

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

工业用乙醛酸水溶液

Glyoxylic acid aqueous solution for industrial use

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件负责起草单位：湖北省宏源药业科技股份有限公司、常州大学、金沂蒙集团有限公司、河南新天地药业股份有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、罗田广惠化工有限责任公司。

本文件主要起草人：廖胜如、胡忆诺、郭登峰、张超、张丽娟、卢晓峰、黄煜、邓洋、宋仪川、袁兵、纪志祥、陈曦、胡伟行、雷亚辉。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

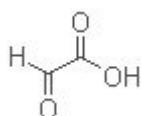
## 工业用乙醛酸水溶液

### 1 范围

本文件规定了工业用乙醛酸水溶液的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。  
本文件适用于乙二醛氧化法制备的工业用乙醛酸水溶液。

分子式： $C_2H_2O_3$

结构式：



相对分子质量：74.04（按2018年国际相对原子质量）

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 3143 液体化学产品颜色测定方法（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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 分型

根据工业用乙醛酸水溶液浓度分为 I 型、II 型产品。

### 5 要求

#### 5.1 外观：淡黄色透明液体。

5.2 乙醛酸水溶液应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术指标

项目	I 型 (40%规格)		II 型 (50%规格)		
	优等品	合格品	优等品	一等品	合格品
色度 (铂-钴色号) /Hazen 单位	≤200	≤250	≤250	≤300	≤400
乙二醛, w/%	≤1.0	≤2.0	≤1.0	≤2.0	≤2.0
草酸, w/%	≤0.6	≤1.2	≤0.5	≤1.0	≤1.5
乙醛酸, w/%	40.0±0.5	40.0±0.5	50.0±0.5	50.0±0.5	50.0±0.5
氯离子/(mg/kg)	-	-	≤50	≤50	≤50

## 6 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。**

### 6.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂和GB/T 6682 规定的三级水。分析中所用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

### 6.2 外观的测定

于50mL具塞比色管中加入试样，在自然光或日光灯照射下，正对白色背景，目测。

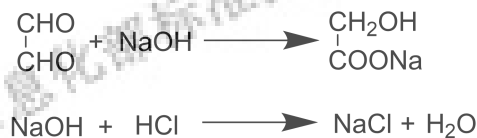
### 6.3 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行。

### 6.4 乙二醛含量的测定

#### 6.4.1 方法提要

试样中加入过量的氢氧化钠溶液，乙二醛与氢氧化钠发生歧化反应，再以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液中和过量的氢氧化钠。



#### 6.4.2 试剂

6.4.2.1 氢氧化钠溶液：c (NaOH) =0.5mol/L。

6.4.2.2 盐酸标准滴定溶液：c (HCl) =0.25mol/L。

6.4.2.3 无二氧化碳水。

6.4.2.4 酚酞指示剂：10g/L。

#### 6.4.3 仪器

6.4.3.1 分析天平：分度值 0.0001g。

#### 6.4.4 分析步骤：

准确称取试样1.0g(精确到0.0001 g),置于预先加有30mL无二氧化碳水的碘量瓶中,加入2滴酚酞指示剂,用0.5mol/L氢氧化钠溶液滴定至淡粉红色且30s不褪色(不计体积)。

在上述试样中再准确加入10mL 0.5mol/L氢氧化钠溶液,摇匀、塞上瓶塞,静置30min,加入2滴酚酞指示剂,用0.25mol/L盐酸标准滴定溶液滴定至紫红色消失即为终点,同时做空白试验。

#### 6.4.5 结果计算

乙二醛的质量分数 $w_1$ 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.05804}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_0$ ——空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V$ ——试样消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$C$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——样品质量,单位为克(g);

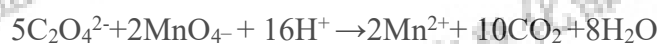
0.05804——乙二醛的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,连续两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

### 6.5 草酸含量的测定

#### 6.5.1 方法提要

在一定条件下,氯化钙与草酸生成草酸钙沉淀,分离后用硫酸溶解,采用高锰酸钾法测定草酸含量。



#### 6.5.2 试剂

6.5.2.1 氨水溶液: 1+1。

6.5.2.2 氯化钙溶液: 5%。

6.5.2.3 硫酸溶液: 8+92。

6.5.2.4 硝酸溶液: 10%。

6.5.2.5 硝酸银溶液: 0.1mol/L。

6.5.2.6 高锰酸钾标准滴定溶液:  $C(1/5KMnO_4) = 0.1mol/L$ 。

#### 6.5.3 仪器

6.5.3.1 分析天平: 分度值为0.0001g

#### 6.5.4 分析步骤:

准确称取5.0g样品(精确到0.0001g)于事先加入50mL水的250mL烧杯中,用氨水溶液调节pH值为4.0,加热至60-70℃,逐滴加入氯化钙溶液30mL,继续加热,煮沸2-3分钟,静置两小时后过滤沉淀,并用60-70℃的水清洗烧杯及沉淀,直至滤液中检测不到 $Cl^-$ (滴几滴滤液于表面皿上,加1滴硝酸酸化,然后滴加硝酸银溶液,溶液清澈不产生浑浊)为止。将滤纸及沉淀一并移入锥形瓶中,加50mL硫酸溶液溶解,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定,近终点时加热至60-70℃,继续滴定至溶液呈粉红色,并保持30s不变。

