

# 冰醋酸质量标准

编号:Q-HY-03-00

编 订 人		审 核 人		批 准 人	
编订日期	年 月 日	审核日期	年 月 日	批准日期	年 月 日
颁发部门	品质部	生效日期	年 月 日	页 数	共 1 页
发送单位	检验室、档案室				

**目 的:** 建立冰醋酸质量标准, 规范检验人员的操作程序。

**范 围:** 适用于冰醋酸质量标准。

**编定依据:** GB/T 1628.3-2008

**职 责:** 中心化验室化验员对实施本规程负责

**内 容:**

**【性状】** 本品为无色澄明液体; 有强烈的特臭, 味极酸。

## 质量标准

项 目	合格品	优等品	一等品	内控标准
乙酸的质量分数 / % $\geq$	99.8	99.5	98.5	99.0
色度 / Hazen 单位 (铂-钴色号) $\leq$	10	20	30	
水的质量分数 / % $\leq$	0.15	0.20		
甲酸的质量分数 / % $\leq$	0.05	0.1	0.30	
乙醛的质量分数 / % $\leq$	0.03	0.05	0.10	
蒸发残渣的质量分数 / % $\leq$	0.01	0.02	0.03	
铁的质量分数 (以 Fe 计) % $\leq$	0.00004	0.0002	0.0004	
高锰酸钾时间 / min $\geq$	30	5		

**1 外观:** 透明液体, 无悬浮物和机械杂质。

## 2 色度的测定

按 GB/T 3143-1986 规定的方法进行测定。

## 3 乙酸含量的测定

### 3.1 方法提要

以酚酞为指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定, 计算时扣除甲酸含量。

### 3.2 试剂

3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH) =1 mol / L;

3.2.2 酚酞指示液：5 g/L。

### 3.3 分析步骤

用容量约 3 ml 具塞称量瓶称取约 2.5 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于已盛有 50 ml 无二氧化碳水的 250 ml 锥形瓶中，并将称量瓶盖摇开，加 0.5ml 酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微粉红色，保持 5s 不退为终点。

### 3.4 结果计算

乙酸的质量分数以%表示，计算：

$$\text{乙酸}\% = \frac{\frac{V}{1000}cM_1}{m} \times 100 - 1.305w_2$$
$$(\text{实际 乙酸}\% = \frac{\frac{V}{1000}cM_1}{m} \times 100)$$

式中：

V—试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(ml)；

c—氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升( mol/L)；

m—试样的质量的数值，单位为克(g)；

M1—乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g / mol) (M, - 60.05)；

1.305—甲酸换算为乙酸的换算系数；

W2—按测得的甲酸的质量分数，数值以%表示。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

**【参考方法【含量测定】】** 精密称取本品约 2.5g，置称定重量的锥形瓶中，精密称定，加新沸过的冷水 50ml 稀释后，加酚酞指示液 3 滴，用氢氧化钠滴定液(1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(1mol/L)相当于 60.05mg 的 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>。

$$\text{计算：含量} = \frac{V_{\text{供}} \times F \times 0.06005}{W_{\text{供}}} \times 100\% \quad )$$

## 4. 甲酸含量的测定

### 4.1 碘量法（仲裁法）

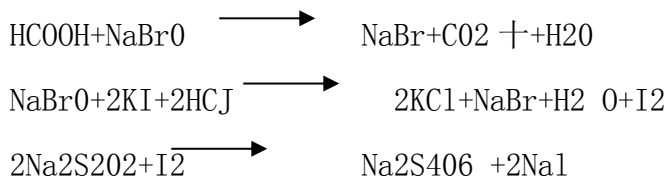
#### 4.1.1 方法提要

总还原物的测定：过量的次溴酸钠溶液氧化试样中的甲酸和其他还原物，剩余的次溴酸钠

用碘量法测定。除甲酸外其他还原物的测定：在酸性介质中，过量的溴化钾一溴酸钾氧化除甲酸外的其他还原物，剩余的溴化钾一溴酸钾用碘量法测定。

甲酸含量由两步测定值之差求得。

反应式：



#### 4.1.2 试剂

4.1.2.1 盐酸溶液：1+4。

4.1.2.2 碘化钾溶液：250 g/L。

4.1.2.3 次溴酸钠溶液： $c(1/2\text{NaBrO}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

吸取 2.8 ml 溴置于盛有 500 ml 水和 100 ml 80 g/L 的氢氧化钠溶液的 1 000 ml 容量瓶中，振摇至全部溶解，用水稀释至刻度并混匀，贮于棕色瓶中，保存在阴暗处，两天后使用。

