



中华人民共和国国家标准

GB/T 1628—2020
代替 GB/T 1628—2008

工业用冰乙酸

Glacial acetic acid for industrial use

2020-03-31 发布

2021-02-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1628—2008《工业用冰乙酸》，与 GB/T 1628—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 取消了产品等级，产品分为 I、II 二个型号（见第 3 章，2008 年版的第 3 章）；
- 增加了丙酸指标（见表 1）；
- 增加了 I 型、II 型产品技术要求（见表 1，2008 年版的表 1）；
- 修改了滴定法测定乙酸质量分数的结果计算（见 4.4.2.4，2008 年版的 4.5.2.4）；
- 增加了水的质量分数测定的卡尔·费休库仑电量法，以卡尔·费休法（通用方法）为仲裁法（见 4.5）；
- 增加了甲酸的质量分数测定中的气相色谱外标法（见 4.6.2.5.2）；
- 增加了丙酸项目的试验方法（见 4.11）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本标准起草单位：江苏索普（集团）有限公司、兖矿鲁南化工有限公司、上海华谊能源化工有限公司、塞拉尼斯（南京）化工有限公司、山东华鲁恒升化工股份有限公司、天津渤化永利化工股份有限公司、河南龙宇煤化工有限公司、建滔（河北）焦化有限公司、扬子江乙酰化工有限公司、南通百川新材料有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：胡宗贵、葛立新、黄煜、刘强、凌国珍、刘忠发、刘耀华、吕坚、刘霞、刘品涛、贾叶奎、郝玉霞、秦荣林、李志远、毛芝旺、冯仁庆、张福进、胡崇兰、陈明雷、张幸磊。

本标准代替了 GB/T 1628—2008；

GB/T 1628—2008 的历次版本发布情况为：

- GB/T 1628—1979、GB/T 1628—1989、GB/T 1628.1—2000；
- GB/T 1628.2—2000；
- GB/T 1628.3—2000；
- GB/T 1628.4—2000；
- GB/T 1628.5—2000；
- GB/T 1628.6—2000；
- GB/T 1628.7—2000。

工业用冰乙酸

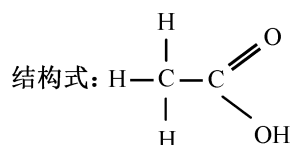
警示——本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业用冰乙酸的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业用冰乙酸的生产、检验和销售。

分子式: $C_2H_4O_2$



相对分子质量: 60.05(按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志

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 3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分:挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7533 有机化工产品结晶点的测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 21187 原子吸收分光光度计

3 技术要求

3.1 外观:透明液体,无悬浮物和机械杂质。

GB/T 1628—2020

3.2 工业用冰乙酸应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	I 型	II 型
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10	≤ 10
乙酸, $w/\%$	≥ 99.8	≥ 99.5
水分, $w/\%$	≤ 0.15	≤ 0.20
甲酸, $w/\%$	≤ 0.03	≤ 0.05
乙醛, $w/\%$	≤ 0.02	≤ 0.03
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000\ 04$	$\leq 0.000\ 2$
高锰酸钾时间/min	≥ 120	≥ 30
丙酸, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.08
注：根据用户对产品质量的要求分为 I 型和 II 型产品。		

4 试验方法

警示——试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.1 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

于具塞比色管中,加入实验室样品,在日光灯或日光下目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 中规定的方法进行测定。

4.4 乙酸的质量分数的测定

4.4.1 结晶点法(仲裁法)

按 GB/T 7533 规定进行结晶点的测定,也可采用符合 GB/T 7533 要求的结晶点仪测定。根据结晶点的测定结果查附录 A 表 A.1 冰乙酸的结晶点与含量的关系对照表,得出样品乙酸的质量分数。

4.4.2 滴定法

4.4.2.1 方法原理

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、丙酸含量。

4.4.2.2 试剂和溶液

4.4.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2.2 酚酞指示液: 10 g/L 。

4.4.2.3 分析步骤

用容量约 3 mL 的具塞称量瓶称取约 2.0 g 试样,精确至 $0.000 1 \text{ g}$,置于已盛有 50 mL 无二氧化碳水的 250 mL 的锥形瓶中,并将称量瓶盖摇开,加 0.5 mL 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 5 s 不褪为终点。

