订主要在原 GB/T 12591-2002《化学试剂 乙醚》基础上, 参考日本 JIS K 8103: 2024《乙醚(试剂)》标准修订。

### 3.1 规格、项目和指标

**规格:** 本次标准修订在保留原分析纯、化学纯两个规格的基础上, 根据委员们提出的意见并征询了相关生产单位, 综合市场需求, 增加了无水级规格。

**项目指标:** 项目数量与原国标相同, 包括含量、色度、密度、蒸发残渣、酸度、过氧化物、甲醇、乙醇、水分、羰基化合物、易炭化物质 11 项。项目数量与 JIS K 8103: 2024 相同。

**指标范围:** 本标准的密度范围与 JIS 标准不一致; 分析纯其余指标与 JIS 标准相当。拟订的无水级含量、水分指标严于 JIS 标准, 其余指标与 JIS 相当。。

### 3.2 分析方法制定说明

#### 3.2.1 性状

与原标准的描述一致。

#### 3.2.2 乙醚含量

原标准用气相色谱法测定, 采用的是热导检测器: 柱长为 3m 的不锈钢柱(填充柱)。因填充柱制备繁杂, 分离效果差, 市场已由毛细管色谱柱替代, 故本次修订, 按 GB/T 9722-2023《化学试剂气相色谱法通则》的规定测定, 采用氢火焰离子化检测器, 柱长为 30m 的 100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱(或能达到同等分离效果的毛细管柱), 用程序升温的方法检测。

#### 3.2.3 色度

按 GB/T 605-2006《化学试剂 色度测定通用方法》的规定测定。

#### 3.2.4 密度

按 GB/T 611-2021《化学试剂 密度测定通用方法》中密度瓶法或振动式液体密度仪法的规定测定。

### 3.2.5 蒸发残渣

按 GB/T 9740-2008 《化学试剂 蒸发残渣测定通用方法》的规定测定。

### 3.2.6 酸度

按 GB/T 9736-2008 《化学试剂 酸度和碱度测定通用方法》的规定测定。

### 3.2.7 过氧化物

由于过氧化氢具有强氧化性，可以将碘化钾中的碘离子（ $I^-$ ）氧化成单质碘（ $I_2$ ）。碘（ $I_2$ ）使溶液呈现棕色或黄色，通过与标准比对溶液的比色来测定乙醚中的过氧化物（同原标准）。

### 3.2.8 甲醇

同乙醚含量。

### 3.2.9 乙醇

同乙醚含量。

### 3.2.10 水分

原标准采用气相色谱热导检测器测定含量及水分，本次修订拟采用氢火焰离子化检测器测定含量，因此，水分的测定方法采用 GB/T 606-2003 《化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法》，以 10 mL 甲醇为溶剂进行测定。

### 3.2.11 羰基化合物

按 GB/T 9733-2008 《化学试剂 羰基化合物测定通用方法》的规定测定。

### 3.2.12 易炭化物质

按 GB/T 9737-2008 《化学试剂 易炭化物质测定通则》的规定测定。

### 3.2.13 包装及标志

按 GB/T 15346-2012 《化学试剂 包装及标志》规定，根据市场情况，取消了 NBY-20、NBY-23、NBY-26 行业内已不使用的内包装形式，增加了 WB-2、WB-3 外包装形式。

## 三、主要试验验证情况分析

本次标准修订按照拟定的方法，主要针对无水级相关指标以及分析纯含量、密度、甲醇、乙醇、水分的分析方法进行了相关实验，实验数据及结论见实验报告。实验结果表明拟订测定方法可行。

## 四、专利说明

经中华人民共和国国家知识产权局专利检索，本标准不涉及专利。

## 五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况

化学试剂乙醚为试剂行业大品种产品，该产品工艺成熟质量稳定，所用原材料国内市场充盈，年需求量大，有良好的市场，经济效益可观。

## 六、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

化学试剂乙醚国际标准和国外先进标准主要有 ISO 标准、日本 JIS K 8103:2024 和美国 ACS(2016 年版) 标准。

本标准分析纯与 ISO 标准指标相比，密度范围不一致，水分指标优于 ISO 标准，其余指标与 ISO

标准相当。

本标准分析纯与 JIS 标准指标相比，密度范围不一致，其余指标与 JIS 标准相当。

本标准拟新增的无水级与 ISO 标准指标相比，含量、水分指标优于 ISO 标准，密度范围不一致，其余指标与 ISO 标准相当。

本标准拟新增的无水级与 JIS 标准指标相比，含量、水分指标优于 JIS 标准，密度范围不一致，其余指标与 JIS 标准相当。

本标准分析纯与 ACS（2016）标准（乙醚）指标相比，多了密度、甲醇、乙醇、水分、易炭化物质 5 项指标，含量、过氧化物严于 ACS 标准；色度、蒸发残渣、酸度、羰基化合物 4 项指标与 ACS 标准相当。

本标准拟新增的无水级与 ACS（2016）标准（无水乙醚）指标相比，多了密度、甲醇、易炭化物质 3 项指标，含量、过氧化物、乙醇 3 项指标严于 ACS 标准；水分指标宽于 ACS 标准，色度、蒸发残渣、酸度、羰基化合物 4 项指标与 ACS 标准相当。

本标准总体达到国际先进水平。

检测方法中，ISO 标准中含量的检测采用柱长 3m 的不锈钢柱，本次修订参考 JIS 标准，采用柱长 30m 的毛细管柱；密度测试增加了振动式液体密度仪法，其它项目检测方法与 JIS 标准存在一些微小差异，测定方法中涉及有国标通则的，都采用通则测定。

## **七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准(强制性标准)的协调性**

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的化学试剂国家标准及行业标准，强制性标准引用了 GB 15258《化学品安全标签编写规定》、GB 15346《化学试剂 包装及标志》、GB 28644.2《危险货物有限数量及包装要求》，其余均为推荐性标准。

本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

## **八、重大分歧意见的处理经过和依据**

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

## **九、标准性质的建议说明**

本标准的性质为推荐性标准。

## **十、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准目前正在修订阶段，报批稿提交后希望有关部门尽快批准发布，新标准发布后，使用单位须对标准进行宣贯，并按新标准的实施日期执行。