4.1.2.4 溴化钾一溴酸钾溶液： $c(1/6\text{KBrO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$  称取 10 g 溴化钾和 2.78 g 溴酸钾于盛有 200 ml 水的 1000 ml 容量瓶中溶解后，用水稀至刻度并混匀。

4.1.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$

4.1.2.6 淀粉指示液：10 g/L。

#### 4.1.3 仪器

4.1.3.1 锥形瓶：容量 500 ml，耐真空。

4.1.3.2 滴液漏斗：容量 100 ml，耐真空。

4.1.3.3 真空泵或水流泵：维持真空度  $1 \times 10^4 \text{ Pa}$  以下。

#### 4.1.4 分析步骤

##### 4.1.4.1 总还原物的测定

将滴液漏置于盛有 80 ml 水的锥形瓶 3 上，打开滴液漏斗活塞，用泵抽取能吸入 200 ml 液体的真空度（参考真空度： $7.5 \times 10^4 \text{ Pa}$  以下），关闭滴液漏斗活塞，拔出连结泵的活塞。通过滴液漏斗吸入用移液管吸取的 25 ml 次溴酸钠溶液，每次用 5 ml 水冲洗滴液漏斗，冲洗两次；再通过滴液漏斗吸入用移液管吸取的 10 ml 试样，每次仍用 5 ml 水冲洗滴液漏斗，冲洗两次。混匀，在室温下静置 10 min，然后通过滴液漏斗吸入 5 ml 碘化钾溶液和 20 ml 盐酸溶液，剧烈振摇 30 s 打开滴液漏斗活塞，取下滴液漏斗，加 50 ml 水于锥形瓶中，用硫代硫酸钠标准

滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色时, 加约 2ml 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

#### 4.1.4.2 除甲酸外其他还原物的测定

移取 25ml 溴化钾-溴酸钾溶液于盛有 90ml 水的锥形瓶中, 将滴液漏斗置于此锥形瓶上, 打开活塞, 用泵抽取能吸入 200ml 液体的真空度(参考真空度:  $7.5 \times 10^4 \text{Pa}$  以下), 关闭滴液漏斗活塞, 拔出连结泵的活塞, 通过滴液漏斗吸入用移液管吸取的 10ml 试样, 每次用 5ml 水冲洗滴液漏斗, 冲洗两次, 再吸入 10ml 盐酸溶液, 混匀, 在室温下静置 10min, 然后通过滴液漏斗吸入 5ml 碘化钾溶液和 50ml 水混匀后, 打开滴液漏斗活塞, 取下滴液漏斗, 用硫代硫酸钠标准滴定液滴定至溶液呈浅黄色时, 加约 2ml 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

4.1.4.3 在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 对不加试料(用 10 ml 水代替试料)而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

#### 4.1.5 结果计算

甲酸的质量分数以%表示, 计算:

$$\text{甲酸}\% = \left( \frac{V_0 - V_1}{V_4 \cdot p} - \frac{V_2 - V_3}{V_5 \cdot p} \right) c \times \frac{1}{1000} \times M \times 100$$

式中:

$V_0$  - 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$V_1$  - 试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$V_2$  - 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$V_3$  - 4.6.1.4.2 中试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$c$  - 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V_4$  - 测定总还原物所取试料的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$V_5$  - 测定除甲酸外其他还原物所取试料的体积的数值, 单位为毫升(ml);

$p$  - 试样 20°C 时密度的数值, 单位为克每立方厘米( $\text{g/cm}^3$ );

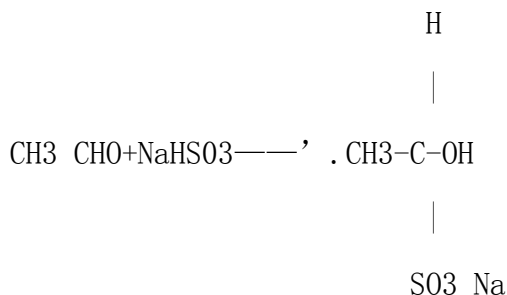
$M$  - 甲酸( $\text{I}/2\text{CH}_2\text{O}_2$ )的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ ) [ $M(\text{I}/2\text{CH}_2\text{O}_2) = 23.01$ ]。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果之差不大于 0.005%。

## 5 乙醛含量的测定 滴定法

### 5.1 方法提要

试样中的乙醛与过量的亚硫酸氢钠溶液反应, 剩余的亚硫酸氢钠用碘量法测定。反应式:



