

中华人民共和国国家标准

工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法

GB/T 14571.3—93

Ethylene glycol for industrial use—
Determination of content of total aldehydes
present—Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇中醛含量测定的分光光度法。

本标准适用于工业用乙二醇中醛含量的测定,测定范围为 0.000 01%~0.003%(m/m)。

2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 4471 化工产品试验方法精密度室间试验重复性和再现性的确定

3 方法原理

试样中的脂族醛,在氯化铁存在下,与 3-甲基-2-苯并噻唑酮腙(MBTH)反应,生成蓝-绿色稠合阳离子,在波长 620 nm 处用分光光度计测量吸光度。

4 试剂与溶液

分析时,应采用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 0.2% 3-甲基-2-苯并噻唑酮腙(MBTH)溶液:

称取 0.26 g MBTH(盐酸盐的单水合物)溶于适量水中,然后移入 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度。溶液应呈无色,如混浊应予过滤。宜贮存于棕色瓶中,并放置于暗冷处,可稳定一周。

注: MBTH 全名为:3-methyl-2-Benzothiazolinone hydrazone,本试验中使用 LR 级 MBTH,得到满意结果。

4.2 氧化剂溶液(1.0%氯化铁+1.4%氨基磺酸):

分别称取六水合氯化铁 1.67 g 和氨基磺酸 1.40 g 溶于适量水中,并稀释至 100 mL。

4.3 甲醛($\geq 36\%$ 水溶液):

使用前,按 GB 602—88 附录 A 规定方法标定。

4.4 甲醛标准溶液:

用 100 μ L 微量注射器吸取甲醛(4.3) 50 μ L(用减差法求得其质量,精确至 0.000 1 g)注入 50 mL 容量瓶中(瓶中预先放置约 40 mL 水),用水稀释至刻度,摇匀。准确移取此溶液 1.00 mL 至另一个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液甲醛含量约为 4.0 μ g/mL。

5 仪器

5.1 分光光度计。

5.2 比色皿:光径 1 cm。

6 测定步骤

6.1 工作曲线的绘制

在 6 个 25 mL 容量瓶中分别加入标准溶液(4.4) 0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL,再依次分别加入水 4.0、3.5、3.0、2.0、1.0、0 mL,然后各加入 5.0 mL MBTH 溶液(4.1),摇匀,室温反应 30 min。然后再各加入氧化剂溶液(4.2) 5.0 mL,摇匀,放置 20 min。最后用水稀释至刻度,于 620 nm 处,以水作参比液,使用 1 cm 比色皿测定其吸光度。

以甲醛的质量(μg)为横坐标,以相应的净吸光度(扣去试剂空白的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

注:操作场所应避免阳光直射。试剂空白的吸光度一般应 <0.080 。

6.2 试样测定

于 25 mL 容量瓶中称取试样 0.5~1 g 左右(精确至 0.000 2 g),加入 3.0 mL 水,以后步骤同(6.1)。

同时做一试剂空白。

7 结果的表示

7.1 计算

在工作曲线(6.1)上,根据净吸光度查出醛的质量(μg),然后按下式计算试样中醛的含量(以甲醛计):

$$w = \frac{m_1}{m} \times 10^{-4}$$

式中: w ——试样中醛的含量, %;

m_1 ——查得的醛的量, μg ;

m ——试样质量, g。

7.2 分析结果

取二次重复测定结果的算术平均值作为分析结果。二次测定结果之差应符合第 8 章精密度的规定。

8 精密度

8.1 重复性

同一操作人员使用同一台仪器,在相同的操作条件下,用正常和正确的操作方法对同一试样进行二次重复测定,其测定值之差应不大于平均值的 15%(95%置信水平)。

8.2 再现性

在任意两个不同实验室、由不同操作员,用不同仪器和设备,在不同或相同的时间内对同一试样进行测定的结果之差应不大于平均值的 20%(95%置信水平)。

注:上述精密度数值是按 GB 4471,在 1991 年 9 月由 11 个实验室参加,甲醛试样 4 个水平、乙醛试样 3 个水平的室内精密度试验(集中试验)确定的。

9 报告

报告应包括以下内容:

a. 有关试样的全部资料,例如试样的名称、批号、采样点、采样日期、时间等;

- b. 分析结果；
 - c. 测定时观察到的任何异常现象的细节及其说明；
 - d. 分析人员的姓名及分析日期等。
-

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由上海石油化工研究院负责起草。

本标准主要起草人冯钰安、庄海青、陈翠英、徐卫宗。