



中华人民共和国国家标准

GB/T 677—2011
代替 GB/T 677—1992

化学试剂 乙酸酐

Chemical reagent—Acetic anhydride

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 乙酸酐
GB/T 677—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43257 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第2系列》中 R41“乙酸酐”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 677—1992《化学试剂 乙酸酐》,与 GB/T 677—1992 相比主要变化如下:

——调整了硫酸盐测定中化学纯的取样量(1992 年版的 4.2.3,本版的 5.5);

——修改了包装及标志(1992 年版的第 6 章,本版的第 7 章)。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 677—1965、GB/T 677—1978、GB/T 677—1992。

化学试剂 乙酸酐

警告:本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

示性式: $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$

相对分子质量:102.09(根据2007年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中乙酸酐的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中乙酸酐的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(GB/T 9727—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(GB/T 9740—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色透明液体,具有刺激味,与水混合变为乙酸。密度约1.08 g/mL。

4 规格

乙酸酐的规格见表1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量 $[(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}]$, w/%	≥ 98.5	≥ 96.0
蒸发残渣, w/%	≤ 0.002	≤ 0.005
氯化物(Cl), w/%	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 5$
硫酸盐(SO_4), w/%	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001

表 1 (续)

名 称	分 析 纯	化 学 纯
磷酸盐(PO_4), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 5$
铜(Cu), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 5$
铅(Pb), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 5$
还原高锰酸钾物质(以 O 计), $w/\%$	≤ 0.015	≤ 0.015

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,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,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

5.2.1 盐酸甲醇标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$]的制备

5.2.1.1 配制

量取 84 mL 盐酸溶液(20%),置于 1 000 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.2.1.2 标定

取 30.00 mL~35.00 mL 配制好的盐酸甲醇溶液,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$]滴定至溶液呈粉红色。标定应在使用前于密闭装置中进行。

5.2.1.3 计算

盐酸甲醇标准滴定溶液浓度 c ,数值以“mol/L”表示,按式(1)计算:

$$c = \frac{V_1 \times c_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——盐酸甲醇溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

5.2.2 吗啡啉甲醇溶液(0.5 mol/L)的制备

量取 44 mL 吗啡啉(水分质量分数超过 1.5%时,需要重新蒸馏后使用),用甲醇稀释至 1 000 mL,置于全自动滴定管(50 mL)的贮液瓶中。

5.2.3 测定方法

称取 1.8 g~2.0 g 样品,精确至 0.000 1,置于盛有 50.0 mL 吗啡啉甲醇溶液(0.5 mol/L)的具塞锥形瓶中,振摇溶解,于室温放置 5 min,加 0.25 mL 二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液,用盐酸甲醇标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$]滴定至溶液绿色消失呈琥珀色。同时做空白试验。

乙酸酐的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_1 ——空白试验消耗盐酸甲醇标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——盐酸甲醇标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸甲醇标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——乙酸酐摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M[(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}]=102.1$);

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 蒸发残渣

量取 23 mL(25 g)样品,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.4 氯化物

量取 4.6 mL(5 g)样品,稀释至 20 mL 后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.010 mg Cl;

化学纯.....0.025 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.5 硫酸盐

量取 9.2 mL(10 g)[化学纯取 4.6 mL(5 g)]样品,注入蒸发皿中,加 0.2 mL 无水碳酸钠溶液(50 g/L),在水浴上蒸干。残渣溶于 20 mL 水(必要时过滤),加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.05 mg 的硫酸盐(SO_4)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.6 磷酸盐

量取 1.8 mL(2 g)样品,注入蒸发皿中,加 10 mL 水及 1 mL 硝酸,在水浴上蒸干,残渣溶于 5 mL 水中,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加氨水溶液(10%)至溶液黄色刚刚出现,滴加硝酸溶液(13%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9727 的规定测定。有机相所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的磷酸盐标准溶液:

分析纯.....0.01 mg PO_4 ;

化学纯.....0.02 mg PO_4 。

加 5 mL 水及 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(13%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 铁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

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 18 mL(20 g)样品,注入蒸发皿中,于水浴上蒸干。加 1.5 mL 盐酸,温热溶解残渣,稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.8 铜

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.8.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

GB/T 677—2011

5.8.2 测定方法

同 5.7.2。

5.9 铅

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.9.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

同 5.7.2。

5.10 还原高锰酸钾物质

量取 1.8 mL(2 g)样品,注入磨口比色管中,加 10 mL 水,摇匀,加入 0.4 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}]$,盖好塞子,摇匀,在室温下避光放置 5 min。溶液所呈粉红色不得消失。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、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、NB-21、NB-23、NB-24、NB-26、NB-27、NB-28、NB-29;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1;

标签:符合 GB 15258 的规定,注明“腐蚀品”及“易燃液体”。



GB/T 677-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-43257

定价: 14.00 元