## **十一、废止现行相关标准的建议**

无。

## **十二、其它应予说明的事项**

无。

表 2 乙醚国内外标准指标对比表

项目	原国标 GB/T 12591—2002		ISO 6353-3:1987	JIS K 8103:2024	ACS (2016)		拟定标准		
	分析纯	化学纯			乙醚	无水乙醚	分析纯	化学纯	无水级
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.5	≥98.5	≥99.5	≥99.5	≥98.0	≥99.0	≥99.5	≥98.5	≥99.7
色度/黑曾单位	≤10	≤20	≤10	≤10	≤10	≤10	≤10	≤20	≤10
密度 (20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.713~0.715	0.713±0.001	0.712~0.714	—	—	0.713~0.715	0.713~0.715	0.713~0.715
蒸发残渣, w/%	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001
酸度 (以 H <sup>+</sup> 计), b/ (mmol/g)	≤0.0002	≤0.0005	≤0.0002	≤0.001 (以 CH <sub>3</sub> COOH 计)	≤0.0002 meq/g	≤0.0002 meq/g	≤0.0002	≤0.0005	≤0.0002
过氧化物 (以 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	≤0.0001	≤0.00003	≤0.00003	≤0.0001	≤0.0001	≤0.00003	≤0.0001	≤0.00003
甲醇 (CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	≤0.05	≤0.02	≤0.02	—	—	≤0.02	≤0.05	≤0.02
乙醇 (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.3	≤0.5	≤0.05	≤0.05	—	合格	≤0.05	≤0.3	≤0.05
水分 (H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.2	≤0.3	≤0.2	≤0.1	—	≤0.03	≤0.1	≤0.3	≤0.05
羰基化合物 (以 CO 计), w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.001	≤0.001	≤0.001 (以 HCHO 计)	≤0.001 (以 HCHO 计)	≤0.001	≤0.002	≤0.001
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	—	—	合格	合格	合格

表3 乙醚国内外标准方法对比表

项目	ISO 6353-3:1987	JIS K 8103:2024	ACS (2016)	原国标 GB/T 12591—2002	拟定方法
含量	气相色谱法 火焰离子化检测器：2m~4m 不锈钢柱或玻璃柱，内径 2.5mm，固定相 15%癸二酸二（2-乙基己基）酯 涂于硅藻土载体 [0.15mm ~ 0.18mm（80目~100目）ASTM]，柱温 50℃， 气化 150℃，检测 150℃， 进样量 0.2 μL	气相色谱法 氢火焰离子化检测器；毛细管柱，内径 0.53mm，柱长 30m；固定相：二甲基聚硅氧烷，膜厚 5.0 μm 40℃保持 5min，以 5℃/min 的速率升温到 90℃，保持 2min 气化、检测：150℃ 进样量 0.2 μL	气相色谱法 热导或火焰离子化检测器；毛细管柱，固定相：甲基硅氧烷 柱长 30m，内径 0.53mm，膜厚 5 μm。 40℃保持 5min，以 10℃/min 的速率升到 220℃，保持 2min。 气化：150~220℃，检测：250℃。 进样量 0.2 μL	气相色谱法 热导检测器；3m 不锈钢柱，内径 3mm，固定相 10%聚乙二醇己二酸酯涂于石油醚浸泡和用丙酮洗涤过的 401 有机载体 [0.18mm ~ 0.25mm(60目~80目)]，于 140℃老化 4h 以上 柱温 120℃，汽化 130℃、检测 130℃ 进样量 3 μL	气相色谱法 FID 检测器；100%聚甲基硅氧烷毛细管柱，柱长 30m，内径 0.32mm，液膜厚度 0.5 μm。 柱温：40℃保持 5min，20℃/min 升温至 200℃，保持 1min 气化：200℃ 检测：200℃ 进样量 0.2 μL
色度	GM 36（铂钴比色法）	铂钴比色法	按 ASTM D1209 测定。铂钴比色法	GB/T 605 铂钴比色法	同原方法
密度	GM24.1（密度瓶法）	比重瓶法或振动式密度计法	/	按 GB/T 611-1988 中 5.1 的规定测定（密度瓶法）	按 GB/T 611-2021 中 4.2 或 4.4 的规定测定（密度瓶法或振动式液体密度仪法）
蒸发残渣	取 100g（140mL）样品，按 GM 14 测定。将残留物干燥 30min 残留物的质量不得超过 1mg	取 100g 样品，根据 JIS K 0067 4.3.4 规定的方法（水浴加热蒸发），在水浴温度不超过 80℃ 的温度（70~80℃）下蒸发（45-75）min	量取 100g（140mL）样品，在水浴中蒸干 105℃ 下干燥 30min。	量取 140mL（100g）样品，按 GB/T 9740 的规定测定。此项实验必须在检验过氧化物合格后进行	同原方法
酸度	取 20g（28mL）样品，按 GM 13.1 测定，用百里香酚蓝作指示剂，用 0.01mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定，滴定消耗不得大于 0.2mL。	配制样品溶液时，先以约 200 ml/min 的流速将氮气通过 100 mL 的分液漏斗约 2min 以置换空气，迅速取 25mL 无二氧化碳水，加 3 滴溴百里酚蓝指示剂，用 0.02mol/L 氢氧化钠溶液或 0.02mol/L 盐酸中和至液体颜色变为中性后，立即加入 36g（12.8mL）样品并用力振荡搅拌约 2min，摇匀，静置，观察下层水相的颜色。 当水相颜色从中性变为酸性颜色（黄色），则向液面通氮 2min 以置换空气。将水相转移到 100mL	在具塞烧瓶中加入 10 mL 水。加入 0.10mL 溴百里酚蓝指示剂溶液和 0.01N NaOH，剧烈摇动后仍呈蓝色。用移液管加入 25mL 样品，快速摇晃以混合两层。如果没有蓝色残留，用 0.01N NaOH 滴定，直到蓝色恢复并持续几分钟。所消耗的 0.01N NaOH 不得超过 0.30mL。	按 GB/T 9736-1998 中 6.1 的规定测定。量取 100mL 无二氧化碳的水，注入分液漏斗中，加 2 滴溴百里香酚蓝指示液（1g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=0.02mol/L] 中和至溶液呈蓝色，并保持 30s。加入 20g（约 28mL）样品，振摇 3min，静置分层，取水相 50mL，用氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=0.02mol/L] 滴定至溶液呈蓝色，并保持 30s。结果按 GB/T 9736-2008 中 5.2.2 “非水溶性样品” 的规定计算。	同原方法

