

中国国家标准汇编

165

GB 13097~13168

中国标准出版社

1993

(京)新登字 023 号

中国国家标准汇编

165

GB 13097~13168

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 49¼ 插页 4 字数 1564 千字

1994 年 4 月第一版 1994 年 4 月第一次印刷

*

印数 1—	5000 [精]	定价	45.00 元 [精]
	1000 [平]		40.00 元 [平]

ISBN7-5066-0858- 8/TB · 348 [精]

ISBN7-5066-0859- 6/TB · 349 [平]

*

标目 234—17 [精]
234—18 [平]



出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 165 分册,收入了国家标准 GB 13097~13168 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1993 年 9 月

目 录

GB 13097—91	工业环氧氯丙烷	(1)
GB 13098—91	工业环氧乙烷	(9)
GB 13099—91	番茄酱罐头卫生标准	(16)
GB 13100—91	肉类罐头食品卫生标准	(18)
GB 13101—91	西式蒸煮、烟熏火腿卫生标准	(20)
GB 13102—91	食品工业用甜炼乳卫生标准	(23)
GB 13103—91	色拉油卫生标准	(25)
GB 13104—91	白糖卫生标准	(27)
GB 13105—91	食品中硒限量卫生标准	(29)
GB 13106—91	食品中锌限量卫生标准	(32)
GB 13107—91	植物性食品中稀土限量卫生标准	(33)
GB 13108—91	植物性食品中稀土的测定方法	(35)
GB 13109—91	蜂蜜中四环素族抗生素残留量卫生标准	(38)
GB 13110—91	蜂蜜中四环素族抗生素残留量的测定方法	(39)
GB 13111—91	谷物和大豆中赭曲霉毒素 A 的测定方法	(43)
GB 13112—91	食品中环己基氨基磺酸钠的测定方法	(47)
GB 13113—91	食品容器及包装材料用聚对苯二甲酸乙二醇酯成型品卫生标准	(53)
GB 13114—91	食品容器及包装材料用聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂卫生标准	(55)
GB 13115—91	食品容器及包装材料用不饱和聚酯树脂及其玻璃钢制品卫生标准	(57)
GB 13116—91	食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂卫生标准	(59)
GB 13117—91	食品容器及包装材料用不饱和聚酯树脂及其玻璃钢制品卫生标准分析 方法	(61)
GB 13118—91	食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂卫生标准的分析方法	(65)
GB 13119—91	食品包装用发泡聚苯乙烯成型品卫生标准的分析方法	(67)
GB 13120—91	食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定方法	(70)
GB 13121—91	陶瓷食具容器卫生标准	(72)
GB 13122—91	面粉厂卫生规范	(73)
GB 13123—91	竹编胶合板	(76)
GB 13124—91	竹编胶合板试验方法	(82)
GB/T 13125—91	机械工业产品湿热带防护包装方法通则	(90)
GB/T 13126—91	机械工业产品湿热带防护包装通用技术条件	(103)
GB 13127—91	汉字智能用户电报在公用电信网上的互通技术条件——终端设备	(115)
GB 13128—91	汉字智能用户电报在公用电信网上的互通技术条件——字符总表和编码字 符集	(132)
GB 13129—91	汉字智能用户电报在公用电信网上的互通技术条件——控制规程	(170)
GB 13130—91	汉字智能用户电报在公用电信网上的互通技术条件——运输服务	(341)
GB 13133—91	数据通信 DTE 提供定时的使用 X.24 互换电路的 DTE 到 DTE 物理 连接	(370)
GB 13134—91	信息交换用彝文编码字符集	(374)

