



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 682—202X  
代替 GB/T 682-2002

## 化学试剂 三氯甲烷

Chemical reagent—Trichloromethane

(征求意见稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布



## 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。

本文件代替GB/T 682—2002《化学试剂 三氯甲烷》，与GB/T 682—2002相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a)增加了液相色谱纯级别及技术要求、测定方法(见第5章、第6章)；
- b)更改了酸度的单位,由“mmol/100g”调整为“mmol/g”(见第5章,2002年版的第4章)；
- c)更改了水分的技术要求,分析纯由“ $\leq 0.03\%$ ”调整为“ $\leq 0.02\%$ ”,化学纯由“ $\leq 0.05\%$ ”调整为“ $\leq 0.03\%$ ”(见第5章,2002年版第4章)；
- d)更改了三氯甲烷和乙醇的测定方法(见6.2,2002年版的5.1)；
- e)增加了密度的振动式液体密度仪测定方法(见6.5)；
- f)更改了包装及标志(见第8章,2003年版第7章)；
- g)增加了有限数量的规定(见第8章,2003年版第7章)；

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于1965年首次发布,1978年第一次修订,2003年第二次修订,本次为第三次修订。



# 化学试剂 三氯甲烷

**警告：本文件规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。**

## 1 范围

本文件规定了化学试剂三氯甲烷的性状、技术要求、试验、检验规则和包装及标志。

本文件适用于化学试剂三氯甲烷的检验。

注：化学试剂三氯甲烷 分子式：CHCl<sub>3</sub>，相对分子质量：119.37(根据2022年国际相对原子质量)，CAS号：67-66-3

## 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 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)
- GB/T 611—2021 化学试剂 密度测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 9722—2023 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9733 化学试剂 羰基化合物测定通用方法
- GB/T 9736—2008 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法
- GB/T 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则
- GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法
- 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
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 性状

三氯甲烷为无色透明液体，具有特殊臭味，易挥发，对光敏感。能与醇、苯、醚、四氯化碳等混合。

## 5 技术要求

三氯甲烷的技术要求见表1。

表1 三氯甲烷的技术要求

项 目	液相色谱纯	分析纯	化学纯
三氯甲烷(CHCl <sub>3</sub> ), w/%	≥99.0	≥99.0	≥98.5
乙醇(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH, 稳定剂), w/%	0.3~1.0	0.3~1.0	0.3~1.0
色度, 黑曾单位	≤10	—	—
密度(20℃), ρ/(g/mL)	1.471~1.484	1.471~1.484	1.471~1.484
蒸发残渣, w/%	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
酸度(以 H <sup>+</sup> 计), mmol/g	≤0.0001	≤0.0001	≤0.0002
氯化物(Cl), w/%	≤0.00005	≤0.00005	≤0.0001
游离氯(Cl), w/%	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
水分(H <sub>2</sub> O), w/%	≤0.01	≤0.02	≤0.03
羰基化合物(以 CO 计), w/%	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0005
易炭化物质	合格	合格	合格
适用于双硫脲试验	合格	合格	—
吸光度	245nm	≤1.00	—
	255nm	≤0.15	—
	260nm	≤0.05	—
	270nm	≤0.02	—
	290nm~400nm	≤0.01	—

## 6 试验

### 6.1 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0.1mL量取或0.01g称量，所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