		磨口锥形瓶中，边通氮边用移液管添加 0.02 mol/L 氢氧化钠溶液滴定到终点。加入的 0.02mol/L 氢氧化钠溶液不得超过 0.30mL			
过氧化物	将 10 mL 碘化钾溶液（10%）和 110mL（78g）样品注入 120 mL 具磨口玻璃塞烧瓶中。关闭瓶子，振摇，并在暗处中静置 1h 后，水相应保持无色	将预先用样品清洗过的比色管通氮置换空气后，加入 20mL 样品及 1mL 碘化钾溶液（100g/L）加塞摇匀，在暗处静置 1h 后，水相应保持无色	取 35.0g（50mL）样品于分液漏斗中，加入 5.0mL 四氯化钛试剂溶液。振摇，静置分层，取下层液体至 25mL 的具塞比色管中作为标准。移取 5.0mL 四氯化钛试剂溶液于比色管中，加入一定体积的含有 0.035mg 过氧化氢离子的标准溶液。用水将两种溶液稀释至 10.0 mL，并混合。混合物静置至少 30min。样品溶液的黄色不应超过标准中的黄色。可以用分光光度计在波长为 410nm，1cm 吸收池测定	1) 量取 150mL 乙醚，加 5mL 无水亚硫酸钠溶液（100g/L），振摇 2min，加 50mL 水，再振摇，静置，取乙醚层备用。 2) 取 40g（约 56mL）样品，注入 100mL 比色管中，加 10mL 碘化钾溶液（100g/L），振摇，于暗处放置 30min。沿比色管轴线方向观测，所呈黄色不得深于标准对比溶液。	同原方法
甲醇	同含量	同含量	/	同含量	同含量
乙醇	同含量	同含量	将 100 mL 转移到分液漏斗中，分五次连续摇匀，分别为 20 mL、10 mL、10 mL、5 mL 和 5 mL。分别为约 25℃ 的蒸馏水。摇晃每一份 2 分钟，小心地分离水层。最后，将混合的水提取物从一个烧瓶倒入另一个烧瓶六次，以确保乙醚污染最小。用移液管将 1mL 水提取物转移到比较管中，并加入 4mL 水。作为标准品，取 5mL 0.2mL 无水酒精在 1L 水中的溶液。向每种溶液中加入 10mL 硝酸铬溶液，混合，静置 1h。在这段时间结束时，样品溶液的颜色从黄色到绿色或蓝色的变化不应超过标准显示的变化。试验和标准品必须保持在相同的温度下（限制约 0.05%）	同含量	同含量

水分	取 14g (20mL) 样品, 用 20mL 甲醇作为溶剂, 按 GM 12 测定	按 JIS K 0068 的规定测定 (直接滴定或库仑滴定法)	按水分测定方法 2 (库仑滴定法)	同含量	称取 10g (约 10.5mL) 样品, 以 10mL 甲醇为溶剂, 按 GB/T 606 的规定测定
羰基化合物	取 1g (1.4mL) 样品置于磨口比色管中, 加入 2mL 不含羰基的甲醇和 2mL 2, 4-二硝基苯肼, 盖上比色管, 摇匀后静置 30min。取下塞子, 将比色管置于 50℃~55℃ 的热水浴中, 并在通氮气的条件下煮沸乙醚。将比色管从水浴中取出, 冷却至室温, 加入 8 mL 吡啶、2mL 水和 2mL 氢氧化钾-甲醇溶液, 摇匀, 静置 10min, 用不含羰基的甲醇稀释至 25mL。所得溶液的暗红色不应深于 1mL 羰基化合物标准溶液制备的比对溶液	取 2g 样品置于磨口比色管中, 加入 2mL 乙醇 (醛酮试验用) 和 1.0mL 2, 4-二硝基苯肼, 盖上比色管, 摇匀后静置 30min。取下塞子, 将比色管置于 50℃~55℃ 的水浴中, 通氮。冷却后, 加入 8 mL 吡啶、2mL 水和 5mL 氢氧化钾-乙醇溶液 (10g/L), 摇匀, 静置 10min, 加入乙醇 (醛酮试验用) 稀释至 25mL。所得溶液的暗红色不应深于由 2mL 乙醇 (醛酮试验用) 和 2mL 羰基化合物标准溶液 (0.01mg/mL) 制备的比对溶液	GC-MS 法 供试品溶液制备: 加入 2.0 μL 甲醛溶液 (37%)、1.4 μL 乙醛、1.9 μL 丙醛、1.9 μL 丙酮、2.3 μL 丁醛和 2.3 μL 丁酮添加到 100.0 mL 样品中 (添加的摩尔当量为 10 μg/g 甲醛), 按 GC-MS 法分析样品和供试品溶液。将进样温度和压力设置为 90℃ 和 20kPa。注入 3 μL 样品, 比例为 5:1。检测温度曲线: 在 35℃ 下保持 40min, 5℃/min 至 80℃ 保持 10min。样品中每个羰基峰的面积应不大于供试品溶液中相应峰面积的一半	称取 1g (约 1.4mL) 样品, 溶于 8mL 无羰基的甲醇中, 按 GB/T 9733 的规定测定。溶液所呈暗红色不得深于标准比对溶液。	同原方法
易炭化物质	将 10 毫升硫酸冷却至 10℃。并在搅拌下向其中滴加 10mL 样品。5min 后, 溶液所呈颜色不得超过 20 Hazen 单位	取 5mL 冷却至 5℃ 的样品置于比色管中, 加入冷却到 5℃ 左右的硫酸 5mL, 冷却到不超过 20℃, 边冷却边轻轻混匀, 溶液所呈颜色不应深于合格限度标准	/	按 GB/T 9737 的规定测定。其中, 量取 10mL 硫酸 (优级纯, 95%±0.5%), 冷却至 10℃, 在振摇下逐滴加入 10mL 样品 (此时溶液温度不得高于 20℃)。溶液所呈颜色不得深于标准色	同原方法

表 4 各生产单位乙醚实测数据（分析纯）

项目	分析纯	江苏强盛功能化学股份有限公司			广东广试试剂科技有限公司			广东光华科技股份有限公司		
		20231018	20240626	20250505	20230601	20240101	20240901	20220409	20231115	20240829
含量 $[(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{O}]$ , $w/\%$	$\geq 99.5$	99.82	99.89	99.83	99.80	99.80	99.80	99.8	99.7	99.9
色度/黑曾单位	$\leq 10$	<10	<10	<10	10	10	10	10	10	10
密度 (20°C), $\rho/(\text{g/mL})$	0.713~0.715	0.7133	0.7136	0.7138	0.7139	0.7139	0.7138	0.713	0.714	0.714
蒸发残渣, $w/\%$	$\leq 0.001$	0.0009	0.0008	0.0008	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007	0.0009
酸度 (以 $\text{H}^+$ 计), $b/(\text{mmol/g})$	$\leq 0.0002$	0.0001	0.0001	0.0001	0.00010	0.00010	0.00010	0.00012	0.00012	0.00012
过氧化物 (以 $\text{H}_2\text{O}_2$ 计), $w/\%$	$\leq 0.00003$	<0.00003	<0.00003	<0.00003	0.00003	0.00003	0.00003	0.00002	0.00003	0.00002
甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), $w/\%$	$\leq 0.02$	未检出	未检出	0.0013	0.010	0.010	0.010	0.002	0.004	0.004
乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), $w/\%$	$\leq 0.3$	0.016	0.025	0.0070	0.05	0.06	0.05	0.02	0.03	0.008
水分 ( $\text{H}_2\text{O}$ ), $w/\%$	$\leq 0.2$	0.046	0.037	0.020	0.06	0.08	0.04	0.02	0.08	0.1
羰基化合物 (以 $\text{CO}$ 计), $w/\%$	$\leq 0.001$	<0.001	<0.001	<0.001	0.0006	0.0006	0.0006	0.0008	0.0008	0.0008
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