GB 13135—91	信息交换用彝文字符 15×16 点阵字模集及数据集	(385)
GB 13136—91	市话用户环路载波设备技术条件	(397)
GB 13137—91	2.6/9.5mm 综合中同轴电缆高频四芯组或高频线对 12 路载波电话 终端设备技术条件	(410)
GB 13138—91	自整角机通用技术条件	(422)
GB 13139—91	磁滞同步电动机通用技术条件	(449)
GB 13140.1—91	家用或类似用途的固定电气装置的连接器件通用要求	(463)
GB 13141—91	书目信息交换用希腊字母编码字符集	(480)
GB 13142—91	书目信息交换用拉丁字母代码字符扩充集	(485)
GB 13143—91	情报与文献工作词汇传统文献	(493)
GB 13144—91	包装容器 竹胶合板箱	(505)
GB/T 13145—91	机械式冷藏集装箱堆场技术管理要求	(522)
GB/T 13146—91	气垫船术语	(529)
GB/T 13147—91	铜及铜合金复合钢板焊接技术条件	(557)
GB/T 13148—91	不锈钢复合钢板焊接技术条件	(567)
GB/T 13149—91	钛及钛合金复合钢板焊接技术条件	(575)
GB 13150—91	100A 以上环境或管壳额定双向三极晶闸管空白详细规范	(599)
GB 13151—91	100A 以上环境或管壳额定反向阻断三极晶闸管空白详细规范	(609)
GB 13152—91	5A/5A 以上环境或管壳额定逆导三极晶闸管空白详细规范	(620)
GB 13153—91	5A 以上环境或管壳额定可关断晶闸管空白详细规范	(631)
GB 13154—91	电视用彩色电影拷贝和幻灯片的密度规范	(642)
GB/T 13155—91	70mm 电影涂磁发行拷贝上磁性声迹的录音频率响应特性	(645)
GB/T 13156—91	电影院观众厅建筑声学的技术要求	(648)
GB/T 13157—91	35mm 影片光学声迹的还音电声频率响应特性	(651)
GB 13158—91	数字交换机的时钟和同步设备进入数字网的兼容性测试方法	(659)
GB 13159—91	数字微波接力通信系统进网技术要求	(669)
GB 13160—91	轻水堆核电厂辐射屏蔽检测大纲	(685)
GB/T 13161—91	直读式个人 X 和 γ 辐射剂量当量和剂量当量率监测仪	(694)
GB/T 13162—91	环境中气载放射性碘监测设备	(713)
GB/T 13163—91	氦及氦子体测量仪与监测仪一般要求	(729)
GB/T 13164—91	埋弧焊机	(741)
GB/T 13165—91	电弧焊机噪声测定方法	(753)
GB/T 13166—91	电子测量仪器设计余量与模拟误用试验	(762)
GB 13167—91	长途光缆通信系统进网要求	(764)
GB 13168—91	标准 2.6/9.5mm 同轴线对上 8MHz(1800 路)载波通信系统总技术要求	(774)

中华人民共和国国家标准

GB 13097-91

工业环氧氯丙烷

Epichlorohydrin for industrial use

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业环氧氯丙烷(代号:ECH)的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于由丙烯经高温氯化、环化、精馏而制得的工业环氧氯丙烷。

本标准不适用于以甘油为原料制得的工业环氧氯丙烷。

分子式: C_3H_5OCl

结构式: $\begin{array}{c} CH_2-CH-CH_2Cl \\ \diagup \quad \diagdown \\ \quad \quad O \end{array}$

相对分子质量: 92.525(按 1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 2366 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法

GB 3143 液体化学产品颜色测定法

GB 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 6678 化工产品采样总则

3 技术要求

3.1 外观: 透明、无机械杂质的液体。

3.2 工业环氧氯丙烷应符合表 1 所规定的质量规格。

表 1

指 标 名 称	指 标		
	优级品	一级品	合格品
色度(铂-钴号) $\leq$	15	25	40
水分, % $\leq$	0.1	0.3	0.5
环氧氯丙烷含量, % $\geq$	99.5	98.0	96.5
密度(20℃), g/cm ³	1.180~1.183	1.180~1.184	1.179~1.186

4 试验方法

本标准试验方法中所用试剂和水, 在没有注明其他要求时均使用现行国家标准或行业标准分析纯

国家技术监督局 1991-07-15 批准

1992-07-01 实施

试剂和蒸馏水或去离子水。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 取两次平行测定的算术平均值为结果。

允许差:两次测定值之差,优级品不大于 2 个色度号,一级品、合格品不大于 5 个色度号。

4.2 水分的测定

4.2.1 仪器

热导气相色谱仪(氢气作载气时,对苯的灵敏度 $S \geq 1\,000\text{ mV} \cdot \text{cm}^3/\text{mg}$)。

4.2.1.1 色谱柱

长 2 m、内径 3~4 mm 内抛光不锈钢柱。

4.2.1.2 固定相

上试有机担体 408 或 GDX-105 60~80 目(0.25 mm~0.18 mm)。

4.2.1.3 操作条件

检测室温度:180℃;

柱室温度:140℃;

汽化温度:250℃;

载气:氢气;

