

化学试剂 三氯甲烷

编 制 说 明

征求意见稿

西陇科学股份有限公司

《化学试剂 三氯甲烷》编制说明

一、工作简况

1 标准修订背景

三氯甲烷，是一种常见的有机溶剂，在实验室和工业生产中得到广泛应用。在实验室分析测试等方面常用来当做有机溶剂和萃取剂来使用，在科研方面则用于有机合成，药物的提取、纯化和制备。同时作为一种重要的化工原料，在化工生产、药品制造、涂料工业、医学等领域都有重要的应用。另外三氯甲烷还可以做为液相色谱特别是凝胶渗透色谱仪的流动相，用来检测高分子聚合物的相对分子质量及其分布。

《化学试剂 三氯甲烷》国家标准已发布 20 多年，原标准中的部分项目的检测方法和指标已不能满足现有产品质量及市场应用的需求。本次修订拟参考日本试剂标准 JIS K8322-2006 以及美国 2016 年版 ACS 标准进行修订。同时由于三氯甲烷在仪器分析方面的应用，拟新增液相色谱纯规格。本标准经修订后，将对规范市场秩序、提升行业整体水平、加速产业化进程等方面都具有十分重要的意义。

2 任务来源

根据全国化学标准化技术委员会化学试剂分会 2025 年标准制修订计划，由西陇科学股份有限公司作为标准牵头单位，承担对 GB/T 682-2002《化学试剂 三氯甲烷》国家标准的修订任务，项目编号：20250737-T-606。

3 主要工作过程

本标准于 2025 年 4 月立项。接受任务后，我们首先对三氯甲烷产品进行调研分析，收集产品标准、产品用途、各主要生产厂家的生产工艺、产量，查阅了国内外相关标准及技术资料，列举出国内外产品质量指标对比及标准方法对比。

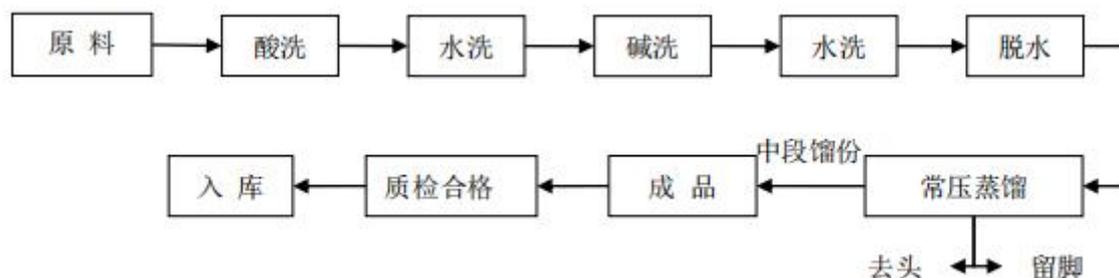
2025 年 5 月，我们通过微信群及邮件向有关生产单位、销售单位及全国化学标准化技术委员会化学试剂分会的各位委员、专家发出标准征询函 47 封，收到回函 2 封，其中对标准有意见或建议的 1 封，无意见的 1 封。我们结合调研资料和回复意见，拟订了标准工作方案，在 2025 年 6 月 18 日召开的线下工作会议中进行讨论。其后根据会议意见对标准工作方案进行试验验证，于 2025 年 8 月形成了标准征求意见稿。

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

1.1.1. 生产工艺一（西陇科学股份有限公司）



1.1.2. 分装

1.2. 生产企业近年来的生产情况见表 1。

表 1. 生产企业近三年的生产情况

生产企业	2022 年(t)	2023 年(t)	2024 年(t)
西陇科学股份有限公司	175	140	60
江苏强盛功能化学股份有限公司	6.4	7.5	8.8
上海安谱实验科技股份有限公司	3.5	4.5	5

1.3. 对标准的意见及建议见表 2。

表 2. 对标准的意见及建议

单位名称	意见及建议	意见处理
江苏强盛功能化学股份有限公司	是否增加 HPLC 级的规格要求?	增加 HPLC 级
上海安谱实验科技股份有限公司	无意见	

1.4. 三氯甲烷国内外产品质量指标对比详见附表 1。

1.5. 三氯甲烷国内外产品标准方法对比详见附表 2。

1.6. 三氯甲烷国内各生产厂家产品质量实测数据详见附表 3。

2 标准编制原则

标准编制遵循“一致性、协调性、易用性”的原则，尽可能与国外先进标准接轨。本次修订《化学试剂 三氯甲烷》国家标准，主要依据原标准 GB/T 682—2002，参考美国 ACS 2016 版标准、日本 JIS K 8322-2006 标准，并结合产品质量而修订。