4.4.2.4 结果计算

乙酸的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\,000 \times m} \times 100\% - 1.305w_2 (\text{或 } w_3 \text{ 或 } w_4) - 0.810\,6w_8 (\text{或 } w_9) \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 ——乙酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 60.05$);
- m ——试样的质量的数值,单位为克(g);
- 1.305 ——甲酸换算为乙酸的换算系数;
- w_2 (或 w_3 或 w_4) ——按 4.6 测得的甲酸的质量分数;
- $0.810\,6$ ——丙酸换算为乙酸的换算系数;
- w_8 (或 w_9) ——按 4.11 测得的丙酸的质量分数。

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

4.5 水分的测定

按 GB/T 6283 或 GB/T 6324.8 规定进行测定。以 GB/T 6283 为仲裁法。

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% 。

4.6 甲酸的质量分数测定

4.6.1 碘量法

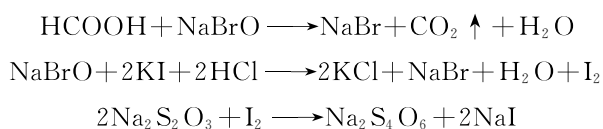
4.6.1.1 方法原理

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-溴酸钾氧化除甲酸外的其他还原物,剩余的溴化钾-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:



GB/T 1628—2020

4.6.1.2 试剂和溶液

4.6.1.2.1 盐酸溶液:1+4(盐酸与水的体积比)。

4.6.1.2.2 碘化钾溶液:250 g/L。

4.6.1.2.3 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,2 d 后使用。

4.6.1.2.4 溴化钾-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 1 000 mL 容量瓶中溶解后,用水稀至刻度并混匀。

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

4.6.1.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

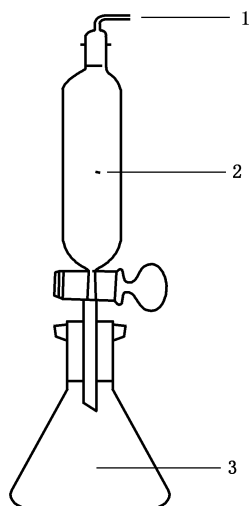
4.6.1.3 仪器设备

4.6.1.3.1 锥形瓶:容量 500 mL,耐真空。

4.6.1.3.2 滴液漏斗:容量 100 mL,耐真空。

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

甲酸含量测定仪器装配图如图 1 所示。



说明:

1——接真空泵;

2——滴液漏斗;

3——锥形瓶。

图 1 甲酸含量测定仪器图

4.6.1.4 分析步骤

4.6.1.4.1 总还原物的测定:将滴液漏斗 2 按图 1 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,拔出连接泵的活塞。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 2 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 2 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 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

4.6.1.4.2 除甲酸外其他还原物的测定:移取 25 mL 溴化钾-溴酸钾溶液于已盛有 90 mL 水的锥形瓶 3 中,将滴液漏斗按图 1 置于此锥形瓶上,打开活塞,用泵抽取能吸入 200 mL 液体的真空度(参考真空度: 7.5×10^4 Pa 以下),关闭滴液漏斗活塞,拔出连接泵的活塞,通过滴液漏斗吸入用移液管吸取的 10 mL 试样,每次用 5 mL 水冲洗滴液漏斗,冲洗两次,再吸入 10 mL 盐酸溶液。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 50 mL 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溶液滴定至溶液呈浅黄色时,加约 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

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

4.6.1.5 结果计算

甲酸的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \left(\frac{V_0 - V_1}{V_4 \rho} - \frac{V_2 - V_3}{V_5 \rho} \right) \times c_1 \times \frac{1}{1\,000} \times M_1 \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——4.6.1.4.1 中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 ——4.6.1.4.1 中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);

V_2 ——4.6.1.4.2 中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);

c_1 ——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样的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_5 ——测定除甲酸外其他还原物所取试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——试验温度时试样的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

M_1 ——甲酸($1/2\text{CH}_2\text{O}_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M_1(1/2\text{CH}_2\text{O}_2) = 23.01$]。

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

4.6.2 气相色谱法

4.6.2.1 方法原理

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经汽化后通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用热导检测器检测,内标法(或外标法)定量,以内标法作为仲裁法。

4.6.2.2 试剂和溶液

4.6.2.2.1 氢气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.6.2.2.2 乙酸乙酯:色谱纯。