流速:70 cm³/min。

装柱后先在 110℃ 老化 2 h 后,升至 160℃ 老化 24 h 使用。

4.2.1.4 水平衡溶液标准样

产品含水量不大于 0.1% 时,按 GB 2366 中 5.2.1 方法配制;当产品含水量大于 0.1% 时,按 GB 2366 中 5.2.2 方法配制,此时底液用丙酮。

4.2.2 测定步骤

待仪器稳定后,进 10 μL 水平衡溶液(4.2.1.4),同时测定其温度。然后进样品 10 μL,记录试料和标样色谱图,测量其水峰峰高或峰面积。

水分色谱图见图 1。

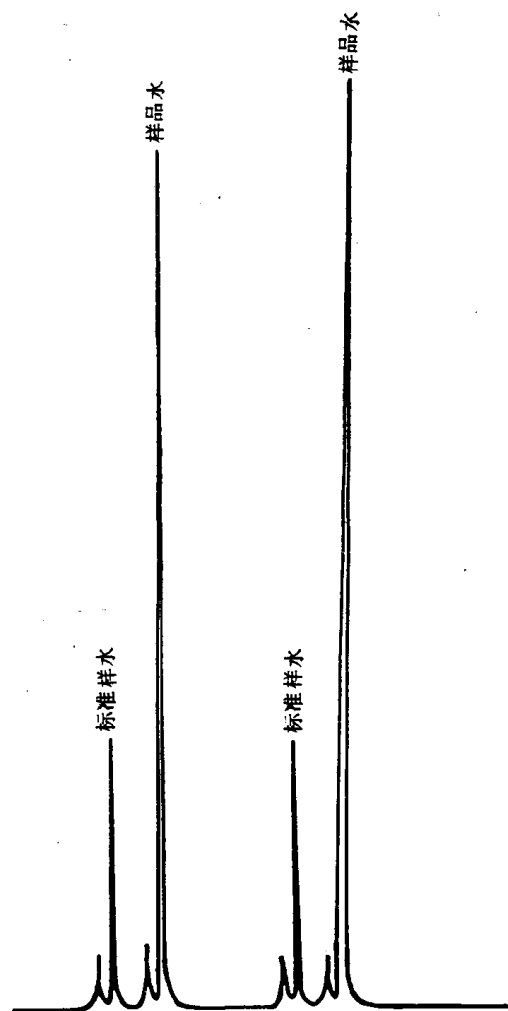


图 1 工业环氧氯丙烷水分谱图

4.2.3 计算方法

工业环氧氯丙烷水的质量百分含量 (m_{H_2O}) 按式(1)计算:

$$m_{H_2O} = \frac{V_s \cdot \rho_s \cdot h(A) \cdot m_s}{V \cdot \rho \cdot h_s(A_s)} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_{H_2O} —— 试料中水的质量百分含量, %;

V_s —— 标准水样进样量, μL ;

ρ_s —— 配标准水样的有机溶剂密度(苯: 20°C , 0.879 g/cm^3), g/cm^3 ;

$h(A)$ —— 试料(ECH)水峰高, mm (A —— 试料水峰面积, mm^2);

m_s —— 所用标准水样的水的质量百分含量, %;

V —— 试料进样量, μL ;

ρ —— 试料的密度, g/cm^3 ;

$h_s(A_s)$ ——标准水样的水峰高, mm (A_s ——标准水样的水峰面积, mm²)。

测定结果:取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.2.4 允许差

两次测定值之差不大于 0.01%。

4.3 环氧氯丙烷含量的测定

4.3.1 试剂

- 4.3.1.1 3-氯丙烯:色谱纯;
- 4.3.1.2 三氯甲烷:色谱纯;
- 4.3.1.3 1,2-二氯丙烷:色谱纯;
- 4.3.1.4 环氧氯丙烷:色谱纯;
- 4.3.1.5 1,2,3-三氯丙烷:色谱纯;
- 4.3.1.6 1,3-二氯丙醇:色谱纯;
- 4.3.1.7 2,3-二氯丙醇:色谱纯;
- 4.3.1.8 三氯甲烷:分析纯;
- 4.3.1.9 聚乙二醇丁二酸酯:色谱固定液;
- 4.3.1.10 275 硅油:色谱固定液;
- 4.3.1.11 酸洗 201 红色担体:60~80 目(0.25 mm~0.18 mm)。