### 6.2 三氯甲烷

#### 6.2.1 试剂、材料及仪器

应符合GB/T 9722—2023中第5章、第6章的规定。

#### 6.2.2 测定条件

检测器：氢火焰离子化检测器。

载气及柱流量：氮气，0.8mL/min。

空气流速：300mL/min。

氢气流速：30mL/min。

色谱柱：35%苯基-65%二甲基乙烯聚硅氧烷毛细管柱(或能达到同等分离效果的毛细管柱)。

柱长：30m。

柱内径：0.32mm。

液膜厚度：0.25 $\mu$ m。

柱温度：80℃保持10min。

汽化室温度：200℃。

检测室温度：200℃。

进样量：0.4 $\mu$ L。

分流比：50：1。

组分相对主体的相对保留值： $r_{\text{乙醇, 三氯甲烷}}=0.90$ 。

### 6.2.3 定量方法

按GB/T 9722—2023中10.2的规定测定。

### 6.3 乙醇

同6.2。

### 6.4 色度

按GB/T 605的规定测定。

### 6.5 密度

按GB/T 611—2021中4.2或4.4的规定测定。

### 6.6 蒸发残渣

称取200g(约136mL)，按GB/T 9740的规定测定。

### 6.7 酸度

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滴酚酞指示液(10g/L)，摇匀，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。加50mL(74g)样品，振摇3min，静置分层。取水相50mL，用氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=0.01\text{mol/L}$ ]滴定至溶液呈粉红色，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。

### 6.8 氯化物

称取10g(约6.8mL)样品，置于分液漏斗中，加20mL水，振摇1min，静置分层，取水相于比色管中，按GB/T 9729的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含0.005mg(液相色谱纯、分析纯)或0.01mg(化学纯)质量的氯化物(Cl)标准溶液，与样品同时同样处理。

### 6.9 游离氯

称取35g(约24mL)样品,置于碘量瓶中,加10mL水及1mL碘化钾溶液(100g/L),振摇2min,若有机层呈现粉红色,在不断振摇下,滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{mol/L}$ ] 至有机层粉红色消失。硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量不得大于0.5mL(液相色谱纯、分析纯)或1.0mL(化学纯)。

#### 6.10 水分

称取10g(约6.8mL)样品,以10mL甲醇为溶剂,按GB/T 606的规定测定。

#### 6.11 羰基化合物

称取5g(约3.4mL)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色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.015mg(液相色谱纯、分析纯)或0.025mg(化学纯)质量的羰基化合物(CO)标准溶液,与样品同时同样处理。

#### 6.12 易炭化物质

按GB/T 9737的规定测定。其中,量取20mL样品,加10mL硫酸(优级纯,95%±0.5%),振摇3min,静置3min。酸层所呈颜色不得深于 $\frac{H}{20}$ (液相色谱纯、分析纯)或 $\frac{H}{10}$ (化学纯)标准色。

#### 6.13 适用于双硫脲试验

按GB/T 9721的规定测定。

##### 6.13.1 测定条件

波长: 620nm;

吸收池厚度: 1cm;

参比溶液: 样品。

##### 6.13.2 双硫脲三氯甲烷溶液的制备

称取0.45g双硫脲,溶于三氯甲烷中,并用三氯甲烷稀释至500mL。

##### 6.13.3 测定方法

取0.1mL双硫脲三氯甲烷溶液,置于100mL的容量瓶中,用样品稀释至刻度。立即用分光光度计测定吸光度 $A_0$ ( $A_0$ 必须大于或等于0.1,若 $A_0$ 小于0.1时,可适量添加双硫脲三氯甲烷溶液),放置6h后,再测定吸光度 $A_0$ ,分解值不得大于0.1。

分解值按下式计算:

$$\text{分解值} = \frac{A_0 - A}{A_0}$$

式中:

$A_0$ ——稀释后测定的吸光度;

$A$ ——放置6h后测定的吸光度。

#### 6.14 吸光度

##### 6.14.1 试剂、材料及仪器

按 GB/T 9721—2006 第 5 章、第 6 章的规定。

#### 6.14.2 测定条件

仪器：紫外-可见分光光度计；

吸收池：石英比色皿；

吸收池厚度：1cm；

参比溶液：符合 GB/T 6682 中的一级水；

波长扫描范围：240nm~405nm。

#### 6.14.3 测定方法

在上述波长范围内按 GB/T 9721—2006 中 7.2 的规定扫描样品的吸收曲线，记录标准规定波长的吸光度数值。

### 7 检验规则

按HG/T 3921的规定进行采样及验收。

### 8 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；

——包装形式：NBY-21、NBY-24、NBY-26、NBY-27、NBY-28、NBY-29；

——隔离材料：GC-2、GC-3、GC-4；

——外包装形式：WB-1、WB-2、WB-3；

标签：应符合GB 15258规定，注明“毒害品”。

按GB 28644.2规定，本产品包装类别III，有限数量包装上限为5L。

---