续表 4 各生产单位乙醚实测数据（分析纯）

项目	分析纯	国药集团化学试剂有限公司			上海安谱实验科技股份有限公司			天津渤海化学试剂有限责任公司		
		20220415	20230516	20240531	批次 1	批次 2	/	101613	-	170325
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.5	99.8	99.8	99.8	99.8	99.9	/	99.6	99.5	99.8
色度/黑曾单位	≤10	10	<10	<10	≤10	≤10	/	10	10	<10
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.714	0.713	0.713	0.714	0.714	/	0.713	0.713	0.713
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.0008	0.0008	0.0008	0.0003	0.0003	/	0.001	0.001	0.001
酸度(以H <sup>+</sup> 计), b/(mmol/g)	≤0.0002	0.00008	0.00008	0.0002	0.0001	0.0001	/	0.01	0.01	0.01
过氧化物(以H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	0.00001	<0.00003	<0.00003	≤0.00003	≤0.00003	/	0.00003	0.00003	0.00003
甲醇(CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	0.01	0.01	0.01	0.006	0.006	/	0.02	0.02	0.02
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.3	0.2	0.2	0.2	0.03	0.02	/	0.3	0.3	0.3
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.2	0.08	0.1	0.1	0.011	0.013	/	0.15	0.15	0.2
羰基化合物(以CO计), w/%	≤0.001	0.0005	0.0008	<0.001	≤0.001	≤0.001	/	0.0005	0.0005	0.0005
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	/	合格	合格	合格

续表 4 各生产单位乙醚实测数据（分析纯）

项目	分析纯	利安隆博华（天津）医药化学有限公司			南京化学试剂股份有限公司			天津市永大化学试剂有限公司		
		分析纯	分析纯	分析纯	240905294F	240108093D	231214696G	20230208	20240723	20250527
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.5	99.93	99.91	99.94	99.8	99.8	99.8	99.91	99.87	99.93
色度/黑曾单位	≤10	<10	<10	<10	10	10	10	10	10	10
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.7142	0.7141	0.7144	0.714	0.714	0.714	0.714	0.713	0.713
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.0008	0.0006	0.0005	0.0006	0.0006	0.0006	0.001	0.001	0.001
酸度(以H <sup>+</sup> 计), b/(mmol/g)	≤0.0002	0.00016	0.00018	0.00013	0.0001	0.0001	0.0001	0.00012	0.00016	0.0002
过氧化物(以H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	<0.00003	<0.00003	<0.00003	0.00002	0.00001	0.00002	合格	合格	合格
甲醇(CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	0.004	0.007	0.007	0.017	0.01	0.01	未检出	未检出	未检出
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.3	0.003	0.001	0.001	0.01	0.01	0.01	未检出	未检出	未检出
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.2	0.083	0.074	0.061	0.01	0.01	0.01	0.02	0.04	0.034
羰基化合物(以CO计), w/%	≤0.001	<0.001	<0.001	<0.001	0.0008	0.0008	0.0008	合格	合格	合格
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

续表 4 各生产单位乙醚实测数据（无水级）

项目	无水级 (拟定)	江苏强盛功能化学股份有限公司			广东广试试剂科技有限公司			广东光华科技股份有限公司		
		20230515	20240626	20250505	20231001	20240601	20241201	20220926	20230625	20241026
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.7	99.91	99.89	99.83	99.80	99.80	99.80	99.9	99.8	99.9
色度/黑曾单位	≤10	<10	<10	<10	10	10	10	10	10	10
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.7135	0.7136	0.7138	0.7139	0.7137	0.7135	0.713	0.713	0.714
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.0007	0.0008	0.0008	0.0007	0.0006	0.0006	0.001	0.0008	0.001
酸度(以H <sup>+</sup> 计), b/(mmol/g)	≤0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	/	/	/	0.00012	0.00016	0.0001
过氧化物(以H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	<0.00003	<0.00003	<0.00003	0.00003	0.00003	0.00003	0.00002	0.00003	0.00002
甲醇(CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	未检出	未检出	0.0013	/	/	/	0.004	0.004	0.004
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.05	0.010	0.025	0.0070	/	/	/	0.008	0.003	0.004
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.05	0.014	0.037	0.020	0.025	0.035	0.030	0.02	0.02	0.02
羰基化合物(以CO计), w/%	≤0.001	<0.001	<0.001	<0.001	0.0005	0.0006	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

续表 4 各生产单位乙醚实测数据（无水级）

项目	无水级 (拟定)	国药集团化学试剂有限公司			利安隆博华（天津）医药化学有限公司			南京化学试剂股份有限公司		
		20220415	20220706	20240531	无水级	无水级	无水级	240905294F	240108093D	231214696G
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.7	99.8	99.9	99.9	99.95	99.94	99.94	99.8	99.8	99.8
色度/黑曾单位	≤10	10	<10	<10	<10	<10	<10	10	10	10
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.713	0.713	0.713	0.7136	0.7138	0.7140	0.714	0.714	0.714
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.001	0.0008	0.001	0.0006	0.0008	0.0006	0.0006	0.0006	0.0006
酸度(以H <sup>+</sup> 计), b/(mmol/g)	≤0.0002	0.00015	0.0002	0.0002	0.00018	0.00017	0.00018	0.0001	0.0001	0.0001
过氧化物(以H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	0.00001	<0.00003	<0.00003	<0.0003	<0.0003	<0.0003	0.00002	0.00001	0.00002
甲醇(CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	0.02	0.02	0.02	0.016	0.015	0.018	0.017	0.01	0.01
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.05	0.1	0.05	0.1	0.002	0.001	0.0012	0.01	0.01	0.01
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.05	0.04	0.04	0.04	0.023	0.040	0.038	0.01	0.01	0.01
羰基化合物(以CO计), w/%	≤0.001	0.0008	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	0.0008	0.0008	0.0008
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