4.6.2.2.3 甲酸:色谱纯。

4.6.2.2.4 无甲酸的乙酸:在 1 000 mL 冰乙酸试剂中加入 1 g 高锰酸钾,蒸馏,制备成不含甲酸的冰乙酸。

4.6.2.2.5 无水乙醇。

4.6.2.3 仪器设备

4.6.2.3.1 气相色谱仪:配有热导检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

4.6.2.3.2 色谱工作站。

4.6.2.3.3 微量玻璃注射器,10 μL 。

4.6.2.3.4 色谱填充柱:制备方法见附录 B。

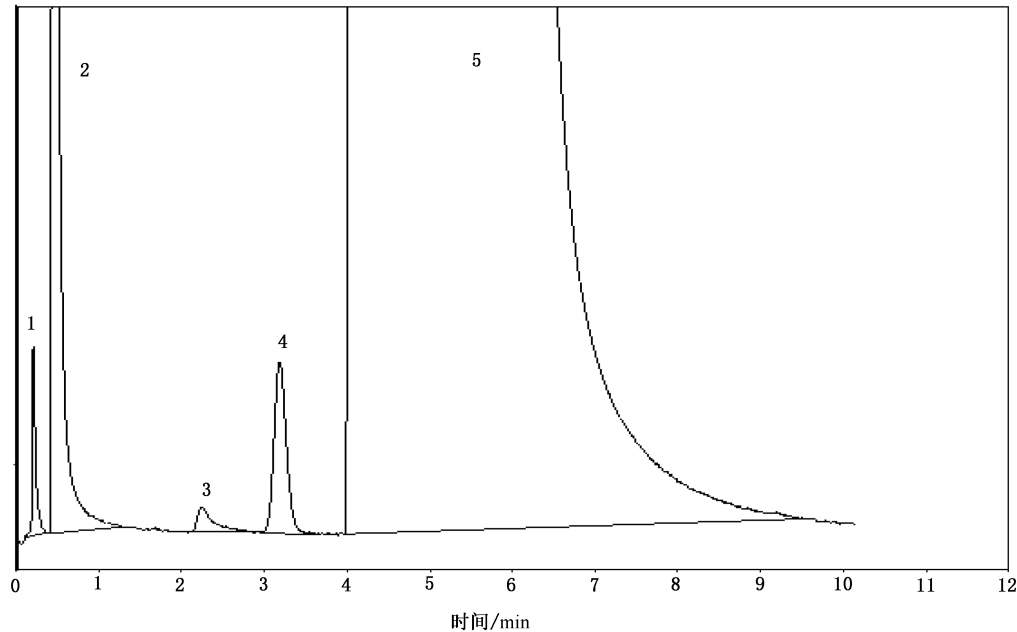
GB/T 1628—2020

4.6.2.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2,各组分在色谱柱上保留时间见表 3,典型色谱图见图 2。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项 目	项目参数
色谱柱	癸二酸：聚二乙烯苯多孔微球 GDX103(0.18 mm~0.25 mm)=7：100,硼硅玻璃管或不锈钢管
柱长/m	1.5~2.0
柱内径/mm	2~3
载气	氢气
载气流量/(mL/min)	50
柱温/℃	110
汽化室温度/℃	150
检测室温度/℃	150
桥电流/mA	135
进样量/μL	5



说明：
1——空气；
2——水+醛；
3——甲酸；
4——乙酸乙酯；
5——乙酸。

图 2 工业冰乙酸中甲酸的典型色谱图

表 3 各组分保留时间

峰序	组分名称	保留时间/min
1	空气	0.225
2	水+醛	0.457
3	甲酸	2.231
4	乙酸乙酯	3.183
5	乙酸	4.149

4.6.2.5 分析步骤

4.6.2.5.1 内标法(仲裁法)

4.6.2.5.1.1 甲酸相对质量校正因子的测定

甲酸相对质量校正因子的测定见附录 C。

4.6.2.5.1.2 试样的测定

吸取待测乙酸试样 100 mL 于 100 mL 容量瓶中称量,精确至 0.000 1 g,加入 50 μ L 内标物乙酸乙酯称量,精确至 0.000 1 g,配成内标物乙酸乙酯质量分数约为 0.05%(或与试样中甲酸峰面积相当的量)的样品,混匀样品。待仪器稳定后开始进样分析,进样 5 μ L(或根据样品中甲酸含量调整)。

根据甲酸峰与内标物峰的保留时间定性,根据峰面积之比用色谱工作站计算出甲酸的含量。

4.6.2.5.1.3 结果计算

试样中甲酸的质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = f_i \times \frac{A_1 m_0}{A_0 m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

f_i ——甲酸的相对质量校正因子;

A_1 ——试样中甲酸的峰面积;

