



中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1746—2004

工业用异丙苯中过氧化物含量的测定 分光光度法

Cumene(Isopropylbenzene) for industrial use
—Determination of content of peroxides
—Spectrophotometric method

2004-04-09 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ASTM E299-97(2002)《有机溶剂中微量过氧化物含量测定的标准试验方法》(英文版)。

本标准根据 ASTM E299-97(2002)重新起草。

本标准与 ASTM E299-97(2002)的主要差异如下：

1. 本标准仅适用于工业用异丙苯中过氧化物含量的测定，并且规定过氧化物以过氧化氢异丙苯(CHP)计。

2. 本标准仅采用了 ASTM E299-97(2002)中低含量(活性氧 0~40 μg)测定的相关内容，但未重点推荐使用专用反应吸收池(编辑为附录 A)，并将测定范围扩展为活性氧 0~52 μg ，相当于试样中 CHP 含量为 0~145mg/kg。

3. 采用了自行确定的重复性限(r)。

4. 规范性引用文件中采用我国相应国家标准。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

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(SAC/TC63/SC4)归口。

本标准起草单位：上海石油化工研究院。

本标准主要起草人：高琼、龚璐、冯钰安。

工业用异丙苯中过氧化物含量的测定分光光度法

1 范围

- 1.1 本标准适用于工业用异丙苯中过氧化物含量的测定，测定范围以过氧化氢异丙苯(CHP)计为0~145mg/kg。
- 1.2 存在于试样中的氧化性和还原性物质将产生干扰。
- 1.3 本标准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。

注：过氧化氢异丙苯的英文名称为 Cumene Hydroperoxide，简称 CHP。

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。凡是注明日期的引用文件，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。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 3723--1999 工业用化学产品采样安全通则(idt ISO 3165:1976)
- GB/T 6680—1986 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

3 方法提要

将适量试样溶解于醋酸-氯仿混合液中，通入氮气以脱除溶液中的溶解氧。然后加入碘化钾溶液，并让此混合物在暗处反应30min，以释放出定量的碘。用分光光度计于波长410nm处测定溶液的吸光度，根据由碘测得的校准曲线查得相当的CHP的含量。

4 仪器

- 4.1 分光光度计：精度 $\pm 0.001\text{\AA}$ ，配置1cm的玻璃吸收池
- 4.2 电子天平：感量0.1mg；
- 4.3 定时器；
- 4.4 刻度量筒：容量500mL和50mL；
- 4.5 容量瓶：100mL和25mL，棕色；
- 4.6 刻度移液管：1mL和5mL。

5 试剂

- 5.1 试剂纯度：除另有注明外，均使用分析纯试剂。若使用其他级别的试剂，则以其纯度不会降低测定准确度为准。
- 5.2 水的纯度：除另有注明外，所用的水均符合GB/T 6682—1992中规定的三级水的规格。
- 5.3 醋酸-氯仿溶剂(2+1)：取2体积醋酸与1体积氯仿混和。
- 5.4 醋酸-氯仿溶剂(含约4%的水)：在按5.3制备的1L溶剂中加入40mL水。
- 5.5 碘标准贮备溶液：溶解0.1668g碘于醋酸-氯仿溶剂(5.3)中，再转移至100mL容量瓶中，并用

醋酸—氯仿溶剂(5.3)稀释至刻度。该溶液含碘 1.668mg/mL, 相当于含活性氧 105.15 μ g/mL, 或 CHP1000.2 μ g/mL。

注: CHP, μ g/mL = 活性氧, μ g/mL \times 9.5125

式中:

9.5125——将活性氧(μ g/mL)换算成 CHP(μ g/mL)的转换因子。

5.6 碘标准溶液: 移取 10mL 碘标准储备溶液(5.5)于 100mL 容量瓶中, 并用醋酸—氯仿溶剂(5.3)稀释至刻度。该溶液相当于含 CHP 100.0 μ g/mL。

5.7 碘化钾溶液(0.5g/g): 溶解碘化钾的水在使用前先用氮气鼓泡几分钟以除去水中的溶解氧: 该试剂必须在使用前新鲜制备。

5.8 氮气: 工业氮(一级品)。

6 采样

按 GB/T 3723—1999 和 GB/T 6680—1986 规定的安全和技术要求采取样品。样品应直接置于避光密闭容器中, 并尽快分析。

7 测定步骤

7.1 校准曲线的绘制

7.1.1 在六只 25mL 容量瓶中, 依次移取碘标准溶液(5.6)0.00、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00mL, 相当于含 CHP 分别为 0.0、100.0、200.0、300.0、400.0 和 500.0 μ g, 用醋酸—氯仿溶剂(5.4)稀释至刻度, 并充分摇匀。

