

ICS 71.040.30
G 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 16983—1997

化 学 试 剂
二 氯 甲 烷

Chemical reagent
Dichloromethane

1997-09-09 发布

1998-02-01 实施

国 家 技 术 监 督 局 发 布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯两个级别,分析纯等效采用 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂—第 3 部分:规格—第二批》中“R57 二氯甲烷”。差异如下:

——标准编写:根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则、包装及标志三章。

——试验:本标准游离氯测定方法,与国际标准相比,测定条件和要求比国际标准具体。其他项目测定方法均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法标准中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂—第 1 部分:通用试验方法》制定的。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京北化精细化学品有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:郝玉林、刘冬霓、强京林。

本标准于 1996 年首次制定。

中华人民共和国国家标准

化学试剂 二氯甲烷

GB/T 16983—1997

Chemical reagent
Dichloromethane

示性式: CH_2Cl_2

相对分子质量: 84.93(根据 1993 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂二氯甲烷的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 605—88 化学试剂 色度测定通用方法(eqv ISO 6353-1;1982)
- GB/T 606—88 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)(eqv ISO 6353-1;1982)
- GB/T 611—88 化学试剂 密度测定通用方法(eqv ISO 6353-1;1982)
- GB/T 619—88 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696;1987)
- GB/T 9722—88 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9723—88 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9736—88 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法(eqv ISO 6353-1;1982)
- GB/T 9740—88 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1;1982)
- GB 15346—94 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为无色透明液体,有挥发性,有与醚类似的气味,能与醇、醚相混溶,微溶于水。有毒,有麻醉性。

4 规格

表 1

名 称	分析纯	化学纯
含量(CH ₂ Cl ₂), %	≥99.5	≥99.0
色度, 黑曾单位	≤10	≤20
密度(20℃), g/mL	1.320~1.330	1.320~1.330
蒸发残渣, %	≤0.002	≤0.004
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/100 g	≤0.03	≤0.05
游离氯(Cl), %	≤0.0001	≤0.0002
铁(Fe), %	≤0.0001	≤0.0002
水分(H ₂ O), %	≤0.05	≤0.10

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取。

5.1 含量

按 GB/T 9722 之规定测定。

5.1.1 测定条件

检测器:热导检测器;

载气及流量:氢气,30 mL/min;

柱长(不锈钢柱):3 m;

柱内径:3 mm;

固定相:20% 2,2'-亚氨基二丙腈涂于 6201 红色硅藻土载体[0.18 mm~0.25 mm(60 目~80 目)],于 110℃老化 4 h 以上;

柱温度:60℃;

汽化室温度:100℃;

检测室温度:100℃;

进样量:5 μL;

色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 6.7$ mm;

不对称因子: $f \leq 1.3$;

难分离物质对的分离度: $R \geq 1.5$ (三氯甲烷和二氯甲烷);

组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{未知物1,二氯甲烷}} = 0.09$;

$r_{\text{未知物2,二氯甲烷}} = 0.21$; $r_{\text{四氯化碳,二氯甲烷}} = 0.57$;

$r_{\text{三氯甲烷,二氯甲烷}} = 1.56$ 。

5.1.2 定量方法

按 GB/T 9722—88 中 8.2 之规定测定。

5.2 色度

按 GB/T 605 之规定测定。

5.3 密度

按 GB/T 611—88 中 5.1 条之规定测定。

5.4 蒸发残渣

量取 76 mL(100 g)[化学纯取 38 mL(50 g)]样品,按 GB/T 9740 之规定测定。

5.5 酸度

按 GB/T 9736—88 中 6.2 之规定测定。其中:量取 100 mL 无二氧化碳的水,加 4 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$]中和,到达终点时,溶液呈粉红色,并保持 30 s。加入 23 mL(30 g)样品,在分液漏斗中振摇 3 min,静置分层,分出 50 mL 水相,用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—88 中第 7 章“水不溶性样品”之规定计算。

5.6 游离氯

量取 26 mL(35 g)样品,加 20 mL 水、1 mL 碘化钾溶液(1.5 g/L),加 1 mL 硫酸溶液(20%),振摇 2 min,静置分层。若有机层呈粉红色,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:

分析纯.....0.1 mL;

化学纯.....0.2 mL。

5.7 铁

按 GB/T 9723 之规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源:铁空心阴极灯;

波长:248.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

量取 19 mL(25 g)样品,加 5 mg 无水碳酸钠,低温水浴蒸干,残渣溶于 10 mL 硝酸溶液(1+19)中,稀释至 50 mL 后,按 GB/T 9723—88 中 6.2.1 之规定测定。

5.8 水分

按 GB/T 606 之规定测定。其中:量取 7.5 mL(10 g)样品,以 10 mL 甲醇为溶剂。

6 检验规则

按 GB/T 619 之规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 之规定进行包装、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-20、NBY-20、NB-21、NBY-21、NB-26、NBY-26、NB-27、NBY-27、NB-29、NBY-29;

隔离材料:GC-2、GC-3;

外包装形式:WB-1;

标签应注明“毒害品”。