

合成乙醇与合成橡胶生产的物料分析

化学工

Q333

苏联化学工业部
合成橡胶管理局技术情报宣传处
列别捷夫院士全苏合成橡胶科学研究所

合成乙醇与合成橡胶生产的 物料分析

(内部资料·注意保密)

化学工业出版社

蘇联化学工业部

合成橡胶管理局技术情报宣傳处
列別捷夫院士全苏合成橡胶科学研究所

合成乙醇与合成橡胶生产 的物料分析

化学工业出版社

本书主要叙述以水合乙烯法生产合成乙醇的产物，用乙醇制备丁二烯， α -甲基苯乙烯和苯乙烯，以及丁二烯橡胶、丁苯橡胶、丁二烯- α -甲基苯乙烯橡胶和腈橡胶等等分析法，其中包括各种生产混合物中的气体分析，丁二烯、苯乙烯、 α -甲基苯乙烯、醇类、乙醛、乙醚等等的测定。

本书可供合成橡胶与合成乙醇生产检验部门工作的实验员、技术员和化学工作者的参考，亦可供科学研究工作与其他类似的化工生产部门的参考。

本书由沈阳市地方国营新生企业公司化工试验所翻译组译出。

Министерство химической промышленности СССР
Управление СК—ОБТИИ

Всесоюзный научно-исследовательский институт синтетического
каучука им. акад. С. В. ЛЕБЕДЕВА
(ВНИИСК)

АНАЛИЗ
ПРОДУКТОВ ПРОИЗВОДСТВА
СИНТЕТИЧЕСКОГО ЭТИЛОВОГО СПИРТА
И СИНТЕТИЧЕСКИХ КАУЧУКОВ
ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА·1957)

合成乙醇与合成橡胶生产的物料分析
书号：(内)171 定价：3.10

化学工业出版社(北京安定门外和平北路)出版

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号
化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1959年第1版 1959年9月第1版第1次印刷
开本：787×1092·1/16 字数：480千字

印张：20 $\frac{2}{16}$ 印数：1—3000

序 言

本手册中叙述了目前用于检验下列生产的分析方法：

- (1) 用乙烯制备合成乙醇；
- (2) 用乙醇制备丁二烯；
- (3) 制备苯乙烯和 α -甲基苯乙烯；
- (4) 制备丁二烯橡胶和乳液橡胶。

此外，在本手册中还包括了一篇共同部分，其中叙述了采取试样的方法和用以鉴定各种生产物料的一般分析方法(如测定比重、气体分析等等)。

本手册中所载的大部分方法均在全苏合成橡胶科学研究所或在合成橡胶厂中央实验室加以制定、确定和验证。仅有少数方法取自外国工厂的实际工作。

作为本书第三篇的基础的是1950年出版的 А.И. Гуляева, В.ф. Поликарпова, З.К. Ремиз 《Анализ продуктов производства дивинила из этилового спирта по способу С.В. Лебедева》(А.И. 古利亚耶娃, В.ф. 波利卡尔波娃, З.К. 列米兹“列别捷夫法用乙醇制造丁二烯生产物料分析”)；但由于制定了新的更完善的方法，以及确定了在检验中所用的方法，乃对该篇作了很大的修改。

为了便于使用本手册，对所叙述的方法均按顺序编以号码。

随着时间的进展，对大部分方法均作了多次的改变和确定，因此不一定能列出各个方法的作者姓名。

在编写本手册时，合成橡胶厂中央实验室工作人员：列别捷娃(Ю.И. Лебедева)，卡库什金娜(А.П. Какушкина)，穆罗姆策娃(Е.К. Муромцева)，别烈哥芙斯卡娅(М.Г. Берг-овская)，鲁迪(Э.Х. Рудь)，安东诺娃(А.А. Антонова)等给予了协助，特此致谢。

目 录

序言	7
----------	---

第一篇 一般方法

試 样 的 采 取

总則	8
常用指示剂及其配制方法	12

比 重

概論	14
1. 用液体比重計測定比重	14
2. 用比重瓶測定比重	15
3. 用称量法測定 1 升气体的重量	17
4. 根据分析数据用計算法測定 1 升气体的重量	20