4.3.2 仪器和设备

4.3.2.1 气相色谱仪

热导检测器:氢气作载气时,对苯的灵敏度 $S \geq 1\,000\text{ mV} \cdot \text{cm}^3/\text{mg}$ 。

仪器稳定性:在操作条件不变的情况下,仪器连续运行 8 h,前、后色谱峰的保留时间的变化差值不得大于 0.1 min,且基线波动小于 $\pm 0.1\%$ 。

4.3.2.2 记录器

记录仪或色谱数据处理机。

4.3.2.3 进样器

微量注射器:10 μL 。

4.3.2.4 色谱柱

长 3 m,内径 3~4 mm 不锈钢柱或玻璃柱清洗干净备用。

柱填料:

- a. 275 硅油:聚乙二醇丁二酸酯:酸洗 201 红色担体 = 3 : 10 : 100。
- b. 色谱柱的制备:

按固定液与担体的配比称取一定量的 275 硅油、聚乙二醇丁二酸酯、酸洗 201 红色担体。将聚乙二醇丁二酸酯、275 硅油溶解于体积略大于担体体积的三氯甲烷(4.3.1.8)中,然后把酸洗 201 红色载体倾入其中混匀,于 45℃ 以下,轻轻摇动烧杯,让溶剂均匀挥发,待其中所有溶剂完全挥发后即涂渍完毕。

注意:在涂渍过程中切不可在高温下烘烤。

c. 色谱柱填充与活化:

涂渍好固定液的担体采用泵抽装柱法把担体装入色谱柱内,然后在高于使用柱室温 10~15℃ 下,通载气流速控制在 30 cm³/min,活化 8~16 h 即可使用。

d. 色谱操作条件:

柱室温度:140℃;

检测室温度:180℃;

汽化室温度:250℃;

载气:氢气,经分子筛净化干燥;

流速: $75\text{cm}^3/\text{min}$;

桥流: 200 mA (或桥温 200°C);

纸速: 600 mm/h ;

进样量: $2\text{ }\mu\text{L}$ 。

4.3.3 分析步骤

仪器操作按说明书进行, 仪器操作条件按(4.3.4)设置, 仪器基线稳定后即可进样。当各组分全部流出后测量各组分的峰面积或峰高。

工业环氧氯丙烷色谱图见图2, 组分名称及校正因子见表2。



图2 工业环氧氯丙烷色谱图

表 2

出峰顺序	色谱峰名称	代号或分子式	沸点,℃	校正因子
1	空气			f_{AC}
2	2-氯丙烯	2-e	28.5	
3	1-氯丙烯	1-e	37.0	
4	3-氯丙烯	3-AC	45.0	
5	未知 1	—	—	
6	三氯甲烷	CHCl ₃	61.2	f_{CH_3Cl}
7	未知 2	—	—	
8	1,2-二氯丙烷	1,2-Da	96.0	$f_{1,2-Da}$
	1,2-二氯丙烯	1,2-De	77.0	
9	2,3-二氯丙烯	2,3-De	93.8	
10	1,3-二氯丙烯	1,3-De	—	
11	1,2,2-三氯丙烷	1,2,2-Ta	123.5	f_{ECH}
12	环氧氯丙烷	ECH	118	
13	1-氯丙醇-2	3-CPL-2	126	
14	2-氯乙醇	C ₂ H ₅ OCl	128	
15	3-氯丙醇-1	3-CPL-1	161	f_{TCP}
16	3-氯丙烯醇	C ₃ H ₅ OCl	151	
17	1,2,3-三氯丙烷	TCP	156	
18	未知 3	—	—	
19	未知 4			
20	1,3-二氯丙醇	1,3-DCH	175	$f_{1,3-DCH}$
21	2,3-二氯丙醇	2,3-DCH	182	$f_{2,3-DCH}$

4.3.4 定量计算

环氧氯丙烷含量按式(2)计算:

$$m_{ECH} = (1 - m_{H_2O}) \times \frac{A_{ECH}(h_{ECH}) \cdot f_{ECH}}{\sum A_i(h_i) \cdot f_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_{ECH} —— 试料中环氧氯丙烷质量百分含量; m_{H_2O} —— 试料中水分质量百分含量(见 4.2.3); A_{ECH} —— 环氧氯丙烷组分的峰面积, mm²; h_{ECH} —— 环氧氯丙烷组分的峰高, mm; f_{ECH} —— 环氧氯丙烷组分的相对校正因子; A_i —— 试料某组分的峰面积, mm²; h_i —— 试料某组分的峰高, mm;

f_i ——试料某组分的相对校正因子。

测定结果:取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.3.5 允许差

两次测定值之差不大于 0.2%。

4.4 密度的测定 密度计法

按 GB 4472 中第 2.3.3 条测定液体化工产品密度的方法。取两次平行测定的算术平均值为结果。

允许差:两次测定值之差不大于 0.001 g/cm³。

5 检验规则

5.1 工业环氧氯丙烷应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每一批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书。内容包括:生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、产品质量和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的产品质量进行验收。