A_0 ——试样中内标物的峰面积;

m_0 ——试样中添加内标物的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

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

4.6.2.5.2 外标法

4.6.2.5.2.1 标准样品的测定

吸取 100 mL 无甲酸的乙酸于 100 mL 容量瓶中称量,精确至 0.000 1 g,加入 50 μ L 外标物甲酸称量,精确至 0.000 1 g,混匀样品,配成约为 0.05%(或与试样中甲酸含量相当的量)甲酸标准样品。待仪器稳定后开始进样分析,准确进样 5 μ L(或根据样品中甲酸含量调整)。

4.6.2.5.2.2 试样的测定

在与测定标样相同的仪器条件下,取少量待测乙酸试样,准确进样 5 μ L(与标准样品测定相同的进

GB/T 1628—2020

样量)。

根据甲酸峰的保留时间定性,根据峰面积计算出甲酸的含量。

4.6.2.5.2.3 结果计算

试样中甲酸的质量分数 w_4 ,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{A_2 m_2}{A_3 m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_2 ——试样中甲酸对应的峰面积;

A_3 ——标准样品中甲酸的峰面积;

m_2 ——标准样品中甲酸的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——标准样品的质量的数值,单位为克(g)。

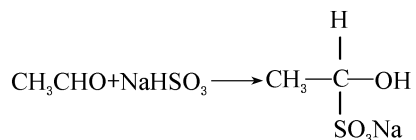
取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不大于 0.005%。

4.7 乙醛的质量分数测定(滴定法)

4.7.1 方法原理

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:



4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 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。

4.7.2.2 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

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

4.7.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 移取 20 mL 试样,置于已盛有 10 mL 水的 100 mL 容量瓶中,移入 10 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。

4.7.3.2 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。

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

4.7.4 结果计算

乙醛的质量分数 w_5 ,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(V_7 - V_6)c_2M_2}{V_8\rho \times 1\,000 \times (20/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_6 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_7 ——试样溶液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_2 ——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);

M_2 ——乙醛($1/2C_2H_4O$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M_2(1/2C_2H_4O)=22.03$];

V_8 ——配制试验溶液所移取试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——试验温度时试样的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

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

4.8 蒸发残渣的质量分数测定

按 GB/T 6324.2 规定进行测定。

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

4.9 铁的质量分数测定

4.9.1 1,10-菲罗啉分光光度法(仲裁法)

4.9.1.1 分析步骤

移取 100 mL 试样于瓷或玻璃蒸发皿中,在沸水浴上蒸干,残渣用 1 mL 盐酸溶液(盐酸与水的体积比 1:1)溶解。其余按 GB/T 3049 的规定进行测定。

4.9.1.2 结果计算

铁的质量分数 w_6 ,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_4 \times 10^{-6}}{V_9\rho} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_4 ——从标准曲线查得铁的质量的数值,单位为微克(μg);

V_9 ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——试验温度时试样的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不大于 0.000 01%。

4.9.2 原子吸收光谱法

4.9.2.1 方法原理

试样经蒸发处理后,配成适当浓度的溶液,在空气-乙炔火焰中喷雾,以铁空心阴极灯为光源,在 248.3 nm 波长下测定试样测试溶液吸光度。根据在相同条件下确定的铁工作曲线,计算试样中铁的含量。

4.9.2.2 试剂和溶液

4.9.2.2.1 水:GB/T 6682 规定的二级水。

4.9.2.2.2 盐酸溶液:1+1(盐酸与水的体积比),取优级纯盐酸进行配制。

4.9.2.2.3 铁(Fe)标准溶液:0.01 mg/mL。

吸取铁(Fe)标准溶液(0.1 mg/mL),用水稀释 10 倍,使用时配制。

GB/T 1628—2020

4.9.2.2.4 乙炔:体积分数不低于 99.5%。

4.9.2.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 21187 中的有关规定。

4.9.2.4 分析步骤

4.9.2.4.1 试样测试溶液的制备

移取 100 mL 试样于 150 mL 圆底瓷或玻璃蒸发皿中,在沸水浴上蒸干,残渣用 2 mL 盐酸溶液溶解,移入 25 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.9.2.4.2 工作曲线的绘制

4.9.2.4.2.1 校准溶液的制备

分别移取 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 铁标准溶液,分别置于 6 个 25 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,稀释至刻度。

4.9.2.4.2.2 校准溶液吸光度的测定

在给定的仪器试验条件下,待仪器稳定,用水调零后,分别测定校准溶液的吸光度。

4.9.2.4.2.3 工作曲线的绘制

以每一标准溶液的吸光度减试剂空白的吸光度为纵坐标,对应铁校准溶液浓度为横坐标,绘制工作曲线。

如使用数据处理系统,工作曲线可在试样测定时进行。

4.9.2.4.3 试样测试溶液的测定

按照测定标准溶液吸光度的方法测定试样测试溶液的吸光度。从工作曲线中查得浓度值。

4.9.2.5 结果计算

铁的质量分数 w_7 ,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{c_3 V_{11} 10^{-6}}{V_{10} \rho} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

c_3 ——从工作曲线中查得的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_{11} ——试样测试溶液的定容体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{10} ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——试验温度时试样的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不大于 0.000 01%。