气 体 分 析

概論	22
5. 用韓培里气体分析器分析气体	25
6. 用奥尔斯气体分析器进行的气体分析	28
7. 用赫里斯提安森蒸馏柱的分馏法測定气体混合物的組成	32

第二篇 合成乙醇生产的物料分析

原料和中间产物的分析

8. 热解气体中所含硫化氢的測定	35
9. 含不飽和碳氢化合物、二氧化碳、二硫化碳的气体中所含乙醚的測定	37
10. 乙烯中所含丙烯的測定	37
11. 硫酸浓度的測定	39
12. 硫酸和亚硫酸混合物所含各該組分的測定	40
13. 废碱液所含苛性鈉、亚硫酸鈉和硫酸鈉的測定	41
14. 硫酸总含量的測定及其在乙撑二硫酸提取物中的分布	42
15. 乙撑二硫酸提取物中所含乙醚和乙醇的測定	43
16. 硫酸溶液中所含硫的測定	45
17. 索拉油中所含碳氢化合物的測定	46

成 品 的 分 析

18. 精馏乙醇的定性試驗	47
19. 乙醇中所含异丙醇的測定	47
20. 乙醇酸性的測定	49

21. 乙醇中所含酯的測定	50
22. 乙醇和乙醚中干剩余物的測定	51
23. 乙醚中所含高沸产物的測定	51

第三篇 按列別捷夫法用乙醇制造丁二烯时的生产物料的分析

丁二烯的測定

概論	53
24. 用溴化法測定气体中的丁二烯	55
25. 用米哈列夫丁二烯分析器測定气体中的丁二烯	59
26. 用索斯宁气体分析器測定气体中的丁二烯	62
27. 用氯化法測定丁二烯和丁烯混合物中的丁二烯	67
28. 粗制丁二烯中丁二烯的測定	72
29. 中間产物和副产物中丁二烯的測定	75
30. 少量丁二烯的比色測定	78

精餾丁二烯的分析

31. 精餾丁二烯中丁二烯的測定	79
32. 精餾丁二烯中剩余物的測定	80
33. 用二氯化三錳測定精餾丁二烯中所含的水	84
34. 用冷冻法視覚測定精餾丁二烯中所含的水	85
35. 按蒸气压測定精餾丁二烯和均丁烯凝結物中所含低沸点(易揮发的)碳氢化合物	86
36. 精餾丁二烯和粗制丁二烯中所含二氧化碳的測定	89
37. 用試驗聚合法測定精餾丁二烯的活性	90

乙醇的測定

概論	91
38. 醇-水产物中少量(2%以下)甲醇的比色測定法	92
39. 用氧化法測定醇-水混合物中的甲醇	93
✓ 40. 用甲酸酯化法測定乙醇和甲醇	95
41. 用先除去杂质后蒸餾的方法測定乙醇	101
42. 按照比重并加入杂质修正数測定乙醇	104
43. 用重鉻酸鉀氧化法測定精餾丁二烯、碳氢化合物餾份和工业乙醚中的乙醇	108
44. 用重鉻酸鉀氧化法測定杂醇水中的乙醇	110
45. 生产气体中乙醇蒸气的測定	114
46. 高級醇水层中所含乙醇和高級醇的測定	116
47. 用分餾法在装有等温冷却器的分餾柱上測定粗制高級醇和泡沫反应物中的乙醇和丁醇	117
48. 醇-水混合物中少量高級醇的測定	121
49. 丁醇和其他醇类产物中羟值的測定	123

乙醛、乙醚和不溶性碳氢化合物的測定

概論	124
50. 用羧胺盐測定乙醛	125

61. 醇-水混合物和工业三聚乙醛中三聚乙醛和乙醛的综合测定	128
62. 用亚硫酸钠测定乙醛	129
63. 气体中乙醛的测定	131
64. 乙醛缩二乙醇和乙醛在醇-水混合物中共同存在时的测定	132
65. 用丁二烯提取法在再生乙醇和配合料中测定不溶性碳氢化合物	133
66. 合成橡胶生产中各种产物的乙醚和不溶性碳氢化合物的测定	134
67. 醇-水混合物中乙醚的测定	136
68. 用氧化法测定乙醚水和杂醇水中的乙醚	137
69. 用氧化法测定醇-水凝液中的乙醚	139
70. 用溴化钾-溴酸钾法测定液体产物(工业乙醚和丁醇)中的不饱和化合物	140
71. 用重量法测定在 50°C 以下沸腾的碳氢化合物馏份中的二烯烃	142
72. 用滴定法测定在 50°C 以上沸腾的碳氢化合物馏份中的二烯烃	144

水的测定

63. 用二氯化三镁测定醇-水产物中的水	145
64. 用碳化钙测定不含挥发性物质产物中的水	148
65. 用溶剂蒸馏法测定水	149
66. 粉状物质中水分的测定	150
67. 用二氯化三镁测定气体中的水分	151
68. 惰性气体(空气和氮)中水分的测定	153