#### 6.5.5 结果计算

草酸质量分数 $w_2$ ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times c \times 0.04502}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V$ ——试样消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——样品质量，单位为克（g）；

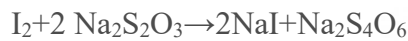
0.04502——草酸的毫摩尔质量的1/2，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，连续两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

## 6.6 乙醛酸含量的测定

### 6.6.1 方法提要

碱性条件下，乙醛酸中醛基能被碘氧化。反应完全后，在酸性条件下以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。



### 6.6.2 试剂

6.6.2.1 氢氧化钠溶液： $C(\text{NaOH}) = 1.0 \text{mol/L}$ 。

6.6.2.2 碘溶液： $C(1/2\text{I}_2) = 0.1 \text{mol/L}$ 。

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

6.6.2.4 硫酸溶液： $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{mol/L}$ 。

6.6.2.5 淀粉指示剂：5g/L。

6.6.2.6 酚酞指示剂：10g/L。

### 6.6.3 仪器

6.6.3.1 分析天平：分度值为0.0001g。

### 6.6.4 分析步骤：

准确称取0.5g试样（精确到0.0001g）于预先加入约30mL水的100mL容量瓶中，加水定容、摇匀，得试验溶液A。准确移取10.00mL试验溶液A至250mL碘量瓶中，加入10mL氢氧化钠溶液，充分摇匀，静置30min。准确加入25.00mL碘溶液，摇匀，避光静置30min。加入25mL硫酸溶液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时加入淀粉指示剂，继续滴定至蓝色消失为终点，同时进行空白实验。

### 6.6.5 结果计算

乙醛酸含量 $w_3$ ，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.03702}{m \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中： $V_0$ ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V$ ——试样消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——样品质量，单位为克（g）；

0.03702——乙醛酸的毫摩尔质量的1/2，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，连续两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

## 6.7 氯离子含量的测定

### 6.7.1 方法提要

在试样中加入过量的硝酸银溶液与氯离子生成氯化银沉淀，比浊法检测。



## 6.7.2 试剂

- 6.7.2.1 氯化物标准溶液：0.01 mg/mL。
- 6.7.2.2 稀硝酸：1+10。
- 6.7.2.3 硝酸银试液：C(AgNO<sub>3</sub>) = 0.1mol/L。

## 6.7.3 仪器

- 6.7.3.1 分析天平：分度值为0.0001g。
- 6.7.3.2 纳氏比色管：50 mL。

## 6.7.4 测定

准确移取5.00mL的氯化物标准溶液、10mL稀硝酸、1.0mL 0.1mol/L硝酸银试液于50mL纳氏比色管中，加水至刻度线，加塞摇匀得标准比浊液。

准确称取1.0 g乙醛酸样品置于另一支50mL纳氏比色管中，再准确移取加入10mL稀硝酸、1.0mL 0.1mol/L硝酸银试液，加水至刻度线，加塞摇匀得样品溶液。

将样品溶液与标准比浊液同置于黑色背景，从比色管上方向下观察，比浊。若浊度小于标准比浊液，则判定该样品的氯离子含量不大于50 mg/kg。

## 7 检验规则

7.1 本文件第5章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 按产品贮罐组批，或按生产周期组批。

7.3 按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680的规定采样。采样总体积不少于1000mL。将样品平均分为两份，放入清洁、干燥的试样瓶中，盖紧，密封，贴上标签，标签上应注明产品名称、生产批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

7.4 检验数值按GB/T 8170中的修约值比较法进行。检验结果中如有任何一项指标不符合本文件要求时，槽罐装产品应重新加倍采样进行检验，桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，若检验结果符合本文件技术要求，则判除不合格的桶装产品外，该批产品其余均合格；若仍有任何一项指标不符合本文件要求，则整批产品判为不合格。

## 8 标志、包装、运输和贮存

### 8.1 标志

8.1.1 工业用乙醛酸水溶液包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 净含量(Kg)；
- d) 批号或生产日期；
- e) 本文件编号。

8.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明书，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 型号及等级；
- d) 批号或生产日期；
- e) 产品检验结果或检验结论；
- f) 本文件编号等。

8.2 包装

采用闭口塑料桶、槽车或罐车，或采用按供需方双方协商并符合安全规定的包装。

8.3 运输

装卸、运输时应防止重压或剧烈撞击，搬运装卸应小心轻拿轻放，避免包装破损、日晒、雨淋、受热，不得与易燃易爆或与之发生反应的物品混装、混运。

8.4 贮存

应贮存于通风、清洁、阴凉、干燥的仓库内，严禁与易燃易爆或与之发生反应的物品同库存放。