

中华人民共和国国家标准

GB/T 14571.4—2008

工业用乙二醇紫外透光率的测定 紫外分光光度法

Ethylene glycol for industrial use—Determination of
ultraviolet transmittance—Ultraviolet spectrophotometric method

2008-02-26 发布

2008-08-01 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

前 言

GB/T 14571 共分为四个部分：

- 第 1 部分：工业用乙二醇酸度的测定；
- 第 2 部分：工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定 气相色谱法；
- 第 3 部分：工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法；
- 第 4 部分：工业用乙二醇紫外透光率的测定 紫外分光光度法。

本部分为 GB/T 14571 的第 4 部分。

本标准修改采用 ASTM E2193—2004《乙二醇紫外透光率测定的标准试验方法 紫外分光光度法》(英文版)。本部分与 ASTM E2193—2004 的结构差异参见附录 A。本部分与 ASTM E2193—2004 的主要技术差异为：

- 未推荐使用单光束分光光度计测定乙二醇的紫外透光率；
- 补充了脱除试样中溶解氧所需的氮气流量；
- 规范性引用文件中采用现行国家标准；
- 采用了本部分自行确定的重复性限(r)；
- 增加了附录 B。

本部分的附录 B 为规范性附录，附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC63/SC4)归口。

本部分起草单位：上海石油化工研究院。

本部分主要起草人：张育红、冯钰安。

本部分为第一次发布。

工业用乙二醇紫外透光率的测定

紫外分光光度法

1 范围

本部分规定了工业用乙二醇在 200 nm~350 nm 波长范围内紫外透光率的测定方法。

本部分并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。因此,使用者有责任采取适当的安全与健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

JJG 682—1990 双光束紫外可见分光光度计检定规程

3 方法概要

将试样置于 50 mm 或 10 mm 吸收池中,以水为参比,测定其在 220 nm、275 nm 和 350 nm 处的吸光度,计算得到在 10 mm 光径下试样的紫外透光率。必要时,可通入氮气脱除试样中的溶解氧,再测定其紫外透光率。

4 试剂与材料

试剂纯度——除非另有说明,所用化学品均为分析纯。

水的纯度——除非另有说明,所用水均符合 GB/T 6682—1992 中规定的三级水的规格。

- 4.1 萘溶液(1 mg/L): 溶解 1 mg 萘于 1 000 mL 光谱纯异辛烷中。
- 4.2 氧化钬标准溶液(质量分数为 4%): 按 JJG 682—1990 中 3.12 配制。
- 4.3 氧化钬波长校准滤光片,经校准。
- 4.4 重铬酸钾标准溶液(质量分数为 0.6%): 按 JJG 682—1990 中 3.12 配制。
- 4.5 标准吸光度滤光片,经校准。
- 4.6 碘化钠(或碘化钾)溶液(10 g/L): 溶解 10 g 碘化钠(或碘化钾)于 1 L 水中。
- 4.7 杂散光滤光片。
- 4.8 氮气: 体积分数 >99.99%, 无油。
- 4.9 参比水: 吸光度符合附录 B 中 B.1 规定的实验室用水。

5 仪器

5.1 紫外分光光度计: 双光束,测定波长 200 nm~400 nm。在 220 nm 处,带宽不大于 2.0 nm,波长准确度为 ±0.5 nm,波长重复性为 ±0.3 nm。透光率大于 50% 时,透光率准确度为 ±0.5%。在 220 nm 处杂散光不大于 0.1%。配备光径分别为 50 mm ±0.1 mm 或 10 mm ±0.01 mm 的配对的石英

吸收池。

5.2 氮气吹脱装置:将无油减压阀固定在氮气钢瓶上,并通过适当材质的管线(如聚乙烯管)与流量控制阀及插入 25 mL 容量瓶中的收口玻璃管(5.5)相连。各部件需清洁、无污染。试样应避免与含有增塑剂的塑料制品接触。