3 标准主要内容

3.1. 主要技术变化

本次标准修订在原有分析纯、化学纯的基础上，增加液相色谱纯规格。

本标准与 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：

- 增加了液相色谱纯级别及技术要求、测定方法；
- 更改了酸度的单位, 由“mmol/100g”调整为“mmol/g”；
- 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“ $\leq 0.03\%$ ”；
- 更改了三氯甲烷和乙醇的测定方法；
- 增加了密度的振动式液体密度仪测定方法；
- 更改了包装及标志；
- 增加了有限数量的规定。

3.2. 技术要求

本次标准修订含液相色谱纯、分析纯、化学纯三个规格，其中液相色谱纯包含含量、乙醇、色度、密度、蒸发残渣、酸度、氯化物、游离氯、水分、羰基化合物、易炭化合物、适用于双硫脲试验、吸光度共 12 个项目；分析纯、化学纯包含含量、乙醇、密度、蒸发残渣、酸度、氯化物、游离氯、水分、羰基化合物、易炭化合物、适用于双硫脲试验共 11 个项目。

3.3. 试验方法

本标准在修订过程中，本着积极采用化学试剂基础标准中通用方法/通则的原则，凡是测定方法与通用方法/通则一致的，均套用通用方法/通则书写。

3.3.1. 三氯甲烷含量、乙醇含量

气相色谱法。将原标准方法中的填充柱改为毛细管柱。

3.3.2. 色度

按 GB/T 605 的规定测定。

3.3.3. 密度

密度瓶法（仲裁法）/密度仪方法。在原标准方法上增加密度仪方法。

3.3.4. 蒸发残渣

按 GB/T 9740 的规定测定。方法与原标准一致。

3.3.5. 酸度

酸碱滴定法。方法与原标准一致，引用的通则由 1988 版更新为 2008 版。

3.3.6. 氯化物

比浊法，方法与原标准一致。

3.3.7. 游离氯

滴定法，方法与原标准一致。

3.3.8. 水分

卡尔费休法，方法与原标准一致。

3.3.9. 羰基化合物

比色法，方法与原标准一致。

3.3.10. 易炭化物质

比色法，方法与原标准一致。

3.3.11. 适用于双硫脲试验

紫外分光光度法，方法与原标准一致。

3.3.12. 吸光度（液相色谱纯）

紫外分光光度法。按照通则 GB/T 9721—2006 的方法。

3.4. 包装及标志

1. 按 GB 15346-2012《化学试剂 包装及标志》的规定，并结合实际包装需求进行更新。
删除已淘汰的老旧包装形式：删除套火棉胶圈封口相关的包装形式（NBY-20、NBY-23）。
外包装形式增加 WB-2、WB-3。
2. 增加了有限数量的规定。

三、主要试验(或验证)情况分析

本次标准修订按照拟订的标准方法，对有变动的三氯甲烷含量、乙醇含量、水分、密度 4 个项目；及增加的色度、吸光度 2 个项目进行了实验验证，实验数据及结论详见实验报告。实验结果表明产品质量符合液相色谱纯指标要求，拟订标准方法可行。

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

化学试剂三氯甲烷的用途广，在实验室和工业生产中均有广泛应用，有良好的市场，经济效益可观。该产品工艺成熟，原材料国内市场充盈。本标准的修订可规范产品质量，

有助于产品质量提升；并能补充完善我国的液相色谱纯品种，增强与国外液相色谱纯试剂的竞争力和话语权。

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

化学试剂三氯甲烷无国际标准，国外标准主要有日本 JIS K 8322-2006 标准、美国 ACS（2016 版）标准等。本标准与国外标准的对比情况参见附表 1、附表 2。本标准技术水平达到国外同类标准的水平。

本标准与日本 JIS K 8322-2006 标准相比，分析纯的含量、乙醇、密度、游离氯与 JIS 一致；蒸发残渣、酸度、氯化物、水分、羰基化合物、易炭化合物、双硫脲试验的指标严于 JIS 标准。

本标准与 ACS（2016 版）标准相比，分析纯的酸度、氯化物、游离氯、羰基化合物、易炭化合物、双硫脲试验与 ACS 一致；含量、蒸发残渣的指标严于 ACS 标准；比 ACS 标准多乙醇、密度、水分三项指标；比 ACS 标准少色度指标。

本标准的液相色谱纯规格与 ACS（2016 版）标准对比，色度、酸度、氯化物、游离氯、羰基化合物、易炭化合物、双硫脲试验与 ACS 一致；含量、蒸发残渣的指标严于 ACS 标准；比 ACS 标准多乙醇、密度、水分三项指标。