接触釜工作的检验

69. 分解乙醇的平衡实验	154
70. 乙醚水合过程的平衡实验	164

聚二烯和发动机燃料的分析

71. 聚二烯粘度的测定	168
72. 敞口坩埚中闪点的测定	170
73. 聚二烯中易挥发物的测定	171
74. 聚二烯中灰分的测定	171
75. 发动机燃料中树脂的测定	172

其他分析

76. 金属钠中钾的测定	173
77. 钠的氧化物和糊膏中有效钠的测定	176
78. 苛性碱与碳酸碱溶液和生产物料中苛性碱与碳酸碱的测定	177
79. 生产气体中乙炔的测定	178
80. 液体产物中过氧化物的测定	180
81. 用高锰酸钾氧化法测定工业用水中的有机物质	182
82. 污水中少量乙醇的测定	184
83. 用溴化法测定工业用水和污水中的不饱和化合物	187
84. 用重铬酸钾氧化法测定空气中有机物质的蒸气	190
85. 用溴化钾-溴酸钾法测定空气中的不饱和碳氢化合物	191
86. 用高锰酸钾法测定空气中的不饱和碳氢化合物	193

87. 生产厂房空气中和设备中之水溶性物质的测定	194
88. 冷却车间盐水(冷却剂)中重铬酸钾含量的测定	195
89. 合成橡胶生产物料酸度的测定	196

第四篇 苯乙烯和 α -甲基苯乙烯生产物料的分析

苯乙烯生产物料的分析

90. 用折射法测定苯乙烯与乙苯混合物中的苯乙烯	197
91. 炉油、粗制苯乙烯和纯苯乙烯中剩余物的测定	199
92. 苯乙烯生产所得中间产物(盐水凝液, 回收的乙苯和苯)蒸馏范围的测定	200
93. 苯乙烯中对苯二酚的定性测定	201
94. 炉油及苯乙烯生产中的其他物料成分的测定	202
95. 精馏苯乙烯中低沸点杂质的测定	203
96. 苯乙烯中对-二乙烯基苯的测定	205
97. 生产厂房空气中苯乙烯蒸气的测定	206

α -甲基苯乙烯生产物料分析

98. 反应物料中游离碱、碳酸钠和甲酸钠的测定	207
99. 反应物料分解前后苯基异丙过醇的测定	209
100. 吸收气体中异丙苯的测定	211
101. 设备中异丙苯介质和透明度的测定	211
102. 工业二甲基苯基甲醇中异丙苯的测定	212
103. 使二甲基苯基甲醇变成氯化物以测定二甲基苯基甲醇	213
104. 用脱水法测定二甲基苯基甲醇	216
105. 分离粗 α -甲基苯乙烯后测定水层中的 α -甲基苯乙烯	218
106. 用溴-碘法测定 α -甲基苯乙烯	219
107. 用溴化法测定 α -甲基苯乙烯	220
108. 用折射法测定 α -甲基苯乙烯与异丙苯混合物中的 α -甲基苯乙烯	221
109. 用脎化法测定苯乙酮	222
110. 从碱溶液中分离苯甲酸所用硫酸量的测定	223
111. 碱溶液中苯甲酸含量的测定	224
112. 商品苯甲酸中苯甲酸含量的测定	224
113. 碳氢化合物中所含少量苯酚的测定	225

第五篇 乳液橡胶生产的物料分析

拉开粉生产物料的分析

114. 次氯酸钠溶液的分析	227
115. 乳化酸酸度的测定	228
116. 未磺化产物的测定	229
117. 乳化剂溶液中和胶乳中所含游离碱与结合碱的测定	229
118. 乳化剂溶液中所含拉开粉和盐类的测定	230
119. 用对甲苯胺测定拉开粉	232

120. 乳化剂溶液中所含氯化钠的测定	233
121. 乳化剂溶液中所含铁的比色测定	234
122. 碘量滴定法测定拉开粉溶液中的铁	235

水淨化的檢驗

123. 水的不完全分析	236
124. 按温克莱尔法测定水的硬度	237
125. 过量水化物的测定	239
126. 石灰乳浓度的测定	240
127. 水中所含游离氯的测定	240