续表 4 各生产单位乙醚实测数据（无水级）

项目	无水级 (拟定)	天津市永大化学试剂有限公司								
		20231113	20241211	20250513						
含量[(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O], w/%	≥99.7	99.92	99.98	99.95						
色度/黑曾单位	≤10	10	10	10						
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~0.715	0.713	0.713	0.714						
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.001	0.001	0.001						
酸度(以H <sup>+</sup> 计), b/(mmol/g)	≤0.0002	0.0002	0.0002	0.0002						
过氧化物(以H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 计), w/%	≤0.00003	合格	合格	合格						
甲醇(CH <sub>3</sub> OH), w/%	≤0.02	0.0053	0.0074	0.012						
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), w/%	≤0.05	未检出	未检出	未检出						
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.05	0.035	0.04	0.047						
羰基化合物(以CO计), w/%	≤0.001	合格	合格	合格						
易炭化物质	合格	合格	合格	合格						

# 化学试剂 乙醚

## 实验报告

### 江苏强盛功能化学股份有限公司

#### 一、分析纯规格

##### 1 含量测定

##### 1.1 方法的确定

ISO 标准中含量测定采用的是 FID 检测器，毛细管柱或不锈钢；JIS K 8103:2024 以及 ACS 标准中含量测定均采用 FID 检测器，毛细管柱。本次修订，主要参考 JIS 标准中含量测定的色谱条件，进行了适当优化。

JIS K 8103:2024 采用的是 100%聚甲基硅氧烷的毛细管柱，本次验证采用 100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱。

##### 1.1.1 按 JIS K 8103:2024 中的含量测定条件验证

检测器：氢火焰离子化检测器；

固定相：100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱；

柱长：30m；

柱内径：0.32mm；

液膜厚度：0.5  $\mu\text{m}$ ；

柱温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5min，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率升到 90 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2min；

汽化室温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；

检测室温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；

进样量：0.2  $\mu\text{L}$ ；

按上述条件测定乙醚含量，色谱图见图 1，放大后见图 2。

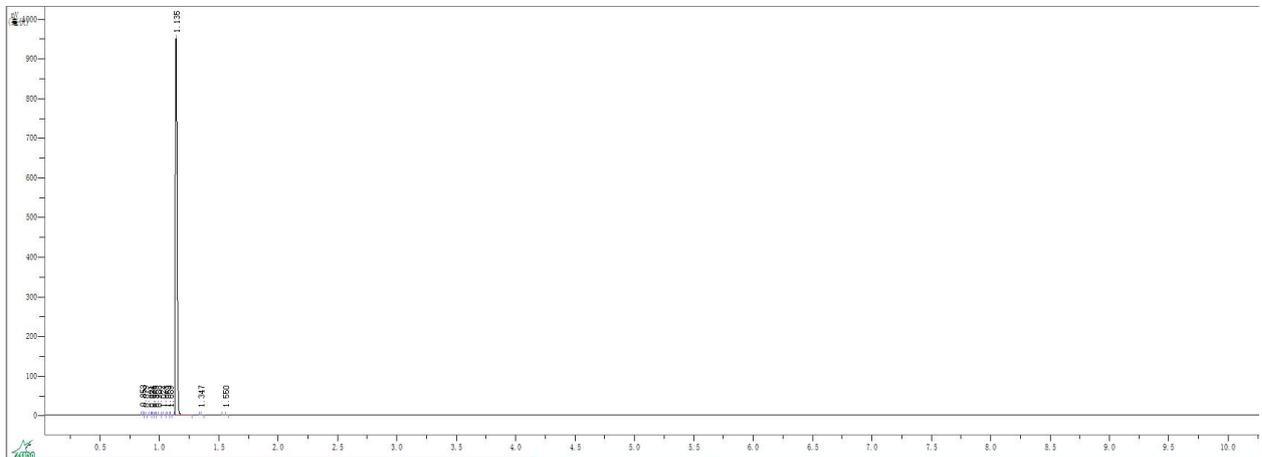


图 1 按 JIS K 8103:2024 中的含量测定条件色谱图

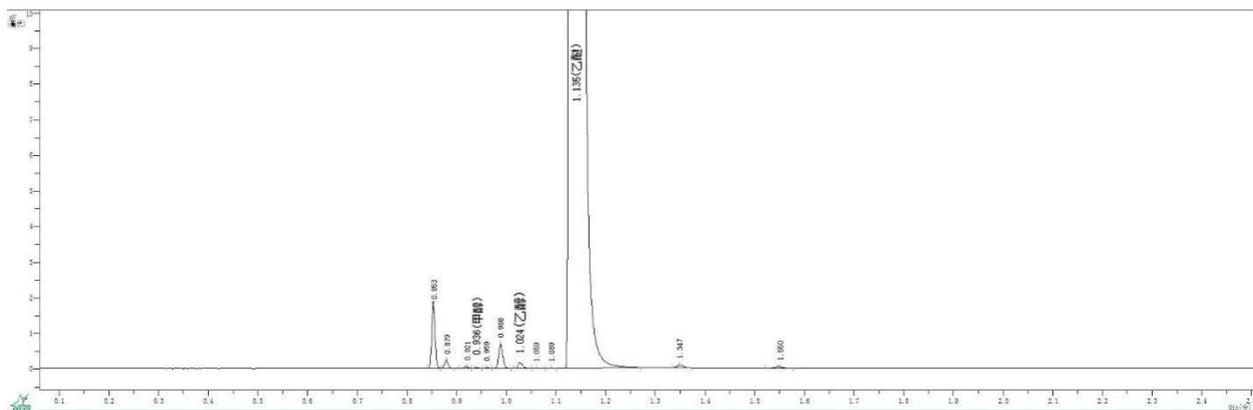


图2 按 JIS K 8103:2024 中的含量测定条件色谱图局部放大图

检测数据见表1。

表1 按 JIS K 8103:2024 中的含量测定条件检测数据表

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量, w/%	分离度
1		0.850	1538.6	74.18	0.0825	1.967
2		0.875	205.4	103.3	0.0115	1.967
3		0.915	50.0	26.0	0.0029	2.981
4	甲醇	0.936	19.5	10.1	0.0011	1.534
5		0.958	20.9	11.1	0.0012	1.405
6		0.984	510.6	327.8	0.0365	1.716
7	乙醇	1.024	123.6	83.9	0.0093	2.463
8		1.060	11.6	7.2	0.0008	2.206
9	乙醚	1.135	949366.6	897700.2	99.8412	3.662
10		1.348	68.2	69.6	0.0077	8.164
11		1.545	37.1	47.0	0.0052	6.476

检测结果，乙醚含量为99.84%。

从检测情况看，乙醚中所有组分在5min前均已馏出。由于终温为90℃，考虑到可能存在高沸点物质无法检出，因此在JIS K 8103:2024测定条件的基础上对温度条件进行了一些优化，形成拟定方法。