5.3 试剂瓶:容量至少 500 mL,配备密封性较好的磨口瓶盖。

5.4 容量瓶:25 mL。

5.5 收口玻璃管。

6 采样

按 GB/T 6680—2003 的规定,以平缓流速采取样品,当液面与瓶口的距离少于 10 mm 时,停止采样,立即加盖保存样品。样品应避免剧烈振荡,并尽快分析。

7 仪器的准备

7.1 紫外分光光度计:根据以下步骤,按 JJG 682—1990 规定的方法,检验光度计的性能。

7.1.1 波长准确度:建议使用萘溶液(4.1),检验光度计在 220 nm 处的波长准确度。以光谱纯异辛烷为参比,用 10 mm 吸收池测定萘的最大吸收波长,测定值应在 220.6 nm \pm 0.3 nm 范围内,否则应在低于此测定值 0.6 nm 的波长处测定乙二醇试样的吸光度。

也可使用氧化钬标准溶液(4.2)或氧化钬校准滤光片(4.3)检验波长准确度,应满足 5.1 要求。

注:乙二醇的吸光度在 220 nm 附近变化较大,因此应确保光度计在 220 nm 处的波长准确性。

7.1.2 透光率准确度:用重铬酸钾标准溶液(4.4)或标准吸光度滤光片(4.5),检验光度计透光率准确度,应满足 5.1 要求。

7.1.3 杂散光:用碘化钠或碘化钾溶液(4.6),或杂散光滤光片(4.7)测定光度计在 220 nm 处的透光率(即杂散光),应满足 5.1 要求。

7.2 玻璃器皿:使用盐酸-水-甲醇溶液(1:3:4,体积比)或铬酸洗液,彻底清洗吸收池及其他玻璃器皿。

7.3 氮气吹脱装置:用氮气彻底吹扫管路。在 25 mL 容量瓶中加入 20 mL 乙二醇试样,通入氮气,考察试样在 220 nm 处的吸光度是否随着乙二醇中溶解氧的脱除而降低直到基本保持不变,以检查氮气的纯度。

8 试样预处理

8.1 通常情况下,可按第 9 章直接测定所采集的试样的吸光度。如果测定结果可疑,或试样在 220 nm 处的透光率低于规定的临界值(如产品指标),可按 8.2 要求,对试样进行预处理。

8.2 在 25 mL 容量瓶中加入约 20 mL 乙二醇试样,用一个干净的收口玻璃管(5.5)向试样底部通入氮气 15 min,具塞保存。

注:乙二醇在远紫外区 180 nm 处有一吸收峰。当试样中有溶解氧(空气)时,溶解氧与乙二醇发生缔合,导致乙二醇的吸收峰向长波方向转移,并使乙二醇在 220 nm 处的透光率降低。因此向试样中通入氮气可排除溶解氧对 220 nm 处乙二醇透光率的影响。对新鲜试样(贮存时间在三天之内)进行通氮处理时,氮气流量应大于 50 mL/min,同时以鼓泡时溶液不溅出为限。

9 分析步骤

9.1 调节光度计至最佳设置,一般采用 2.0 nm 的带宽,因为带宽太小会引起基线噪声的增大。

9.2 在两个配对的 50 mm 或 10 mm 石英吸收池中装入参比水(4.9)。将吸收池放入光度计的池架中,注意吸收池的方向,并测定在 220 nm、275 nm 和 350 nm 波长处或相关产品规格所规定的其他波长

处的吸光度。以吸光度值较高的吸收池作为样品池,另一个作为参比池,记录吸光度值作为在不同波长处吸收池的校正值。

注:对于配对的吸收池,其吸收池校正值应不大于0.01 AU。

9.3 将样品池中的水倒出,用氮气干燥。在样品池中装入待测试样,以水(4.9)为参比,测定并记录9.2中各波长处试样的吸光度值。注意池架中吸收池的方向应与9.2中的一致。进行每套测定(9.2和9.3)时应更换参比池中的水。