5.3 取样方法

检验工业环氧氯丙烷取样桶数按 GB 6678 进行。取样时用一根直径 10 mm 的玻璃管自桶上、中、下部位取样,将采集到的各份样倒在一起,仔细混匀后,再缩分减到 1 000 mL,平均分成两份,放入清洁干燥的聚乙烯瓶或玻璃瓶中,并盖紧密闭,贴上标签,标签上应写明:产品名称、批号、取样日期,一份进行检验,一份保存三个月备查。

5.4 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍数量的包装桶中取样进行复验。复验结果即使有一项指标不符合本标准要求,则整批产品判定不合格。

5.5 环氧氯丙烷的贮存期从生产日计算起为半年。超过贮存期,出厂前应按本标准的要求进行复验,复验合格方能出厂。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,应在需方收到货后一个月内提出仲裁。仲裁单位可由双方协议选定,并按照本标准的规定进行检验。

6 标志、包装、贮存和运输

6.1 标志

包装容器上应涂刷牢固的标签,其内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、本标准号、商标、产品净重和有毒标志。

6.2 包装

工业环氧氯丙烷应用干燥、清洁及牢固的镀锌铁桶包装(或用其他保证质量的容器包装)。每桶净重 200 kg,各种容器的装入量不应超过容积的 90%。

6.3 贮存

工业环氧氯丙烷应贮存在干燥、通风、温度保持在 40℃ 以下、防火、防爆的,并符合贮存毒品和危险品要求的仓库内。

6.4 运输

工业环氧氯丙烷可用火车、汽车装运。装卸及运输时应防止猛烈撞击,防止日晒雨淋,并应符合运输部门的要求。

7 采样安全要求

工业环氧氯丙烷的采样按 GB 3723 执行。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院技术归口。

本标准由岳阳石油化工总厂环氧树脂厂负责起草。

本标准主要起草人陈盛信、周建宏、张美华。

自本标准实施之日起,原化学工业部部标准 HG 2—1379—80《工业环氧氯丙烷》作废。

本标准参照采用苏联国家标准 ГОСТ 12844—74《工业环氧氯丙烷(表氯醇)》。

中华人民共和国国家标准

工业环氧乙烷

GB 13098—91

Ethylene oxide for industrial use

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用环氧乙烷的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于乙烯直接氧化法及氯醇法制取的环氧乙烷。本产品主要用作合成助剂、医药、化学纤维、染料中间体等。

分子式： C_2H_4O

相对分子质量：44.05(按1987年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

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 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

工业用环氧乙烷的技术指标应符合下表的规定：

指标名称	指标		
	优等品	一等品	合格品
外观	无色透明、无机械杂质		透明、无机械杂质
含量, % $\geq$	99.0	98.0	97.0
总醛(以乙醛计), % $\leq$	0.01	0.10	0.25
水分, % $\leq$	0.01	0.10	0.20
酸度(以乙酸计), % $\leq$	0.002	0.010	0.015
无机氯 ¹⁾ (以HCl计), % $\leq$	不存在	0.010	—

注：1) 无机氯测定适用于氯醇法制备的环氧乙烷。

国家技术监督局1991-07-15批准

1992-07-01实施

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,只使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水;基准物应采用基准试剂。所述溶液除特殊规定外,一般均指水溶液。

4.1 外观

于 100 mL 具塞无色透明比色管中,加入试管容积的三分之二的试料,在日光灯或日光下透视观察。

4.2 环氧乙烷含量测定

4.2.1 原理

于饱和氯化镁溶液的介质中,环氧乙烷与硫酸进行定量开环加成反应,以溴甲酚紫为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量硫酸以计算环氧乙烷含量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.2.2.2 氯化镁饱和溶液。

4.2.2.3 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 。

4.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.25\text{ mol/L}$ 。

4.2.2.5 溴甲酚紫指示剂溶液:2 g/L 的溴甲酚紫乙醇溶液。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 一般实验室仪器。