七、 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

本标准依据国家现行的相关法律、法规、规章而制订，与相关法律、法规、规章保持一致。

本标准所涉及的引用标准均为现行有效的化学试剂国家标准及行业标准。本标准引用了强制性国家标准 GB 15346《化学试剂 包装及标志》、GB 15258《化学品安全标签编写规定》，其余均为推荐性标准。

八、 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在修订过程中没有出现重大的分歧意见。

九、 国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

原标准为推荐性国家标准，修订后建议仍作为推荐性国家标准发布。

十、 贯彻国家标准的要求和措施建议

目前本标准正在修订阶段，仍需执行原标准。原标准的标龄已经超过 20 年，原规范性引用文件已经全部废止，不再适用，报批稿提交后希望有关部门尽快批准发布。新版标

准文件发布后，希望标委会和各生产、使用单位对新版标准文件进行宣贯，并按新版标准文件的实施日期执行。

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。

化学试剂 三氯甲烷

实验报告（西陇科学股份有限公司）

一、含量

1 试验方法一（大口径毛细管柱）

1.1. 三氯甲烷、乙醇含量

检测器：氢火焰离子化检测器。

载气及柱流量：氮气，0.8mL/min。

色谱柱：6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷毛细管柱（或能达到同等分离效果的毛细管柱）。

柱长：30m。

柱内径：0.53mm。

液膜厚度：3 μ m。

柱温度：40 $^{\circ}$ C保持2min，以10 $^{\circ}$ C/min升到120 $^{\circ}$ C，保持2min。

汽化室温度：150 $^{\circ}$ C。

检测室温度：250 $^{\circ}$ C。

进样量：0.4 μ L。

分流比：20：1。

空气流速：300mL/min。

氢气流速：30mL/min。

组分相对主体的相对保留值： $r_{乙醇, 三氯甲烷}=0.72$ 。

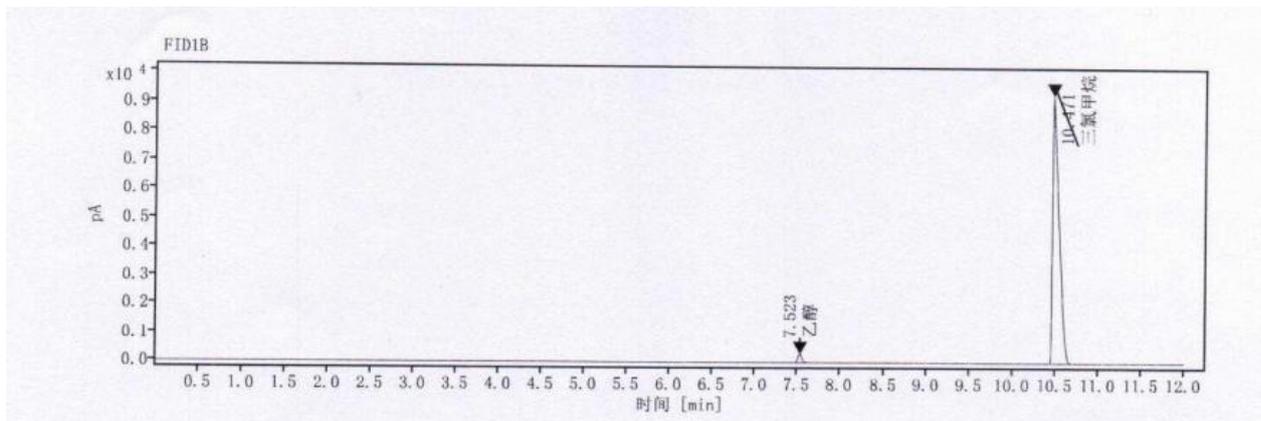


图1 三氯甲烷色谱图

表1.三氯甲烷含量、乙醇含量测定结果

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量, w/% (校正后)	分离度
1	乙醇	7.523	318.5152	1098.9345	0.61	/
2	三氯甲烷	10.471	9334.3577	49314.8925	99.37	27.33

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

1.2. 校正因子的测定

试验方法：配制含 0.5%乙醇的三氯甲烷溶液，使用试验方法一进样检测。

表 2.校正因子的测定结果

	样品 1	样品 2
三氯甲烷 称样量	99.7480 g	99.4710 g
三氯甲烷 峰面积	92443.85	90841.32
乙醇 称样量	0.5014 g	0.5375 g
乙醇 峰面积	1599.39	1697.145
校正因子	0.291	0.289
校正因子 平均值	0.29	