銅鹽精制丁二烯的檢驗

128. 銅氨溶液中一价銅、二价銅和全銅的测定	241
129. 銅氨溶液中氨的测定	242
130. 銅氨溶液中醋酸的测定	244
131. 气相丁二烯和氨的测定	245
132. 丁二烯-均丁烯混合物中氨的测定	246
133. 杂醇水和洗滌水中氨的测定	247
134. 增浓氨水时回流液中氨的测定	247
135. 丁二烯和均丁烯中少量銅的测定	248
136. 丁二烯-均丁烯混合物中剩余物的测定	249
137. 蒸餾工业均丁烯后剩余物中均丁烯的测定	250
138. 空气中氨的测定	251
139. 空气中醋酸蒸气的测定	252

丁二烯和苯乙烯及 α -甲基苯乙烯共聚过程的檢驗

140. 乳液法制造橡胶时水相中游离碱的测定	253
141. 水相拉开粉的测定	254
142. 烃相中丁二烯、苯乙烯或 α -甲基苯乙烯的测定	255
143. 按比重测定苯乙烯或 α -甲基苯乙烯中的双乙基黄原酸酯或二異丙基黄原酸酯	256
144. 安定剂悬浮液中尼奧棕 D 的测定	257
145. 过二硫酸鉀溶液中的过二硫酸鉀的测定	258
146. 異丙苯化过氧氢浓度的测定	259
147. 亚硫酸鈉和对苯二酚在其共同存在时的测定	260
148. 用比色法测定苯乙烯中的少量酚类	261
149. 水相中和萊卡諾尔中干剩余物的测定	262
150. 水溶液中氨的测定	262
151. 醋酸的分析	263
152. 木質-树脂抗氧化剂中全酚量的测定	265
153. 乳液法橡胶 K 值的测定	267
154. 胶乳中尼奧棕 D 的测定	272
155. 丁二烯与苯乙烯或与 α -甲基苯乙烯共聚物成分的测定	275
156. 胶乳和苯乙烯水中苯乙烯的测定	276
157. 胶乳和污水中橡胶的测定	277

158. 胶乳中过氧化物的测定	279
159. 分离車間污水中橡胶的测定	281
160. 潮湿橡胶中(送入干燥机之前)水分的测定	281

腈橡胶生产的检验

161. 工业腈中、胶乳中、水-腈凝液和 蒸馏塔釜水中丙烯腈的测定	282
162. 胶乳中干剩余物的测定	284
163. 溶于丙烯腈中的调节剂含量的测定	284
164. 皂(拉开粉皂)中过量碱的测定	285

附 录

表 I. 乙醇-水混合物中乙醇比重 d_4^{20} 对浓度的关系	287
表 II. 将气体体积换算为正常压力(760毫米汞柱)和温度 0°C 的系数	295
表 III. 丁二烯克分子体积对温度的关系	305
表 IV. 丁二烯空气混合物中丁二烯克分子体积对混合物温度 与成分在 760 毫米汞柱压力下的关系	305
表 V. 检验丁二烯橡胶生产时所遇到的物质及其性质	307
表 VI. 精馏丁二烯 在由 -20°C 到 $+20^{\circ}\text{C}$ 时的比重	314
表 VII. 水银在各种不同温度下(压力 1 大气压)的比重	314
表 VIII. 水上和氯化钠饱和溶液上的水蒸汽压力	315
表 IX. 滴定液的滴定度 (T) 或因数 (F) 的确定和检验	316
表 X. 对数表	317
表 XI. 反对数表	319

目 录

序言	7
----------	---

第一篇 一般方法

試样的采取

总則	8
常用指示剂及其配制方法	12

比 重

概論	14
1. 用液体比重計測定比重	14
2. 用比重瓶測定比重	15
3. 用称量法測定 1 升气体的重量	17
4. 根据分析数据用計算法測定 1 升气体的重量	20

气 体 分 析

概論	22
5. 用韓培里气体分析器分析气体	25
6. 用奥尔斯气体分析器进行的气体分析	28
7. 用赫里斯提安森蒸馏柱的分馏法測定气体混合物的組成	32

第二篇 合成乙醇生产的物料分析

原料和中間产物的分析

8. 热解气体中所含硫化氢的測定	35
9. 含不饱和碳氢化合物、二氧化碳、二硫化碳的气体中所含乙醚的測定	37
10. 乙烯中所含丙烯的測定	37
11. 硫酸浓度的測定	39
12. 硫酸和亚硫酸混合物所含各該組分的測定	40
13. 废碱液所含苛性鈉、亚硫酸鈉和硫酸鈉的測定	41
14. 硫酸总含量的測定及其在乙撑二硫酸提取物中的分布	42
15. 乙撑二硫酸提取物中所含乙醚和乙醇的測定	43
16. 硫酸溶液中所含碳的測定	45
17. 索拉油中所含碳氢化合物的測定	46