4.2.3.2 安培球:直径 18~22 mm、细颈长 50 mm。

4.2.4 分析步骤

于 500 mL 具塞磨口锥形瓶中,称取氯化镁 100 g,并加入 85 mL 氯化镁饱和溶液和准确加入 20.0 mL 硫酸溶液,于冰浴中冷却至 1℃ 以下。

另取一已知重量的安培球于丙酮-干冰浴中冷却,吸取 0.50~0.89 g (或用注射器注入 0.60~1.0 mL) 环氧乙烷试料[20 mL $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 的硫酸溶液相当于 0.89 g 的 99% 的环氧乙烷,若硫酸溶液浓度低于 1 mol/L 或试料量超过 0.89 g,则需相应增加酸量或氯化镁的量],然后将安培球细颈末端用火封口,自丙酮-干冰浴中取出安培球,并用滤纸擦干,置干燥器内升至室温后称量(精确至 0.000 2 g)。再将其置于上述冷却至 1℃ 以下的具塞磨口锥形瓶中(勿使小球碰破),盖紧瓶塞(瓶塞上可涂些油脂,使其润滑密封)。稍冷后,包上毛巾,压紧瓶塞,摇破小球,继续摇动 15 min,使其充分反应。如果安培球细颈未完全碰碎,可用搅拌棒将其捣碎,加入溴甲酚紫指示剂 0.5 mL,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈紫色为终点,同时做空白试验。

空白试验滴定时,先用移液管加入 50.0 mL 氢氧化钠标准滴定溶液中和部分硫酸溶液,再加入溴甲酚紫指示剂,继续滴至终点。

4.2.5 结果计算

环氧乙烷的百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(50 + V_0 - V_1)c_1 \times 0.044\ 05}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:50+ V_0 ——滴定空白时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

V_1 ——滴定试料时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试料量, g;

0.044 05——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的,以克表示的环氧乙烷的质量。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

4.2.6 允许差

平行测定两次结果的差值不大于0.4%。

4.3 总醛测定

4.3.1 原理

当溶液的pH值3~4时,亚硫酸氢钠与醛反应形成 α -羟基磺酸,用碘溶液滴定未反应的亚硫酸氢钠。加入硫酸氢钠后,改变溶液pH值,使与醛反应的亚硫酸氢根释放出来,再用碘标准滴定溶液滴定释放的亚硫酸氢根,以计算试料中总醛百分含量,以乙醛计。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 无水乙醇。

4.3.2.2 碳酸氢钠。

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

4.3.2.4 亚硫酸氢钠溶液: $c(\frac{1}{2}\text{NaHSO}_3)=0.10 \text{ mol/L}$ 。

将5 g 亚硫酸氢钠溶于少量水中,加入50 mL 无水乙醇并移置1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。然后用硫酸溶液调整其pH值至3.5(用pH计测定),每次使用前须进行pH值测定。若溶液的pH值低于3.0,则此溶液不能使用,应重新配制。

4.3.2.5 亚硫酸氢钠溶液: $c(\frac{1}{2}\text{NaHSO}_3)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

用亚硫酸氢钠溶液(4.3.2.4)于使用前稀释,并调节pH值至3.5。

4.3.2.6 碘标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.7 碘标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.8 淀粉指示剂溶液:5 g/L 的淀粉溶液。

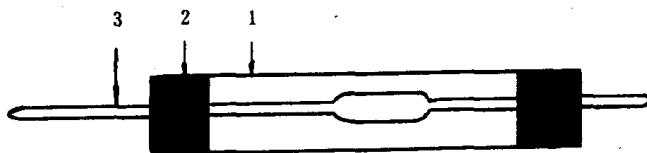
4.3.3 仪器

4.3.3.1 一般实验室仪器。

4.3.3.2 微量滴定管:满刻度3 mL,分刻度0.02 mL。

4.3.3.3 夹套移液管:5 mL。

于5 mL 移液管外装一玻璃套管,套管两端可用橡皮塞塞住。使用时,夹套管中装入冰盐水。装置见下图。



1—玻璃套管;2—橡皮塞;3—移液管

4.3.4 分析步骤

用移液管吸取25.0 mL 的亚硫酸氢钠溶液置于内盛50 mL 水的具塞磨口锥形瓶中,并于冰浴中冷却至0~4℃,然后用夹套管中加入冰盐水冷却的移液管(4.3.3.3)吸取5.0 mL 的环氧乙烷试料,盖紧