1.3. 测定结果和重复性

表 3.三氯甲烷含量、乙醇含量测定结果

指标	产品批号	
	250110D1	250217D1
三氯甲烷含量/%	99.37	99.38
乙醇含量/%	0.61	0.61

表 4.三氯甲烷含量测定结果重复性

批号	250110D1	250217D1
含量, w/%	99.372	99.385
	99.373	99.381
	99.370	99.378
	99.362	99.382
	99.369	99.376
	99.371	99.379
	99.367	99.382
	99.372	99.380
	99.369	99.382
	99.369	99.380
	99.371	99.381
99.372	99.378	
平均值, w/%	99.37	99.38
相对标准偏差 RSD, %	0.003	0.002

三氯甲烷含量重复性偏差符合方法要求。

2 试验方法二（小口径毛细管柱）

2.1. 三氯甲烷、乙醇含量

检测器：氢火焰离子化检测器。

载气及柱流量：氮气，0.8mL/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 μ m。
 柱温度：80 $^{\circ}$ C保持10min。
 汽化室温度：200 $^{\circ}$ C。
 检测室温度：200 $^{\circ}$ C。
 进样量：0.4 μ L。
 分流比：50：1。
 空气流速：300mL/min。
 氢气流速：30mL/min。
 组分相对主体的相对保留值： $r_{乙醇, 三氯甲烷} = 0.90$ 。

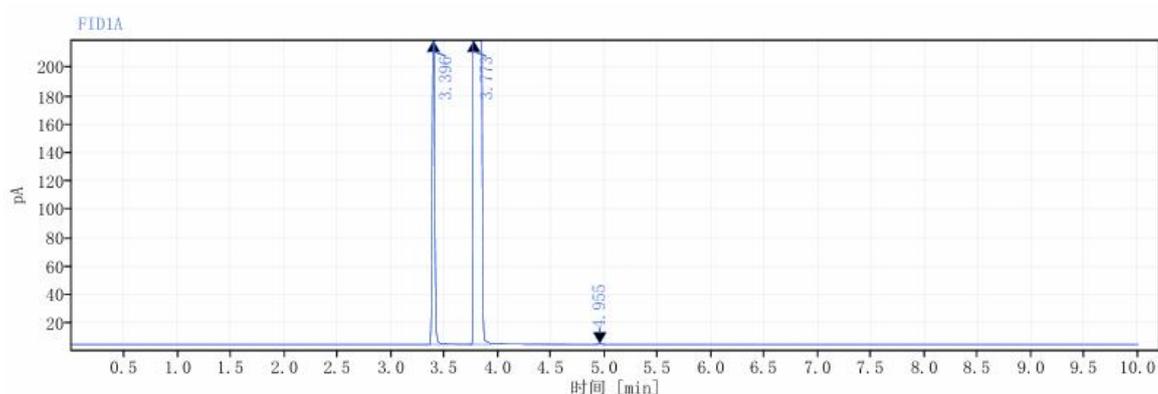


图2 三氯甲烷色谱图

表5.三氯甲烷含量、乙醇含量测定结果

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量, w/% (校正后)	分离度
1	乙醇	3.396	253.271	383.00	99.55	/
2	三氯甲烷	3.773	6235.608	16069.14	0.44	6.95958

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

2.2. 校正因子的测定

试验方法：配制含0.5%乙醇的三氯甲烷溶液，使用试验方法一进行检测。

表6.校正因子的测定结果

	样品1	样品2
三氯甲烷 称样量	1.4370	1.4260
三氯甲烷 峰面积	12436	12517
乙醇 称样量	0.0062	0.0064
乙醇 峰面积	285	291
校正因子	0.188	0.193
校正因子 平均值	0.19	

2.3. 测定结果和重复性

表 7.三氯甲烷含量、乙醇含量测定结果

指标	产品批号	
	20250723	20250729
三氯甲烷含量/%	99.55	99.56
乙醇含量/%	0.44	0.43

表 8.三氯甲烷含量测定结果重复性

批号	20250723	20250729
含量, w/%	99.554	99.563
	99.555	99.565
	99.555	99.564
	99.551	99.557
	99.553	99.560
	99.553	99.562
	99.555	99.562
	99.557	99.563
	99.556	99.562
	99.553	99.562
	99.551	99.564
	99.551	99.563
平均值, w/%	99.55	99.562
相对标准偏差 RSD, %	0.002	0.002