注:转移试样时应十分小心,以免产生气泡,影响测试结果。

9.4 倒空吸收池并用水淋洗,按7.2要求清洗吸收池,装满水贮存。

10 结果计算

10.1 使用50 mm吸收池时,按式(1)计算10 mm光径下试样在各波长处的净吸光度 A_λ :

$$A_\lambda = \frac{A_s - A_c}{5} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_s ——在相关波长处测定的试样的吸光度;

A_c ——在相关波长处吸收池的吸光度校正值。

如使用10 mm吸收池,按式(2)计算10 mm光径下试样在各波长处的净吸光度 A_λ 。

$$A_\lambda = A_s - A_c \dots\dots\dots(2)$$

10.2 按式(3)计算10 mm光径下试样在各波长处的透光率 T_λ ,数值以百分数表示。

$$T_\lambda = 10^{(2-A_\lambda)} \dots\dots\dots(3)$$

10.3 分析结果

取两次重复测定结果的算术平均值报告试样在相关波长处的透光率,按GB/T 8170—1987的规定修约,精确至0.1%。

11 重复性限(经氮气吹脱处理)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对值,不应超过表1中列出的重复性限(r),以超过重复性限(r)的情况不超过5%为前提。

表1 乙二醇紫外透光率的重复性限(经氮气吹脱处理)

波长/nm	透光率范围/%	r /%
220	75.7~89.0	1.4
275	89.0~97.1	0.5
350	98.9~99.8	0.4

12 报告

报告应包括下列内容:

- a) 有关试样的全部资料,例如试样名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等。报告中还应包括试样是否经氮气吹脱处理,吸收池光径等内容。
- b) 本部分代号。
- c) 分析结果。
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明。
- e) 分析人员的姓名及分析日期等。

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ASTM E2193—2004 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ASTM E2193—2004 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ASTM E2193—2004 章条编号对照

本部分章条编号	对应的 ASTM E2193—2004 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	6
4.1	6.5
4.2	—
4.3	6.2
4.4	6.7
4.5	6.3
4.6	6.8
4.7	6.4
4.8	6.6
4.9	—
5	5
5.1	5.1
5.2	5.2
5.3	5.3
5.4	5.4.1
5.5	5.2
6	7
7	8
7.1	8.1
7.1.1~7.1.3	8.1.1~8.1.3
7.2~7.3	8.2~8.3
8	9
8.1	4.2.2
8.2	9.1
9	10
9.1~9.4	10.1~10.4
10	11
10.1~10.2	11.1~11.2
10.3	—
11	13
第 11 章与 E2193 中 13.1.1.1~13.2.1.1 形式对应,内容不同	
12	12

附 录 B
(规范性附录)

参比水的吸光度指标及水的吸光度测试方法

B.1 参比水的吸光度指标(10 mm 光径)

见表 B.1。

表 B.1 参比水的吸光度指标(10 mm 光径)

波长/nm	300	254	210	200
吸光度/AU ≤	0.005	0.005	0.010	0.010

B.2 水的吸光度测试方法

将待测水样分别注入 10 mm 光径的石英吸收池中,在 200 nm~300 nm 波长范围内自动校正光度计基线。将样品池换成 20 mm 光径的石英吸收池,分别在 300 nm、254 nm、210 nm 和 200 nm 波长处,以 10 mm 吸收池中水样为参比,测定 20 mm 吸收池中水样的吸光度。

本部分中参比水的吸光度值应满足 B.1 的规定。

注:参比水的吸光度指标参见 Reagent chemicals, American chemical society specification, American chemical society, p686, 2002, 10th ed.。水的吸光度测试方法参见 ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use-Specification and test methods。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用乙二醇紫外透光率的测定
紫外分光光度法
GB/T 14571.4—2008

*

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

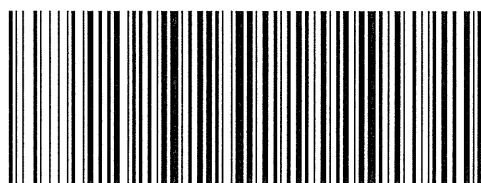
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31383



GB/T 14571.4-2008

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