4.10 高锰酸钾时间的测定

4.10.1 方法原理

在规定条件下,将高锰酸钾溶液加入被测试样中,能与高锰酸钾反应的物质,将其还原成二氧化锰,并使试验溶液从粉红色变成橘黄色,观察并记录高锰酸钾粉红色褪色时间或试验溶液颜色与标准比色

溶液颜色一致所用的时间。试验结果用高锰酸钾时间表示。

4.10.2 仪器设备

4.10.2.1 比色管:50 mL;长型、磨口、具塞、光学透明。

4.10.2.2 恒温水浴:能够在 $15\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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。

4.10.3 试剂和溶液

4.10.3.1 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。

4.10.3.2 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 4.10.3.1 制备的水溶解后置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液避光可保存 14 d。

4.10.3.3 标准比色溶液:称取六水合氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)190 mg,加入 16 mL 500 号铂-钴标准溶液(按照 GB/T 3143 的规定进行配制),溶解后,移入 50 mL 容量瓶,荡洗溶解容器并合并荡洗液到容量瓶中,用水稀释到刻度,充分混匀,该标准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。

4.10.4 分析步骤

移取试样 20 mL 加入 50 mL 比色管中,再加入 6 mL 水,放入 $15\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 高锰酸钾溶液后立刻计时,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。试验过程中应避免试液直接暴露在强日光下。

4.10.5 分析结果的表述

4.10.5.1 高锰酸钾时间:从加入高锰酸钾溶液开始至试样溶液粉红色刚刚褪去的时间或试样溶液颜色与标准比色溶液颜色一致时的时间,以分(min)计。

4.10.5.2 如果试验溶液残存的粉红色深于标准比色溶液颜色,则报告高锰酸钾时间大于 t ;如果试验溶液残存的粉红色与标准比色溶液颜色相当,则报告高锰酸钾时间等于 t ;如果试验溶液残存的粉红色浅于标准比色溶液颜色,则报告高锰酸钾时间小于 t 。这里的 t 是指被本标准规定的指标值,单位为分(min)。

4.10.5.3 可报告具体的高锰酸钾时间,单位为分(min)。

4.10.5.4 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值:100 min 以下,不大于这两个测定结果的算术平均值的 5%;100 min 以上,不大于这两个测定结果的算术平均值的 10%。

4.11 丙酸的质量分数测定

4.11.1 方法原理

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经汽化后通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测,内标法(或外标法)定量,以内标法作为仲裁法。

4.11.2 试剂和溶液

4.11.2.1 氮气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

GB/T 1628—2020

4.11.2.2 氢气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.11.2.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.11.2.4 丙酸:色谱纯。

4.11.2.5 基准乙酸:优级纯,并按附录 D 方法测定其丙酸含量。

4.11.2.6 2-庚酮:色谱纯。

4.11.3 仪器设备

4.11.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

4.11.3.2 色谱工作站。

4.11.3.3 微量玻璃注射器:10 μL 。

4.11.4 色谱柱及典型色谱操作条件

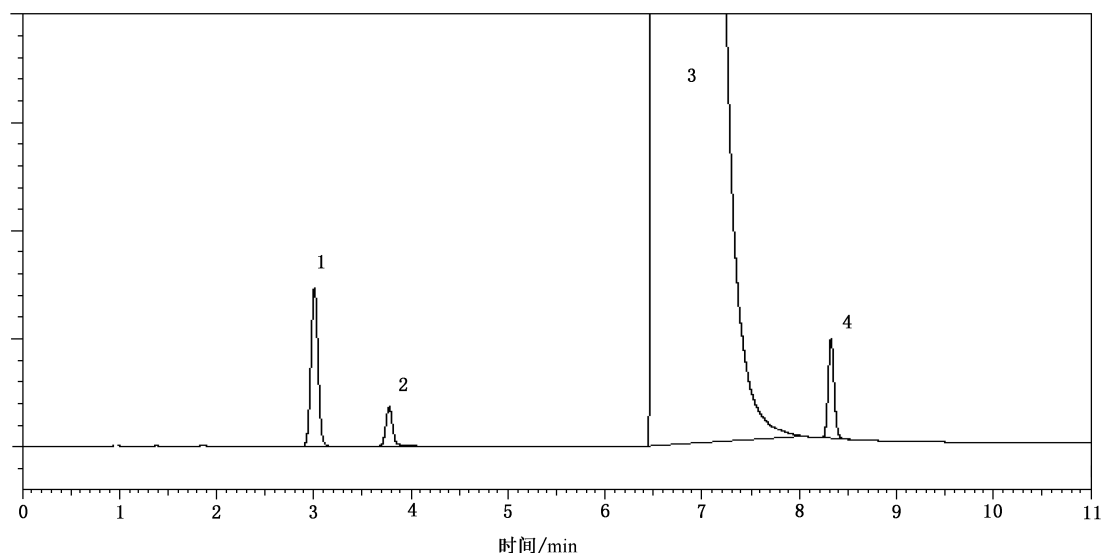
推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 4,典型色谱图和各组分的保留时间见图 3 和表 5。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