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，精密度符合要求，拟订方法可行。

3 含量实验方法结论

实验方法一及实验方法二对比：两个方法均可行，精密度均符合要求。在方法选择上，更倾向于使用小口径毛细管，分离度更优，且方法二耗时更短，更便于实验室日常使用。

二、色度

按 GB/T 605 的规定测定。

表 9.色度测定结果

指标	产品批号	
	250110D1	250217D1
色度, 黑曾单位	<10	<10
	<10	<10
平均值/%	<10	<10

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

三、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。

表 10. 水分测定结果

指标	产品批号	
	250110D1	250217D1
水分/%	0.0037	0.0032
	0.0035	0.0033
平均值/%	0.0036	0.0032

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

四、密度

按 GB/T 611—2021 中 4.2 或 4.4 的规定测定。

表 11. 密度测定结果

批号	样品量取体积/mL	样品质量/g	密度瓶结果 (g/mL)	密度仪结果/(g/mL)
250110D1	25	63.3529	1.4829	1.4828
250217D1	25	65.3582	1.4831	1.4830

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

五、吸光度

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：一级水；

波长扫描范围：245nm~400nm。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。

表 12. 吸光度测定结果

批号	波长 (nm)	吸光度	批号	波长 (nm)	吸光度
250110D1	245	0.6240	250217D1	245	0.6248
	255	0.0653		255	0.0641
	260	0.0146		260	0.0140
	270	0.0000		270	0.0000
	290-400	0.0000		290-400	0.0000

实验结果：实测数据符合技术指标要求，测定方法无异常，拟订方法可行。

六、 试验数据汇总

表 13. 试验数据汇总

项 目		指 标		产品批号	产品批号
		液相色谱纯	分析纯	250110D1	250217D1
含量(CHCl ₃), w/%		≥99.0	≥99.0	99.37	99.38
乙醇(C ₂ H ₅ OH), w/%		0.3~1.0	0.3~1.0	0.61	0.61
色度, 黑曾单位		≤10	—	≤10	≤10
密度(20°C), ρ/(g/mL)		1.471~1.484	1.471~1.484	1.483	1.483
水分(H ₂ O), w/%		≤0.01	≤0.02	0.0036	0.0032
吸光度	245nm	≤1.00	—	0.6240	0.6248
	255nm	≤0.15	—	0.0653	0.0641
	260nm	≤0.05	—	0.0146	0.0140
	270nm	≤0.02	—	0.0000	0.0000
	290nm~400nm	≤0.01	—	0.0000	0.0000

附表 1 三氯甲烷国内外产品质量指标对比表

项目 \ 指标	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002		JIS K 8322-2006	ACS (2016)	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX		
	分析纯	化学纯	化学试剂	化学试剂	液相色谱用	拟定 HPLC 指标	拟定 AR 指标	拟定 CP 指标
含量(CHCl ₃), w/%	≥99.0	≥98.5	≥99.0	≥98.0	≥98.0	≥99.0	≥99.0	≥98.5
色度, 黑曾单位	/	/	/	≤10	≤10	≤10	/	/
乙醇 (C ₂ H ₅ OH), w/%	0.3~1.0	0.3~1.0	0.3~1.0	/	/	0.3~1.0	0.3~1.0	0.3~1.0
密度(20°C), ρ/(g/mL)	1.471~1.484	1.471~1.484	1.471~1.484	/	/	1.471~1.484	1.471~1.484	1.471~1.484
蒸发残渣, w/%	≤0.0005	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.001	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/g	≤0.0001	≤0.0002	≤0.0003	/	/	≤0.0001	≤0.0001	≤0.0002
氯化物(Cl), w/%	≤0.00005	≤0.0001	≤0.0001	/	/	≤0.00005	≤0.00005	≤0.0001
酸和氯, w/%	/	/	/	合格	合格	/	/	/
游离氯(Cl), w/%	≤0.0005	≤0.001	合格	合格	合格	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
水分(H ₂ O), w/%	≤0.03	≤0.05	≤0.05	/	/	≤0.01	≤0.02	≤0.03
羰基化合物(以 CO 计), w/%	≤0.0003	≤0.0005	≤0.005	/	/	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0005
丙酮和醛	/	/	/	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
适用于双硫脲试验	合格	/	合格	/	/	合格	合格	/
铅, w/%	/	/	/	≤0.000005	≤0.000005	/	/	/

附表 1 (续) 三氯甲烷国内外产品质量指标对比表

项目		指标	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002		JIS K 8322-2006	ACS (2016)	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX		
			分析纯	化学纯	化学试剂	化学试剂	液相色谱用	拟定 HPLC 指标	拟定 AR 指标	拟定 CP 指标
吸光度	245nm	/	/	/	/	≤1.00	≤1.00	/	/	
	254nm	/	/	/	/	/	/	/	/	
	255nm	/	/	/	/	≤0.25	≤0.15	/	/	
	260nm	/	/	/	/	≤0.15	≤0.05	/	/	
	270nm	/	/	/	/	≤0.05	≤0.02	/	/	
	290nm	/	/	/	/	/	/	/	/	
	290nm 以后	/	/	/	/	/	/	/	/	
	290nm~400nm	/	/	/	/	≤0.01	≤0.01	/	/	