7.1.2 使用皮下注射用注射针将氮气注入溶液鼓泡 3min, 加入 0.8mL 碘化钾溶液(5.7)继续通氮气鼓泡 3min, 具塞, 摇匀。

7.1.3 用 1cm 玻璃吸收池, 以水为参比, 于波长 410nm 处测定每一个溶液的吸光度。

7.1.4 以每一个碘标准溶液的净吸光度(扣除空白溶液的吸光度)对每 25mL 溶液中的 CHP 量(μ g)绘制校准曲线。

7.2 试样分析

7.2.1 移取异丙苯试样 4.00mL 于 25mL 容量瓶中。

7.2.2 用醋酸—氯仿溶剂(5.4)溶解, 稀释至刻度, 并充分摇匀。

7.2.3 将氮气注入溶液鼓泡 3min, 加入 0.8mL 碘化钾溶液(5.7), 并继续通氮气鼓泡 3min。具塞, 摇匀, 在暗处放置 30min。

7.2.4 用 1cm 玻璃吸收池, 以水为参比, 于波长 410nm 处, 测定溶液的吸光度。

7.2.5 同时按 7.2.2~7.2.4 步骤, 做一空白。

7.2.6 根据试样的净吸光度, 在校准曲线上查得 25mL 溶液中的 CHP 量(μ g)。

注: 氮气流量一般需大于 80mL/min, 同时以鼓泡时溶液不溅出为限, 鼓泡时间可用定时器控制; 测定溶液的吸光度时已无氮气保护, 为减少空气中氧的影响, 应迅速操作, 以仪器刚显示的稳定读数为准, 同时尽量使每个溶液转移到吸收池的时间保持一致。

8 结果计算

试样中 CHP 的质量分数 W , 数值以 mg/kg 表示, 按下列公式计算:

$$W = \frac{m}{V \times \rho}$$

式中:

m ——由校准曲线查得的 CHP 的量, μ g;

ρ ——异丙苯试样的密度, g/mL;

V ——异丙苯试样的取样量，mL。

9 报告

分析结果的数值，按 GB/T 8170—1987 的规定进行修约，精确至 0.1mg/kg，并以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。

10 精密度

10.1 重复性

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，不应超过下列重复性限(r)，以超过重复性限(r)的情况不超过 5% 为前提。

CHP 含量/mg/kg	r
≤ 10	为其平均值的 30%
$> 10 \sim \leq 50$	为其平均值的 20%
> 50	为其平均值的 10%

附录 A
(规范性附录)
使用专用反应吸收池的测定步骤

A1 专用反应吸收池规格

专用反应吸收池规格如图 1 所示，分光光度计试样室及池架均需作相应变更。

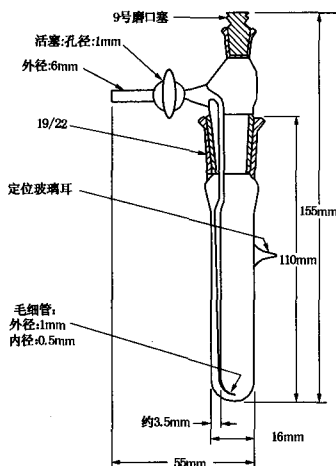


图 1 专用反应吸收池

A2 测定步骤**A2.1 校准曲线的绘制**

A2.1.1 在六只 25mL 容量瓶中，依次移取碘标准溶液(5.6) 0.00、0.75、1.50、2.25、3.00 和 3.75mL，相当于含 CHP 分别为 0.0、75.0、150.0、225.0、300.0 和 375.0 μ g，用醋酸-氯仿溶剂(5.4) 稀释至刻度，并充分摇匀。

A2.1.2 分别从每个标准溶液中取出部分溶液至专用反应吸收池中，让氮气从一边的支管进入鼓泡 3min。

A2.1.3 加 5 滴新鲜制备的经脱气的碘化钾溶液(5.7)，松松的盖上塞子，继续再通氮气鼓泡 3min。

A2.1.4 盖紧塞子，关闭进气管上的活塞，使溶液保持轻微的氮气正压。

A2.1.5 以另一个配对的专用反应吸收池中所盛的水为参比，于波长 410nm 处测定每一个标准溶液的吸光度。

A2.1.6 同 7.1.4。

A3 试样分析

A3.1 按 7.2.1、7.2.2 步骤配制试样溶液。

A3.2 从试样溶液中取出部分溶液至专用反应吸收池中，让氮气从一边的支管进入鼓泡 3min，然后按 A2.1.3、A2.1.4 步骤操作，并让试样在暗处放置 30min。

A3.3 按 A2.1.5 步骤所述测定试样溶液的吸光度。

A3.4 同时做一空白。

A3.5 同 7.2.6。