表 4 色谱柱及典型操作条件

项 目	项 目 参 数
色谱柱	键合交联聚乙二醇(20 M)毛细管柱
柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度	30 m \times 0.53 mm \times 1.0 μm
柱温	初温为 80 $^{\circ}\text{C}$ (保持 3 min),升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终温 160 $^{\circ}\text{C}$ (保持 5 min)
汽化室温度	250 $^{\circ}\text{C}$
检测器温度	270 $^{\circ}\text{C}$
载气氮气流量	10.0 mL/min
尾吹气流量	30 mL/min
氢气流量	40 mL/min
空气流量	400 mL/min
分流比	10 : 1
进样量	1 μL

表 5 键合交联聚乙二醇(20 M)毛细管柱上各组分保留时间

峰序	组分名称	保留时间/min
1	2-庚酮	3.012
2	乙酸酐	3.799
3	乙酸	6.480
4	丙酸	8.319



说明:

1——2-庚酮;

2——乙酸酐;

3——乙酸;

4——丙酸。

图 3 键合交联聚乙二醇(20 M)毛细管柱测定工业冰乙酸中丙酸的典型色谱图

4.11.5 分析步骤

4.11.5.1 内标法(仲裁法)

4.11.5.1.1 丙酸相对质量校正因子的测定

丙酸相对质量校正因子的测定见附录 E。

4.11.5.1.2 试样的测定

吸取待测乙酸试样 100 mL 于 100 mL 容量瓶中称量,精确至 0.000 1 g,加入 50 μ L 内标物 2-庚酮称量,精确至 0.000 1 g,配成内标物 2-庚酮质量分数约为 0.05%(或与试样中丙酸峰面积相当的量)的样品,混匀样品。待仪器稳定后开始进样分析,进样 1 μ L。

根据丙酸峰与内标物峰的保留时间定性,根据峰面积之比用色谱工作站计算出丙酸的含量。

4.11.5.1.3 结果计算

试样中丙酸的质量分数 w_8 ,按式(8)计算:

$$w_8 = f_1 \times \frac{A_4 m_5}{A_5 m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

f_1 ——丙酸的相对质量校正因子;

A_4 ——试样中丙酸的峰面积;

A_5 ——试样中内标物的峰面积;

m_5 ——试样中添加内标物的质量的数值,单位为克(g);

m_6 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

GB/T 1628—2020

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

4.11.5.2 外标法

4.11.5.2.1 标准样品的测定

吸取 100 mL 基准乙酸于 100 mL 容量瓶中称量,精确至 0.000 1 g,加入 50 μ L 丙酸称量,精确至 0.000 1 g,混匀样品,配成约为 0.05%(或与试样中丙酸含量相当的量)的丙酸标准样品。待仪器稳定后开始进样分析,准确进样 1 μ L。

4.11.5.2.2 试样的测定

在与测定标样相同的仪器条件下,取少量待测乙酸试样,准确进样 1 μ L。

根据丙酸峰的保留时间定性,根据峰面积计算出丙酸的含量。

4.11.5.2.3 结果计算

试样中丙酸的质量分数 w_9 ,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{A_6 \times (m_7 + m_8)}{A_7 m_9} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

A_6 ——试样中丙酸的峰面积;

A_7 ——标准样品中丙酸的峰面积;

m_7 ——标准样品中加入丙酸的的质量的数值,单位为克(g);

m_8 ——标准样品中基准乙酸含有丙酸的的质量的数值,单位为克(g);

m_9 ——标准样品的质量的数值,单位为克(g)。

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

5 检验规则

5.1 外观和表 1 中的所有项目均为型式检验项目。其中外观、色度、乙酸、水分、甲酸、乙醛、铁(Fe)、高锰酸钾时间和丙酸为出厂检验项目,应逐批进行检验。在正常生产的情况下,每月应至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后重新恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异;
- e) 合同规定。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批为一组批,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 天。