附表 2 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
含量(CHCl ₃), w/%	<p>气相色谱法 检测器: 热传导检测器; 载气及流速: 氢气, 40mL/min; 柱长(不锈钢柱): 3m; 柱内径: 3mm; 固定相: 20%β,β'-亚氨基二丙腈涂于 6201 红色硅藻土载体 [0.18mm~0.25mm(60 目~80 目)], 于 110℃老化 4h 以上; 柱温度: 90℃; 汽化室温度: 150℃; 检测器温度: 150℃; 进样量: 2μL。</p>	<p>检测器: 氢火焰离子化检测器 固定相液体名称: 甲基硅酮 固定相液体的膜厚: 5.0um 柱用毛细管材质、内径及长度: 石英玻璃, 0.53mm, 30m 温度设定: 50℃保持 5min, 以 10℃/min 升到 200℃, 保持 2min 检测室温度: 200℃ 汽化室温度: 200℃ 载气及流速: 氮气, 5mL/min 进样量: 0.2uL</p>	<p>用气相色谱法分析样品, 使用类型 I 甲基硅树脂柱和一般参数引自第 95 页。测定各峰下的面积, 按面积百分比计算氯仿和活性添加剂的含量, 含量测定是氯仿含量加上所有已知的活性添加剂的总和。</p>	<p>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: 0.25μm。 柱温度: 80℃保持 10min。 汽化室温度: 200℃。 检测室温度: 200℃。 进样量: 0.4 μL。 分流比: 50: 1。 组分相对主体的相对保留值: $r_{乙}$ 醇, 三氯甲烷=0.90。</p>
色度, 黑曾单位	/	/	颜色(APHA)。	按 GB/T 605 的规定测定。
乙醇 (C ₂ H ₅ OH), w/%	气相色谱法, 同含量	气相色谱法, 同含量	/	气相色谱法, 同含量
密度(20℃), ρ/(g/mL)	按 GB/T 611-1988 中 5.1 的规定测定。	比重瓶/密度计	/	按 GB/T 611—2021 中 4.2 或 4.4 的规定测定。

附表 2 (续 1) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
蒸发残渣, w/%	量取 136mL(200g)样品, 按 GB/T 9740 的规定测定。	水浴上加热蒸发的方法, 量取 100g 样品	将 100g(67mL)蒸发至干燥, 并将其置于热板(-100° C)上, 在 105℃下干燥 30 分钟。	称取 200g(约 136mL), 按 GB/T 9740 的规定测定。
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/g	按 GB/T 9736-1988 中 6.2 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), 用氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH)=0.01 mol/L]中和至溶液呈粉红色, 并保持 30s, 加入 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(NaOH)=0.01mol/L]滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30s。结果按 GB/T 9736-1988 中第 7 章“水不溶性样品”的规定计算。	a)预先将氮气以约 200mL /min 的流量通过约 2 分钟置换空气的分液漏斗 100 毫升, 迅速加入 25mL 不含二氧化碳的水及 3 滴溴百里酚蓝溶液, 使氮气通过液面。滴加 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液或 0.05 mol/L 盐酸, 使溶液的颜色变成中间色, 最小刻度 0.01mL, 立即加入 20g 样品, 剧烈搅拌约 2 分钟, 水层就会变成中间色偏碱性的颜色(蓝色)。 b)从中间色变为偏酸性的颜色(黄)时, 将水层转移到预先通过氮气 2 分钟置换空气的 100 毫升通用磨砂三角玻璃瓶中, 使氮气通过液面。0.05 mol/L 氢氧化钠溶液加入 0.11 mL 后, 液体的颜色为中间色~碱性侧的颜色。这种情况下, 0.05 mol/L 氢氧化钠 1mL 的溶液相当于 0.001 8230gHCl。	/	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 (NaOH) =0.01mol/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 (NaOH) =0.01mol/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。