### 1.1.2 拟定方法验证

检测器：氢火焰离子化检测器；

固定相：100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱；

柱长：30m；

柱内径：0.32mm；

液膜厚度：0.5 μm；

柱温度：40℃保持5min，以20℃/min的速率升到200℃，保持2min；

汽化室温度：200℃；

检测室温度：200℃；

进样量：0.2  $\mu$ L；

按上述条件测定乙醚含量，色谱图见图 3，放大后见图 4。

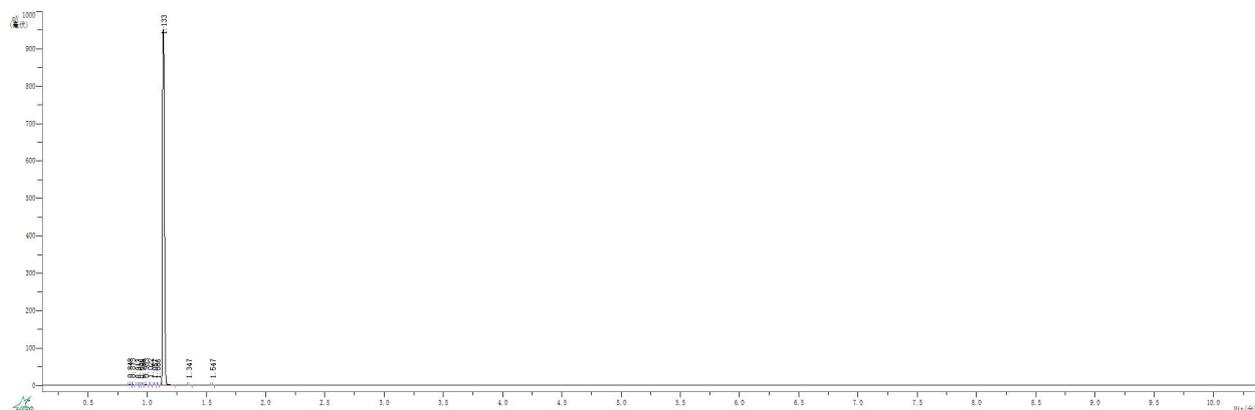


图 3 拟定条件色谱图

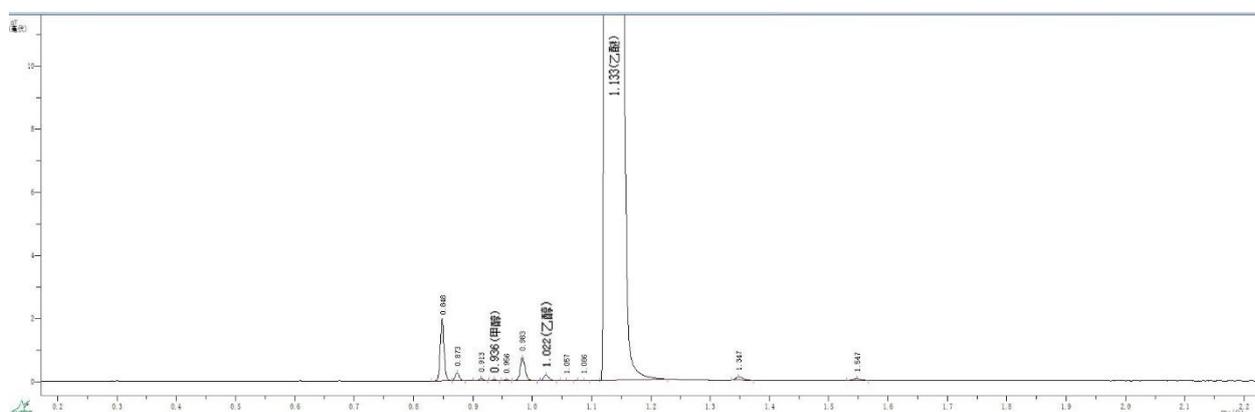


图 4 拟定条件色谱图局部放大图

检测数据见表 2。

表 2 拟定条件检测数据表

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量, w/%	分离度
1		0.848	1873.0	872.1	0.0837	2.013
2		0.873	244.0	115.4	0.0111	2.013
3		0.913	69.6	34.9	0.0034	3.401
4	甲醇	0.936	26.6	14.0	0.0013	1.677
5		0.956	30.4	14.5	0.0014	1.491
6		0.983	739.1	433.7	0.0416	1.888
7	乙醇	1.022	177.4	111.1	0.0107	2.463
8		1.057	15.9	10.3	0.0010	2.016
9	乙醚	1.133	952428.8	1040525.6	99.8313	3.254
10		1.347	98.4	91.1	0.0087	7.806
11		1.547	57.8	61.7	0.0059	7.262