5.3 工业冰乙酸的采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。所采试样总量不得少于 2 L。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的 1 L 试剂瓶中,贴上标签并注明:产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用,另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验,罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用冰乙酸产品包装容器上应有清晰的标志,标明产品名称、生产厂名称、厂址、批号或生产日期、产品型号、本标准编号以及 GB 190 中规定的“腐蚀品”标志¹⁾。

6.1.2 工业冰乙酸由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、产品型号、生产日期或批号以及本标准编号等。

6.2 包装

工业用冰乙酸装于适合冰乙酸特性的不锈钢制、铝制或塑料桶等容器中。包装容器应清洁、干燥。

6.3 运输

工业用冰乙酸在运输及装卸时按照危险货物运输规定进行。

6.4 贮存

工业用冰乙酸应贮存在阴凉、通风、干燥的场所,避免日晒,远离火源和热源,不能与碱类一起贮存。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 F。

附 录 A
(规范性附录)

冰乙酸的结晶点与含量的关系对照表

冰乙酸的结晶点与含量的关系对照表见表 A.1。

表 A.1 冰乙酸的结晶点与含量的关系对照表

结晶点/℃	含量/%	结晶点/℃	含量/%	结晶点/℃	含量/%
16.63	100.00	15.7	99.52	14.7	98.99
16.6	99.98	15.6	99.47	14.6	98.94
16.5	99.93	15.5	99.41	14.5	98.89
16.4	99.88	15.4	99.36	14.4	98.84
16.3	99.83	15.3	99.30	14.3	98.78
16.2	99.78	15.2	99.25	14.2	98.73
16.1	99.72	15.1	99.20	14.1	98.68
16.0	99.67	15.0	99.15	14.0	98.63
15.9	99.62	14.9	99.10		
15.8	99.57	14.8	99.04		

附 录 B

(规范性附录)

甲酸质量分数测定用色谱填充柱的制备

B.1 柱管的清洗

选取硼硅玻璃管或不锈钢管,规格:1.5 m~2.0 m,内径 2 mm~3 mm。

柱管清洗:玻璃柱用碱液(洗油污)或酸洗液(洗无机物沾污)浸泡,并用水洗至中性,再用乙醇冲洗两遍,用氮气吹干备用。金属管可用乙醇浸泡,除去油污,再用水冲洗干净,用氮气吹干备用。

B.2 固定液的涂渍

用无水乙醇溶解 7 g 固定液癸二酸,使溶液的总体积为载体 GDX103 0.18 mm~0.25 mm 体积的 1.5 倍。在一只 400 mL 的烧杯中加入 100 g GDX103 载体,并倒入溶解后的癸二酸乙醇溶液,用玻璃棒轻轻地搅拌,让溶剂自然挥发,溶剂挥发结束后在 80 °C 烘箱中烘约 1 h。

注意:溶剂挥发要缓慢,并轻轻搅动,使涂渍均匀。

B.3 色谱柱的填充

色谱柱填料制备完毕后,可用分样筛(筛孔应和载体未涂固定液时一致)过筛。以除去涂渍过程中产生的细粉,再装柱。

将空柱管的一端用棉布(或者其他透气性好的材料)隔层,用真空胶管(厚壁橡皮管)连到缓冲瓶上再接真空泵(或真空系统),另一端连上漏斗,打开真空泵,向漏斗中边加填料,边轻敲柱管,直至填满柱子。

填充完毕,取下柱子,关闭真空泵,在柱子两端加一小节的玻璃棉封柱口,盖上柱帽。在色谱柱上做好进、出口标识,挂上标签。

B.4 色谱柱的老化

将新制备的色谱柱接入气相色谱仪进样口一端,通氮气。在柱温 120 °C 时老化约 2 h。备用。

附 录 C (规范性附录)

甲酸相对质量校正因子的测定

C.1 试剂

- C.1.1 甲酸:色谱纯。
C.1.2 乙酸乙酯:色谱纯。
C.1.3 乙酸:优级纯。
C.1.4 高锰酸钾。

C.2 标准样品的制备

在 1 000 mL 乙酸试剂中加入 1 g 高锰酸钾,蒸馏,制备成不含甲酸的乙酸。吸取 100 mL 不含甲酸的乙酸于清洁、干燥的磨口玻璃瓶中,用微量注射器各加入 50 μ L 甲酸和乙酸乙酯,并依次称量,精确至 0.000 1 g,混匀,此为标准样品。标准样品测定时配制。