附表 2 (续 2) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
氯化物(Cl), w/%	量取 6.8mL(10g)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。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。	样品溶液: 试样 20g 放入分液漏斗中, 加入 20mL 水, 剧烈搅拌 2 分钟, 放置至分离成两层后, 取水层 10mL(试样量 10g), 加入水, 制成 20mL。 标准溶液: 氯化物标准溶液 (Cl:0.01mg/mL) 1.0mL 中加入水, 制成 20mL。 比浊法。	/	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。
酸和氯, w/%	/	/	将 25 克(17 毫升)样品 与 25 毫升的水混合 5 分钟, 让液体分离, 抽出水相。将一小片蓝色石蕊试纸加入到 10 mL 水相中。蓝色石蕊试纸不应变色。加 0.25ml 的硝酸银试剂溶液再加入 10mL 的水相。在此溶液中不应产生浊度。	/
游离氯(Cl), w/%	量取 24mL(35g)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(Na ₂ S ₂ O ₃)=0.01mol/L]至有机层粉红色消失。	在三角瓶中加入 10 毫升水、1 毫升碘化钾溶液(100 克/升)、2 滴淀粉溶液及 35 克样品, 剧烈搅拌 2 分钟后放置, 水层无色。如果出现蓝色, 则加入 0.01 mol/L 硫代硫酸钠溶液 0.1mL, 剧烈搅拌 2 分钟后放置, 水层应无色(Cl:约质量分率 1ppm 以下)。	将 10mL 样品与已加入 0.10mL 新制备的 10%碘化钾试剂溶液的 10mL 水振荡 2min, 并使其分离。下层不应显示紫罗兰色。	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 (Na ₂ S ₂ O ₃) =0.01mol/L] 至有机层粉红色消失。

附表 2 (续 3) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
水分(H ₂ O), w/%	量取 6.8mL (10g)样品,以 10mL 甲醇为溶剂。按 GB/T 606 的规定测定。	卡尔费休法,取 10g 试样,滴定溶剂为甲醇	/	称取 10g(约 6.8mL)样品,以 10mL 甲醇为溶剂,按 GB/T 606 的规定测定。
羰基化合物(以 CO 计), w/%	量取 3.4mL(5g)样品,溶于 8 mL 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。	<p>a)样品溶液: 在 0.40 克样品中加入 4mL 醛和酮试验用的乙醇。</p> <p>b)标准溶液: 在 2.0mL 乙醛和酮试验用乙醇中加入 2.0 mL 羰基标准液(CO:0.01mg/mL)。</p> <p>c)操作: 分别在样品溶液和标准溶液中加入 2,4-二硝基苯肼乙醇溶液 1.0mL, 放置 30 分钟后。JISK8777 规定,加入 8mL 吡啶、2mL 水和 5mL 氢氧化钾乙醇溶液,搅拌并放置 10 分钟后,加入乙醛和酮试验用乙醇,配制成 25mL。</p> <p>d)判断样品溶液的颜色不应比标准溶液的暗红深。</p> <p>注:羰基标准液的配制是在 JIS K 8034 规定的丙酮 1.04 g(相当于 CO 0.5 g)中加入醛和酮试验用乙醇,精确地达到 100mL。准确取其 1.0mL,加入醛及酮试验用乙醇,准确稀释至 500mL。</p>	/	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。

附表 2 (续 4) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
丙酮和醛	/	/	将 15mL 样品与 20mL 无氨水在分液漏斗中摇匀 5 分钟使各层分离, 并将 10mL 水层转移到装有 40mL 无氨水的 125mL 玻璃塞烧瓶中。将本溶液的温度调节并保持在 25℃±1℃。加入 5ml 纳氏试剂溶液, 静置 5 分钟。不应出现混浊或沉淀物。[限制约 0.005%的丙酮]	/
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(H/20)标准色。	在用硫酸 (质量分率 95%) 洗涤的共混试验管中取样品 20mL, 冷却至约 10 摄氏度, 加入冷却至约 10° C 硫酸(质量分率 95%) 5mL 及 JISK8872 规定的甲醛液 0.2mL, 搅拌混合 30 秒钟, 冷却至约 10℃, 在大约 10℃下放置 30 分钟时, 硫酸相不着色。	在一个分液漏斗中加入 40mL 样品, 加入 5mL 硫酸, 剧烈摇动混合 5min, 使液体完全分离。氯仿层应为无色, 酸层的颜色不应超过 5mL 以下组成的颜色标准:0.4mL 氯化钴试剂溶液、1.6mL4.5%氯化铁试剂溶液、0.4mL 硫酸铜试剂溶液和 17.6mL 水。	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。