检测结果，乙醚含量为 99.83%。

测定条件优化后，拟定条件检测结果与 JIS K 测定条件的检测结果基本相一致，方法可行。

## 1.2 分离度实验

采用拟定测试方法，在样品中加入一定量的甲醇、乙醇后进行分离度实验，色谱图见图 5，图 6 为放大的图谱。

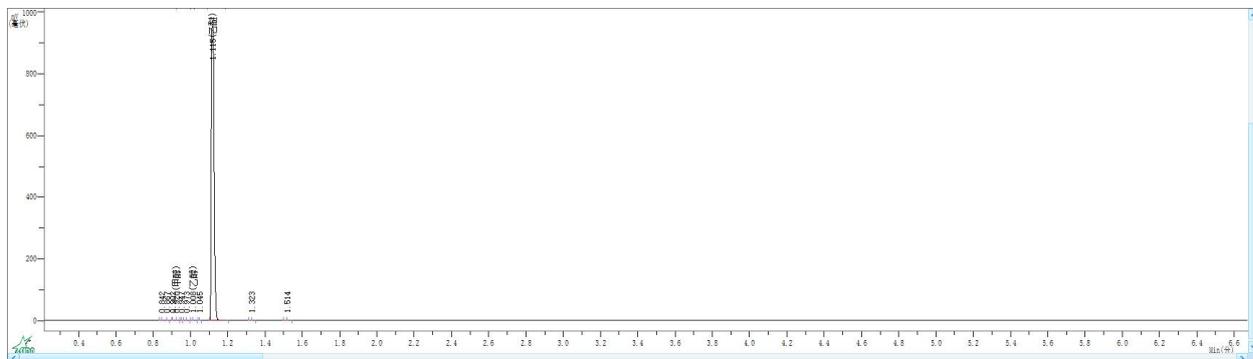


图 5 分离度实验色谱图

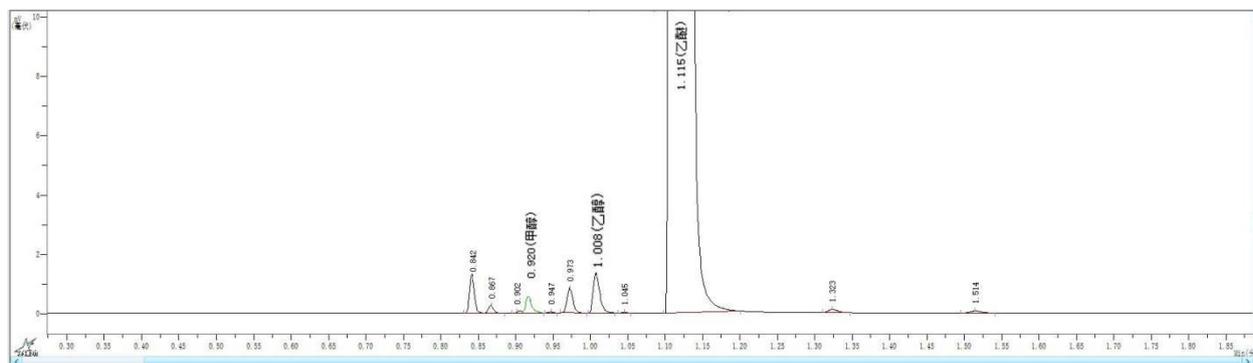


图 6 分离度实验色谱局部放大图

检测数据见表 3。

表 3 分离度实验检测数据表

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量, w/%	分离度
1		0.842	1141.9	579.7	0.0575	2.082
2		0.867	240.3	124.5	0.0123	2.082
3		0.902	39.5	31.3	0.0031	2.419
4	甲醇	0.920	331.0	314.7	0.0312	1.082
5		0.947	34.1	16.0	0.0016	1.716
6		0.973	825.6	456.6	0.0452	1.925
7	乙醇	1.008	1249.4	813.0	0.0806	2.416
8		1.045	16.4	8.9	0.0009	2.472
9	乙醚	1.115	952095.2	1006469.7	99.7511	3.304
10		1.323	107.0	95.8	0.0095	8.162
11		1.514	65.3	71.3	0.0071	7.539

结论：采用拟定方法，甲醇、乙醇和乙醚的分离度均能达到要求。

### 1.3 精密度实验

按拟定方法，以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的乙醚做精密度实验，样品多次平行测定结果见表 4。

表 4 采用拟定方法做精密度实验检测结果表

批号	20250301	20250505
含量, w/%	99.846	99.830
	99.831	99.837
	99.822	99.841
	99.827	99.831
	99.825	99.829
	99.830	99.836
	99.832	99.837
	99.840	99.834
	99.828	99.840
	99.833	99.835
平均值, w/%	99.831	99.835
相对标准偏差 RSD, %	0.006737	0.003853

结论：根据上述实验情况，样品精密度达到要求，拟订方法可行。

## 2 密度测定

按拟定方法，分别采用 GB/T 611-2021 中 4.2、4.4 规定的方法（密度瓶法、振动式液体密度仪法），以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的 2 批次乙醚进行密度对比检测，结果见表 5。

表 5 采用拟定方法密度检测数据表

指标	批号					
	20250301			20250505		
密度 (20℃), $\rho$ /(g/mL)	密度瓶法	振动式液体 密度仪法	两种方法 偏差	密度瓶法	振动式液体 密度仪法	两种方法 偏差
	0.7133	0.7131	/	0.7137	0.7134	/
	0.7135	0.7131	/	0.7138	0.7134	/
平均值, g/mL	0.7134	0.7131	0.0003	0.7138	0.7134	0.0004

结论：两种方法检测结果符合指标，偏差在可接受范围内，拟定方法可行。

## 3 甲醇测定

### 3.1 拟定方法检测结果

按拟定方法，对江苏强盛功能化学股份有限公司生产的 2 批次乙醚进行检测，结果见表 6。

表 6 采用拟定方法甲醇检测数据表

指标	批号	
	20250301	20250505
甲醇, w/%	0.0011	0.0013
	0.0011	0.0013
平均值, w/%	0.0011	0.0013

### 3.2 甲醇回收率实验

按拟定方法, 以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的乙醚(批号 20250505)做甲醇回收率实验, 结果见表 7。

表 7 乙醚中甲醇加标回收率实验结果数据表

样品中甲醇, w/%	标准加入量, w/%	甲醇测得量, w/%	回收量, w/%	回收率, %
0.0013	0.022	0.023	0.0217	98.64
0.0013	0.051	0.053	0.0517	101.37

结论: 检测结果符合指标, 甲醇回收率符合要求, 拟定方法可行。

## 4 乙醇测定

### 4.1 拟定方法检测结果

按拟定方法, 对江苏强盛功能化学股份有限公司生产的 2 批次乙醚进行检测, 结果见表 8。

表 8 采用拟定方法乙醇检测数据表

指标	批号	
	20250301	20250505
乙醇, w/%	0.0060	0.0069
	0.0061	0.0070
平均值, w/%	0.0060	0.0070

### 4.2 乙醇回收率实验

按拟定方法, 以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的乙醚(批号 20250505)做乙醇回收率实验, 结果见表 9。

表 9 乙醚中乙醇加标回收率实验结果数据表

样品中乙醇, w/%	标准加入量, w/%	乙醇测得量, w/%	回收量, w/%	回收率, %	校正因子	校正后回收量, w/%	校正后回收率, %
0.0107	0.056	0.093	0.0823	147	0.65	0.053	95.53
0.0107	0.098	0.158	0.1473	150	0.65	0.096	97.70
0.0107	0.45	0.68	0.6693	149	0.65	0.435	96.68

结论: 检测结果符合指标, 因回收率偏高, 采用 GB/T 9722-2023 计算校正因子, 校正后乙醇回收率符合要求, 拟定方法可行。

## 5 水分测定

### 5.1 拟定方法验证

按拟定方法（卡尔·费休法），以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的3批次乙醚进行水分检测，同时与原标准（GB/T 12591-2002中5.9）规定的方法（热导法）作对比，结果见表10。

表10 采用拟定方法和原标准方法水分检测结果数据表

批号	水分, w/%		
	拟定方法	原标准方法（热导）	两种方法偏差
20250102	0.024	0.025	0.001
20250301	0.037	0.035	0.002
20250505	0.020	0.018	0.002

结论：两种方法检测结果均符合指标要求，偏差在可接受范围内，拟定方法可行。

### 5.2 水分回收率实验

按拟定方法，以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的乙醚（批号20250505，水分0.020%）做水分回收率实验，结果见表11。

