

中华人民共和国国家标准

有机化工产品还原高锰酸钾 物质的测定方法

GB/T 6324.3—93

代替 GB/T 6324.3—86

Organic chemical products for industrial use—
Test method for the determination of
permanganate-reducing substances

本标准参照采用国际标准 ISO 1387—1982《工业甲醇——试验方法》、ISO 753/6—1981《工业用乙酸——试验方法——第 6 部分：高锰酸盐指数的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用目视比色法、滴定法测定有机化工产品中还原高锰酸钾物质的试验方法。

本标准目视比色法适用于醇、酮等中性、弱酸及弱碱性有机化工产品中含有还原性物质的测定；滴定法适用于高锰酸钾指数等于或大于 10 mg/100 mL 且主含量在酸性条件下不与高锰酸钾发生反应的有机化工产品。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 试验方法

本标准所用试剂和水,除另有注明外,均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 目视比色法

3.1.1 方法提要

在规定条件下,将高锰酸钾溶液加入被测试样中,观察试验溶液褪色所需的时间,通常用标准比色溶液进行对照。

3.1.2 试剂和溶液

3.1.2.1 配制高锰酸钾溶液用水的制备:取适量的水加入足够量的稀高锰酸钾溶液使呈稳定的淡粉红色,煮沸 30 min。如淡粉红色消失,则补加高锰酸钾溶液再呈淡粉红色。冷却至室温,备用。

3.1.2.2 标准比色溶液:推荐的标准比色溶液及其配制方法见附录 A。

3.1.2.3 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 1 000 mL 棕色容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液避光可保存两周。

3.1.3 仪器

一般实验室仪器及

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

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

3.1.3.3 滴定管:容量 10 mL,分刻度 0.1 mL。

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

3.1.3.4 秒表。

3.1.4 试样的制备

液体样品：直接注入比色管中至规定刻度；

固体样品：配制一定浓度的试样溶液，置于比色管中至规定刻度。

3.1.5 分析步骤

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，加入规定体积的高锰酸钾溶液(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，以白色背景衬底，轴向观察，并可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。

3.1.6 分析结果的表述

高锰酸钾褪色时间：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 100 min 以下的相对偏差不大于 5%；100 min 以上的相对偏差不大于 10%。

3.2 滴定法

3.2.1 定义

高锰酸钾指数：在规定条件下，100 mL 试样还原高锰酸钾的毫克数。

3.2.2 方法提要

在规定条件下，于稀酸介质中，试样与过量的高锰酸钾溶液反应，碘量法测定剩余的高锰酸钾。

3.2.3 试剂和溶液

本试验方法所用标准溶液，除另有注明外均按 GB 601 配制和标定。

3.2.3.1 硫酸溶液：1+37。

3.2.3.2 高锰酸钾溶液：1 g/L。

3.2.3.3 碘化钾溶液：100 g/L。

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

3.2.3.5 淀粉指示液：10 g/L。

3.2.4 仪器

一般实验室仪器及

3.2.4.1 水浴：温度控制在 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

3.2.4.2 滴定管：容积 10 mL，分刻度 0.05 mL。

3.2.5 分析步骤

将规定体积的试样置于盛有 50 mL 硫酸溶液的碘量瓶中，混匀。将此碘量瓶浸于水浴中，水浴温度控制在 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ，保持 15 min，用滴定管滴加高锰酸钾溶液直到不褪色为止。然后再准确加入 10 mL 的高锰酸钾溶液并记录使用此溶液的总体积。

加塞后放在暗处反应 40 min(反应时间可根据产品的特点进行调整)。

反应后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，继续滴定到蓝色消失，记下消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积。同时进行空白试验。

3.2.6 分析结果的计算

高锰酸钾指数 x 按下式计算：

$$x = \frac{(V_0 - V_1)c \times 31.61 \times 100}{V_2}$$

式中： V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；