

中华人民共和国国家标准

GB 683—93

化学试剂 甲 醇

代替 GB 683—79

Chemical reagent—Methanol

本标准参照采用国际标准 ISO 6353/2—1983《化学分析试剂——第2部分：规格——第一批》中 R18“甲醇”。

本试剂为无色透明液体，能与水、醇、醚等互溶。密度(20℃)约为 0.79 g/mL。

示性式： CH_3OH

相对分子质量：32.04(按 1989 年国际相对原子质量)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂甲醇的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂甲醇的检验。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB 606 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)
- GB 611 化学试剂 密度测定通用方法
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB 9733 化学试剂 羰基化合物测定通用方法
- GB 9736 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法
- GB 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则
- GB 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法
- HG 3-119 化学试剂 包装及标志

3 技术要求

3.1 甲醇(CH_3OH)含量不少于 99.5%。

3.2 密度(20℃)：

分析纯.....0.791~0.793 g/mL；

化学纯.....0.791~0.795 g/mL。

3.3 杂质最高含量：

国家技术监督局 1993-03-01 批准

1993-12-01 实施

名 称	分析纯	化学纯
水溶性试验	合格	合格
蒸发残渣, %	0.001	0.001
水分(H ₂ O), %	0.1	0.3
酸度(以 H ⁺ 计), mmol/100 g	0.04	0.08
碱度(以 OH ⁻ 计), mmol/100 g	0.008	0.016
易炭化物质	合格	合格
羰基化合物(以 CO 计), %	0.005	0.01
还原高锰酸钾物质	合格	合格

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备;实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 甲醇(CH₃OH)含量测定

按 GB 9722 之规定测定,其中:

4.1.1 试验条件

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流速:氮气,4.3 cm/s;

柱长(不锈钢柱):3 m;

固定相:GDX-104(0.15~0.18 mm(80~100 目))或同类型有机担体 401 或 Porapak Q;

柱温度:135℃;

汽化室温度:170℃;

检测室温度:170℃;

进样量:0.2 μL;

色谱柱有效板高: $H_{eff} \leq 3.0$ mm;

甲醇峰不对称因子: $f \leq 1.5$;

组分相对甲醇的相对保留值: $r_{乙醇,甲醇} = 2.6$; $r_{丙酮,甲醇} = 5.6$ 。

4.1.2 定量方法

按 GB 9722 中 8.2 条之规定,需校正组分乙醇、丙酮相对于甲醇的质量校正因子分别为 $f_{乙醇} = 0.65$; $f_{丙酮} = 0.61$ 。

4.2 密度

按 GB 611 中 5.1 条之规定测定。

4.3 杂质测定

试样量取须精确至 0.1 mL。

4.3.1 水溶性试验

量取 10 mL(8 g)试样[化学纯取 5 mL(4 g)],置于 50 mL 比色管中,加 30 mL 水(化学纯加 45 mL),摇匀,放置 30 min。在黑色背景下轴向观察,溶液应澄清。

4.3.2 蒸发残渣

量取 126 mL(100 g)试样,按 GB 9740 之规定测定。

4.3.3 水分

量取 5 mL(4 g)试样,以 20 mL 甲醇为溶剂,按 GB 606 之规定测定。

4.3.4 酸度

量取 10 mL (8 g) 试样, 加 25 mL 无二氧化碳的水及 2 滴酚酞指示液 (10 g/L), 摇匀, 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, 此时氢氧化钠标准滴定溶液的用量不计。再加 25.2 mL (20 g) 试样, 摇匀, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30 s。结果按 GB 9736 中第 7 章“水溶性样品”之规定计算。

4.3.5 碱度

量取 25.2 mL (20 g) 试样, 加 25 mL 无二氧化碳的水及 1 滴甲基红指示液 (1 g/L), 摇匀, 如呈黄色, 用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈红色, 并保持 30 s。结果按 GB 9736 中第 7 章“水溶性样品”之规定计算。

4.3.6 易炭化物质

量取 10 mL 硫酸 (优级纯, $95 \pm 0.5\%$), 冷却至 10°C , 逐滴加入 10 mL (8 g) 试样, (此时溶液温度不得高于 20°C)。溶液所呈颜色不得深于 GB 9737 中规定的标准色:

分析纯.....Q/15;

化学纯.....Q/8。

4.3.7 羰基化合物

量取 5 mL (4 g) 试样, 用无羰基的甲醇稀释至 20 mL, 取 2 mL, 用无羰基的甲醇稀释至 10 mL 后, 按 GB 9733 之规定测定。溶液所呈暗红色不得深于标准。

标准是取含下列数量羰基化合物的杂质标准溶液:

分析纯.....0.02 mg CO ;

化学纯.....0.04 mg CO 。

用无羰基的甲醇稀释至 10 mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.8 还原高锰酸钾物质

量取 20 mL (16 g) 试样, 冷却至 15°C , 加 0.1 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$], 摇匀。在 15°C 避光放置, 溶液所呈粉红色在规定时间内不得完全消失。

分析纯.....40 min;

化学纯.....20 min。

5 检验规则

按 GB 619 之规定进行采样及验收。

6 包装及标志

6.1 包装

按 HG 3-119 之规定, 其中:

内包装形式: Xz-3、Xz-5;

外包装形式: W-1;

包装单位: 第 4、5 类。

6.2 标志

按 HG 3-119 之规定, 并注明“易燃物品”。

附加说明：

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。

本标准由天津化学试剂二厂负责起草。

本标准主要起草人石惟健。

本标准于 1965 年首次发布。