表11 乙醚中水分加标回收率实验结果数据表

样品质量, g	样品中水的质量, mg	加入水的质量, mg	加标后测定水分, w/%	加标后样品中水的质量, mg	回收的水的质量, mg	回收率, %
29.0557	5.8111	24.2	0.107	31.1154	25.3043	104.56
29.7067	5.9413	82.8	0.309	92.0495	86.1082	103.99
29.6006	5.9201	142	0.491	146.0361	140.1160	98.67

结论：实验结果表明，水分的回收率符合要求，方法可行。

### 5.3 水分精密度实验

按拟定方法，以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的三批乙醚做精密度实验，结果见表12。

表12 乙醚中水分精密度实验结果数据表

批号	20250102	20250301	20250505
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	0.024	0.037	0.02
	0.023	0.037	0.019
	0.024	0.036	0.021
	0.024	0.037	0.02
	0.024	0.037	0.02
	0.023	0.036	0.019
平均值, w/%	0.024	0.037	0.020
标准偏差	0.000471	0.000471	0.000687
相对标准偏差, %	1.99185	1.285649	3.464795

结论：实验结果表明，水分精密度达到要求，拟订方法可行。

## 二、无水级规格（拟新增规格）

### 1 含量

按拟定方法，以江苏强盛功能化学股份有限公司生产的两批无水乙醚进行含量检测，结果见表 13。

表 13 含量的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
含量, w/%	≥99.7	99.823	99.830
		99.821	99.837
		99.824	99.841
		99.828	99.831
		99.825	99.829
		99.822	99.836
		99.827	99.837
		99.826	99.834
		99.821	99.840
		99.824	99.835
平均值, w/%		99.824	99.835
相对标准偏差 RSD, %		0.002118	0.003853

结论：含量检测结果符合无水级指标，测定方法无异常，精密度试验符合要求，拟定方法可行。

### 2 色度

按 GB/T 605 的规定测定。实验结果见表 14。

表 14 色度的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
色度, 黑曾单位	≤10	<10	<10
		<10	<10
平均值, 黑曾单位		<10	<10

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

### 3 密度测定

分别按 GB/T 611—2021 中 4.2 或 4.4 的规定测定。实验结果见表 15。

表 15 密度的测定

项目	指标	批号			
		20250102		20250505	
密度(20℃), ρ/(g/mL)	0.713~ 0.715	密度瓶法	振动式液体密度仪法	密度瓶法	振动式液体密度仪法
		0.7130	0.7131	0.7137	0.7134
		0.7131	0.7131	0.7138	0.7134
平均值, g/mL		0.7131	0.7131	0.7138	0.7134

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

#### 4 蒸发残渣测定

称取 100g (约 140mL) 样品，按 GB/T 9740 的规定测定。此项实验必须在检验过氧化物合格后进行。实验结果见表 16。

表 16 蒸发残渣的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
蒸发残渣, w/%	≤0.001	0.0007	0.0008
		0.0008	0.0007
平均值, w/%		0.0008	0.0008

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

#### 5 酸度测定

按GB/T 9736—2008中5.2的规定测定。其中：量取100mL无二氧化碳的水，注入分液漏斗中，加2滴溴百里香酚蓝指示液（1g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02\text{mol/L}]$ 中和至溶液呈蓝色，并保持30s。加入20g（约28mL）样品，振摇3min，静置分层，取水相50mL，用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02\text{mol/L}]$ 滴定至溶液呈蓝色，并保持30s。结果按GB/T 9736-2008中5.2.2“非水溶性样品”的规定计算。

实验结果见表17。

表 17 酸度的测定

项目	指标	产品批号	
		20250102	20250505
酸度（以 $\text{H}^+$ 计）， $b/(\text{mmol/g})$	≤0.0002	0.0002	0.0001
		0.0002	0.0001
平均值, mmol/g		0.0002	0.0001

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

#### 6 过氧化物测定

##### 6.1 不含过氧化物的乙醚的制备

量取 150mL 乙醚，加 5mL 无水亚硫酸钠溶液（100g/L），振摇 2min，加 50mL 水，再振摇，静置，取乙醚层备用。

##### 6.2 测定方法

取 40g (约 56mL) 样品，注入 100mL 比色管中，加 10mL 碘化钾溶液（100g/L），振摇，于暗处放置 30min。沿比色管轴线方向观测，所呈黄色不应深于标准比对溶液。

标准比对溶液是取含 0.012mg 的过氧化氢（ $\text{H}_2\text{O}_2$ ）标准溶液，加 56mL 不含过氧化物的乙醚，与样品同时同样处理。

实验结果见表 18。

表 18 过氧化物的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
过氧化物, w/%	≤0.00003	<0.00003	<0.00003
		<0.00003	<0.00003
平均值, w/%		<0.00003	<0.00003

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

## 7 甲醇测定

检测方法同含量。实验结果见表 19。

表 19 甲醇的检测

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
甲醇, w/%	≤0.02	0.002	0.0013
		0.002	0.0013
平均值, w/%		0.002	0.0013

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

## 8 乙醇测定

检测方法同含量。实验结果见表 20。

表 20 乙醇的检测

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
乙醇, w/%	≤0.05	0.023	0.0069
		0.023	0.0070
平均值, w/%		0.023	0.0070

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

## 9 水分测定

称取 10g (约 10.5mL) 样品，以 10mL 甲醇为溶剂，按 GB/T 606 的规定测定。实验结果见表 21。

表 21 水分的检测

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
水分, w/%	≤0.05	0.024	0.020
		0.024	0.019
平均值, w/%		0.024	0.020

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

## 10 羰基化合物测定

称取 1g (约 1.4mL) 样品，溶于 8mL 无羰基的甲醇中，按 GB/T 9733 的规定测定。溶液所呈暗红色不应深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.01mg 的羰基化合物（CO）标准溶液，与样品同时同样处理。  
实验结果见表 22。

表 22 羰基化合物的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
羰基化合物, w/%	≤0.001	<0.001	<0.001
		<0.001	<0.001
平均值, w/%		<0.001	<0.001

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。

### 11 易炭化物质测定

按 GB/T 9737—2008 的规定测定。其中，量取 10mL 硫酸（优级纯，95%±0.5%），冷却至 10℃，在振摇下逐滴加入 10mL 样品（此时溶液温度不应高于 20℃）。溶液所呈颜色不应深于 GB/T 9737—2008 中 5.1 规定的 B/20 标准色。

实验结果见表 23。

表 23 易炭化物质的测定

项目	指标	批号	
		20250102	20250505
易炭化物质	合格	合格	合格
		合格	合格
平均值		合格	合格

实验结果：实测数据符合拟定指标，测定方法无异常，拟定方法可行。