C.3 分析步骤

待仪器操作条件稳定后,按与测定样品相同的试验条件进行测定。

C.4 相对质量校正因子计算

甲酸的相对质量校正因子 f_i ,按式(C.1)计算:

$$f_i = \frac{A_s}{A_i} \times \frac{m_i}{m_s} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- A_s ——乙酸乙酯的峰面积;
 m_i ——甲酸标准样品的质量的数值,单位为克(g);
 A_i ——甲酸的峰面积;
 m_s ——乙酸乙酯的质量的数值,单位为克(g)。

C.5 相对质量校正因子的定期测定

相对质量校正因子应实际测定,并定期进行校验。

附 录 D
(规范性附录)
基准乙酸中丙酸的测定

D.1 方法提要

利用色谱标准加入法测定并计算出基准乙酸的丙酸含量。

注：乙酸试剂一般都含有微量的丙酸，为减少系统误差，需测定基准乙酸中丙酸含量。

D.2 试剂

D.2.1 乙酸：优级纯。

D.2.2 丙酸：色谱纯。

D.3 分析步骤

在 4 个 100 mL 容量瓶中各吸入待测乙酸(D.2.1)100 mL 称量，精确至 0.000 1 g，分别加入 0 μ L、20 μ L、50 μ L、100 μ L 丙酸称量，精确至 0.000 1 g，以配成丙酸质量分数约为 0.00%、0.02%、0.05%、0.10% 样品，混匀后，待仪器操作条件稳定后，按与测定样品相同的试验条件进行测定，准确进样 1 μ L，记录丙酸峰面积。以丙酸的质量分数为纵坐标，峰面积为横坐标绘制标准工作曲线。

D.4 结果计算

标准工作曲线纵坐标上截距的正数为基准乙酸中丙酸的质量分数。

附 录 E
(规范性附录)
丙酸相对质量校正因子的测定

E.1 试剂

E.1.1 丙酸:色谱纯。

E.1.2 2-庚酮:色谱纯。

E.2 标准样品的制备

吸取 100 mL 基准乙酸(4.11.2.5)于 100 mL 容量瓶中称量,精确至 0.000 1 g,分别加入 50 μ L 丙酸、内标物 2-庚酮称量,精确至 0.000 1 g,混匀样品,以配成丙酸、内标物 2-庚酮质量分数各约为 0.05% 标准样品。标准样品测定时配制,标准样品中各组分的含量应与试样接近。

E.3 分析步骤

待仪器操作条件稳定后,按与测定样品相同的试验条件进行测定。

E.4 相对质量校正因子计算

丙酸的相对质量校正因子 f_1 ,按式(E.1)计算:

$$f_1 = \frac{A_s}{A_i} \times \frac{m_i + m_0}{A_s} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

A_s ——内标物的峰面积;

A_i ——丙酸的峰面积;

m_i ——加入丙酸的的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——基准乙酸中丙酸的的质量的数值,单位为克(g)。

E.5 相对质量校正因子的定期测定

相对质量校正因子应实际测定,并定期进行校验。

附 录 F
(资料性附录)
安全

F.1 危险警告

工业用冰乙酸是有刺激性臭味、腐蚀性很强的有机酸性液体。凝固点 16.7 ℃, 沸点 118 ℃, 闪点 (闭杯) 39 ℃, 自燃点 427 ℃, 空气中最高允许浓度 20 mg/m³, 其蒸气与空气形成爆炸性混合物, 爆炸极限为 4.0%~16.0% (体积分数)。吸入本品蒸气对鼻、喉和呼吸道有刺激性, 对眼有强烈刺激作用, 皮肤接触, 轻者出现红斑, 重者引起化学灼伤。

F.2 安全措施

F.2.1 应避免工业用冰乙酸与皮肤接触, 如溅到皮肤或眼睛上, 应迅速用大量清水冲洗, 然后急速就医。

F.2.2 灭火剂: 雾状水、抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳。

F.2.3 工业用冰乙酸泄漏时, 应迅速撤离危险区域, 严格限制出入, 切断火源。尽可能切断泄漏源, 防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。小量泄漏: 用砂土、干燥石灰或苏打灰混合。大量泄漏: 构筑围堤或挖坑收容; 喷雾状水冷却和稀释蒸气, 把泄漏物稀释成为不燃物。用防爆泵转移至槽车或专用收集器内, 回收或处理。