附表 2 (续 5) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
适用于双硫脲试验	<p>取 0.1mL 双硫脲三氯甲烷溶液 (称取 0.45g 双硫脲, 溶于三氯甲烷, 并用三氯甲烷稀释至 500mL。), 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, 分解值不得大于 0.1。分解值=$(A_0-A)/A_0$</p>	<p>7.11 双硫脲试验 7.11.1 双硫脲退色性物质溶液的配制及操作根据。 测试溶液: JISK8490 中规定的 4mg 的双硫脲中加入 200mL 的样品, 使其溶解(A 液)。 a)样品溶液: 在 200mL 分液漏斗中, 加 50mL 氢氧化钠溶液(50g/l)和 2.5 mL 镉标准液(Cd:0.01mg/mL)及 A 液 25mL, 剧烈搅拌, 静置 15 分钟。 b)标准溶液: 在 200mL 分液漏斗中, 加 50mL 氢氧化钠溶液(50g/l)和 2.5 mL 镉标准液(Cd: 0.01mg/mL), 放置 15 分钟。 c)操作: 在标准溶液中加入 25mL A 液, 剧烈搅拌。 d)判定: 样品溶液的氯仿相的颜色不应比标准溶液的氯仿相的颜色浅。 7.11.2 金属杂质溶液的配制及操作根据。 在 50mL A 液中加入 200mL 样品(B 液)时, 液体的颜色为绿色。取 B 液 20mL。加入 0.05 mL 氨水(1+100), 剧烈搅拌, 应与另取 B 液 20mL 的颜色基本相同, 不要变成紫色至红色。</p>	/	<p>取 0.1mL 双硫脲三氯甲烷溶液 (称取 0.45g 双硫脲, 溶于三氯甲烷, 并用三氯甲烷稀释至 500mL。), 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, 分解值不得大于 0.1。分解值=$(A_0-A)/A_0$</p>

附表 2 (续 6) 三氯甲烷国内外产品标准方法对比表

检测方法 项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002	JIS K 8322-2006	ACS (2016)	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—20XX
铅, w/%	/	/	<p>对于样品, 将 40g (27ml)样品转移到分离漏斗中, 加入 20ml 稀硝酸(1:99), 剧烈摇晃 1 分钟。使相分离, 提取并丢弃氯仿相, 并使用水相作为样品的溶液。</p> <p>对于标准品, 在另一个分离漏斗中, 用 20 mL 稀硝酸(1:99)配制含有 0.002 mg 铅离子的溶液。</p> <p>在通风良好的通风柜中, 向每种溶液中加入 4 mL 无铅氰化铵试剂溶液和 5 mL 氯仿双硫脲萃取溶液, 并剧烈摇晃 30 s。让两相分离, 将双硫脲-氯仿相抽出一个干净、干燥的比较管中, 用白色背景将颜色与只含有氯仿的管进行比较。样品溶液产生的紫色不应超过标准产生的紫色。</p> <p>Pb²⁺与双硫脲生成红色配合物</p>	/
吸光度	/	/	紫外分光光度法	紫外分光光度法

附表3 三氯甲烷国内各生产厂家产品质量实测数据表

项目	化学试剂 三氯甲烷 GB/T 682—2002		西陇	西陇	江苏强盛功能化学股份有限公司			上海安谱实验科技股份有限公司	
	分析纯	化学纯	250111A2	241116A1	20221027BM	20230323BM	20240515BM	/	/
含量(CHCl ₃), w/%	≥99.0	≥98.5	99.7	99.5	99.52	99.50	99.56	99.4	99.4
乙醇 (C ₂ H ₅ OH), w/%	0.3~1.0	0.3~1.0	0.4	0.5	0.47	0.49	0.43	0.52	0.5
密度(20°C), ρ/(g/mL)	1.471~1.484	1.471~1.484	1.482	1.483	1.4831	1.4828	1.4832	1.484	1.484
蒸发残渣, w/%	≤0.0005	≤0.001	0.0003	0.0002	0.0005	0.0004	0.0005	0.0005	0.0005
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/100g	≤0.01	≤0.02	0.003	0.005	0.0066	0.0041	0.0046	0.01	0.01
氯化物(Cl), w/%	≤0.00005	≤0.0001	<0.00005	<0.00005	0.00005	0.00005	0.00005	<0.00005	<0.00005
游离氯(Cl), w/%	≤0.0005	≤0.001	<0.0005	<0.0005	<0.0005	未检出	未检出	<0.0005	<0.0005
水分(H ₂ O), w/%	≤0.03	≤0.05	0.007	0.005	0.0087	0.0064	0.0032	0.02	0.01
羰基化合物(以 CO 计), w/%	≤0.0003	≤0.0005	<0.0003	<0.0003	<0.0003	<0.0003	<0.0003	<0.0003	<0.0003
易炭化物质	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格
适用于双硫脲试验	合格	/	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格