


ICS 71.080.01
G 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 6324.3—2011
代替 GB/T 6324.3—1993



有机化工产品试验方法 第 3 部分：还原高锰酸钾物质的测定

Test method of organic chemical products—
Part 3: Determination of permanganate-reducing substances

2011-06-16 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

385

前 言

GB/T 6324《有机化工产品试验方法》分为以下部分：

- 第1部分：液体有机化工产品水混溶性试验；
- 第2部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定；
- 第3部分：还原高锰酸钾物质的测定；
- 第4部分：有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法；
- 第5部分：有机化工产品中羰基化合物含量的测定。

本部分为 GB/T 6324 的第3部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6324.3—1993《有机化工产品还原高锰酸钾物质的测定方法》，与 GB/T 6324.3—1993 相比，主要技术变化如下：

- 修改了标准名称；
- 修改了制备标准比色溶液所用的试剂（见 3.3.2.2, 1993 年版的 3.1.2.2）；
- 分析步骤中观察方式由轴向观察修改为轴向观察或侧向观察（见 3.3.4, 1993 年版的 3.1.2.2）；
- 删除了推荐的部分产品所用标准比色溶液的配比表（见 1993 年版的表 A.1）。

本部分使用重新起草法参考 ASTM D1363:2006《丙酮和甲醇的高锰酸盐时间的试验方法》编制，与 ASTM D1363:2006 的一致性程度为非等效。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、中国石化集团四川维尼纶厂。

本部分参加起草单位：江苏索普(集团)有限公司、大庆油田甲醇厂、中国石化北京燕山分公司、浙江晋巨化工有限公司和陕西榆林天然气化工有限责任公司。

本部分主要起草人：郭燕玲、蒲利均、曾燕。

本部分于 1986 年首次发布，1993 年 12 月第一次修订。

有机化工产品试验方法

第3部分:还原高锰酸钾物质的测定

1 范围

本部分规定了有机化工产品中还原高锰酸钾物质测定的目视比色法和滴定法。

本部分目视比色法适用于醇、酮等中性、弱酸性及弱碱性有机化工产品中还原高锰酸钾物质的测定;滴定法适用于高锰酸钾指数等于或大于 10 mg/100 mL 且在酸性条件下不与高锰酸钾发生反应的有机化工产品。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 试验方法

3.1 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。

3.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 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 603 的规定制备。

3.3 目视比色法

3.3.1 方法提要

在规定条件下,将高锰酸钾溶液加入试样中,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桔黄色。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。

3.3.2 试剂

3.3.2.1 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,用预先处理过的水¹⁾溶解,置

1) 配制高锰酸钾溶液用水的制备:取一定量的水加入适量的高锰酸钾溶液(约 0.2 g/L)使呈淡粉红色,煮沸 30 min。如淡粉红色消失,补加高锰酸钾溶液再呈淡粉红色。冷却至室温,备用。

GB/T 6324.3—2011

于1 000 mL棕色容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液室温下避光可保存两周。

3.3.2.2 氯化钴和铂-钴标准比色溶液:称取2.00 g氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),用少量水溶解后置于100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取5 mL此氯化钴溶液,加入7.5 mL 500号铂-钴标准溶液(按照GB/T 3143的规定进行配制),移入50 mL容量瓶中,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试验溶液在高锰酸钾试验中褪色后的终点颜色。

氯化钴溶液与500号铂-钴标准溶液的配比,可根据产品标准的要求进行调整。

3.3.3 仪器

3.3.3.1 低温恒温水浴:温度可控制在 $(15 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 或 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

3.3.3.2 比色管:50 mL或100 mL(50 mL处有刻度线),无色透明玻璃制品,配有磨口玻璃塞。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 按产品标准的规定取样,置于比色管中。

3.3.4.2 将盛有试样的比色管置于温度控制在 $(15 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 或 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的水浴中。15 min后从水浴中取出比色管,按产品标准要求加入规定量的高锰酸钾溶液(从开始加入起记录时间),立即加塞,摇匀,再放回水浴中。经常将比色管从水浴中取出,以白色为背景,侧向或轴向观察试验溶液的颜色或与同体积的标准比色溶液进行比较,必要时离开背景一定距离50 mm~150 mm。接近测定结果时,每分钟比较一次,记录试验溶液粉红色刚刚褪去的时间或试验溶液颜色与标准比色溶液一致时的时间。

试验过程中避免试验溶液直接暴露在强日光下。

3.3.5 结果表述

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

3.3.5.2 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 min;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 min;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 min。这里的 t min是指被测试样产品标准规定的指标值。

3.3.5.3 可报告具体的高锰酸钾时间,单位为min。

3.3.5.4 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%。

3.4 滴定法

3.4.1 方法提要

在规定条件下,于酸性介质中,试样与过量的高锰酸钾溶液反应,用碘量法测定剩余的高锰酸钾的量。100 mL试样还原高锰酸钾的毫克数,即为高锰酸钾指数。

3.4.2 试剂

3.4.2.1 硫酸溶液:1+37。

3.4.2.2 高锰酸钾溶液:1 g/L。

3.4.2.3 碘化钾溶液:100 g/L。

3.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

3.4.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

3.4.3 仪器

3.4.3.1 低温恒温水浴:温度可控制在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

3.4.4 分析步骤

3.4.4.1 按产品标准的规定取样,置于盛有50 mL硫酸溶液的碘量瓶中,混匀。将此碘量瓶浸于温度控制在 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的水浴中,保持15 min,用滴定管滴加高锰酸钾溶液直到不褪色为止。再加入 (10 ± 0.05) mL高锰酸钾溶液。记录加入高锰酸钾溶液的总体积用于空白试验。

3.4.4.2 加塞后在暗处放置40 min。此时间也可根据样品的特点进行调整。

3.4.4.3 加入过量的碘化钾溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,当溶液呈浅黄色时,加0.5 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积。

3.4.4.4 在测定的同时,按与测定相同的步骤,用相同体积的水代替试样,使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

3.4.5 结果计算

高锰酸钾指数 ρ ,数值以mg/100 mL表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{(V_0 - V_1)cM}{V_2} \times 100 \quad (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.4.2.4)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(3.4.2.4)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);

M ——高锰酸钾($\frac{1}{5}\text{KMnO}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=31.51$);

V_2 ——试料体积的数值,单位为毫升(mL)。

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允许差值由产品标准规定。