## 5.2 试剂

### 5.2.1 亚硫酸氢钠溶液：18.2 g/L。

称取 1.66 g 偏重亚硫酸钠溶解于盛有 50 ml 水的 100 ml 容量瓶中，溶解后，用水稀释至刻度并混匀。

### 5.2.2 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

### 5.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

### 5.2.4 淀粉指示液：10 g/L。

## 5.3 分析步骤

5.3.1 移取 10 ml 试样，置于已盛有 10 ml 水的 50 ml 容量瓶中，加入 5 ml 亚硫酸氢钠溶液，用水稀释至刻度，混匀并静置 30 min。为试验溶液。

5.3.2 移取 50 ml 碘标准溶液于碘量瓶中，置于冰水浴中静置。取试验溶液 20 ml 于碘量瓶中，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色时，加入 0.5 ml 淀粉指示液，继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

5.3.3 在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

### 5.3.4 结果计算

乙醛的质量分数以%表示，计算：

$$\text{乙醛}\% = \frac{(V_1 - V_0)c \times M}{V_p \times 1000 \times 20/50} \times 100$$

式中：

$V_0$ —空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.7.2.3)的体积的数值，单位为毫升(ml)；

$V_1$ —试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(ml)；

$c$ —硫代硫酸钠标准滴定溶液的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

$M$ —乙醛( $1/2 \text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ )的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [M(112.0) P22.031]；

---

V—试样的体积的数值，单位为毫升(ml)；

p—试样 20℃的密度的数值，单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于 0.002%。

## 6 水分的测定

按 GB/T 6283-2008 规定进行测定。

用注射器称取试样约 3.5 g，精确至 0.001 g。称样时，注射器针头应用橡胶垫密封。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于 0.01%。

## 7 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2-2004 规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于 0.001%。

## 8 铁含量的测定

### 4.10.1 1,10-菲啰啉分光光度法

按 GB/T3049-2006 的规定进行测定

#### 4.10.1.1 分析步骤

移取 100ml 样品置于瓷或玻璃蒸发皿中，在沸水浴上蒸干，残渣用 1ml 盐酸溶液 (1+1) 溶解。

#### 4.10.1.2 结果计算

铁的质量分数以%表示，按式(5)计算：

$$\text{铁}\% = \frac{m \times 10^{-6}}{Vp} \times 100$$

式中：

m——从标准曲线查得铁的质量的数值，单位为微克(μg)；

V——试样的体积的数值，单位为毫升(ml)；

=——试样 20℃时密度的数值，单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

### 4.11 高锰酸钾时间的测定

#### 4.11.1 方法提要

在规定条件下，将高锰酸钾溶液加入被测试样中，与标准比色溶液进行对照，观察试

---

验溶液褪色所需的时间。

#### 4. 11.2 仪器

4.11.2.1 比色管：50 ml；长型、磨口、具塞、光学透明。

4.11.2.2 恒温水浴：能够在  $15^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  处恒温；恒温水浴避免直接光照。如果使用玻璃恒温水浴，

应当用不透明材料遮涂。

#### 4. 11.3 试剂

4.11.3.1 配制高锰酸钾溶液用水：取适量的水加入足量的高锰酸钾使呈稳定的淡粉红色，煮沸 30 min。如淡粉红色消失，则补加高锰酸钾再呈淡粉红色。冷却至室温，备用。

4.11.3.2 高锰酸钾溶液：0.2 g/L。称取 0.2 g 高锰酸钾，精确至 0.001 g，用已制备的水溶解后置于 1000 ml 棕色容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液避光可保存两周。

4.11.3.3 标准比色溶液：称取氯化钴  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  190 mg，加入 16 ml 500 号铂-钴标准溶液，溶解后，移入 50 ml 容量瓶，用水稀释至刻度，充分混匀，该标准比色溶液的颜色表示的是样品溶液在高锰酸钾试验中褪色后的终点颜色。

注：500 号铂-钴标准溶液按照 GB/T 3143 -1982 的规定进行配制。

#### 4.1 1.4 分析步骤

移取试样 20 ml 加入到 50 ml 比色管中，再加入 6 ml 水，置于  $15^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴中，水浴的水面保持在距试管顶部大约 25 mm 处。恒温 15 min，当样品达到所规定的温度后，用移液管加入 3.0 ml 高锰酸钾溶液，边加边计时，立即盖上瓶塞，摇匀，放回水浴中。经常将比色管从水浴中取出，以白色背景衬底，轴向观察，并与同体积的标准比色溶液进行比较。接近测定结果时，每分钟比较一次，

记录下试液颜色与标准比色溶液一致时的时间。

注意：避免试液直接暴露在强日光下。

#### 4. 11.5 分析结果的表述

高锰酸钾时间：从加入高锰酸钾溶液起到试液中高锰酸钾颜色褪色或试液颜色达到与标准比色溶液一致时的时间，以分钟计。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果不大于 2 min。