成 品 的 分 析

18. 精餾乙醇的定性試驗	47
19. 乙醇中所含异丙醇的測定	47
20. 乙醇酸性的測定	49

21. 乙醇中所含酯的測定	50
22. 乙醇和乙醚中干剩余物的測定	51
23. 乙醚中所含高沸产物的測定	51

第三篇 按列別捷夫法用乙醇制造丁二烯时的生产物料的分析

丁二烯的測定

概論	53
24. 用溴化法測定气体中的丁二烯	55
25. 用米哈列夫丁二烯分析器測定气体中的丁二烯	59
26. 用索斯宁气体分析器測定气体中的丁二烯	62
27. 用氢化法測定丁二烯和丁烯混合物中的丁二烯	67
28. 粗制丁二烯中丁二烯的測定	72
29. 中間产物和副产物中丁二烯的測定	75
30. 少量丁二烯的比色測定	78

精馏丁二烯的分析

31. 精馏丁二烯中丁二烯的測定	79
32. 精馏丁二烯中剩余物的測定	80
33. 用二氯化三錳測定精馏丁二烯中所含的水	84
34. 用冷冻法视觉測定精馏丁二烯中所含的水	85
35. 按蒸汽压測定精馏丁二烯和均丁烯凝結物中所含低沸点(易揮发的)碳氢化合物	86
36. 精馏丁二烯和粗制丁二烯中所含二氧化碳的測定	89
37. 用試驗聚合法測定精馏丁二烯的活性	90

乙醇的測定

概論	91
38. 醇-水产物中少量(2%以下)甲醇的比色測定法	92
39. 用氧化法測定醇-水混合物中的甲醇	93
✓ 40. 用甲酸酯化法測定乙醇和甲醇	95
41. 用先除去杂质后蒸餾的方法測定乙醇	101
42. 按照比重并加入杂质修正数測定乙醇	104
43. 用重鉻酸鉀氧化法測定精馏丁二烯、碳氢化合物餾份和工业乙醚中的乙醇	108
44. 用重鉻酸鉀氧化法測定杂醇水中的乙醇	110
45. 生产气体中乙醇蒸汽的測定	114
46. 高級醇水层中所含乙醇和高级醇的測定	116
47. 用分餾法在裝有等温冷却器的分餾柱上測定粗制高級醇和泡沫反应物中的乙醇和丁醇	117
48. 醇-水混合物中少量高級醇的測定	121
49. 丁醇和其他醇类产物中羟值的測定	123

乙醛、乙醚和不溶性碳氢化合物的測定

概論	124
50. 用羧酸盐測定乙醛	125

51. 醇-水混合物和工业三聚乙醛中三聚乙醛和乙醛的综合测定	128
52. 用亚硫酸钠测定乙醛	129
53. 气体中乙醛的测定	131
54. 乙醛缩二乙醇和乙醛在醇-水混合物中共同存在时的测定	132
55. 用丁二烯提取法在再生乙醇和配合料中测定不溶性碳氢化合物	133
56. 合成橡胶生产中各种产物的乙醚和不溶性碳氢化合物的测定	134
57. 醇-水混合物中乙醚的测定	136
58. 用氧化法测定乙醚水和杂醇水中的乙醚	137
59. 用氧化法测定醇-水凝液中的乙醚	139
60. 用溴化钾-溴酸钾法测定液体产物(工业乙醚和丁醇)中的不饱和化合物	140
61. 用重量法测定在 50°C 以下沸腾的碳氢化合物馏份中的二烯烃	142
62. 用滴定法测定在 50°C 以上沸腾的碳氢化合物馏份中的二烯烃	144

水的测定

63. 用二氯化三镁测定醇-水产物中的水	145
64. 用碳化钙测定不含轻挥发性物质产物中的水	148
65. 用溶剂蒸馏法测定水	149
66. 粉状物质中水分的测定	150
67. 用二氯化三镁测定气体中的水分	151
68. 惰性气体(空气和氮)中水分的测定	153

接触炉工作的检验

69. 分解乙醇的平衡实验	154
70. 乙醚水合过程的平衡实验	164

聚二烯和发动机燃料的分析

71. 聚二烯粘度的测定	168
72. 敞口坩埚中闪点的测定	170
73. 聚二烯中易挥发物的测定	171
74. 聚二烯中灰分的测定	171
75. 发动机燃料中树脂的测定	172

其他分析

76. 金属钠中钾的测定	173
77. 钠的氧化物和糊膏中有效钠的测定	176
78. 苛性碱与碳酸碱溶液和生产物料中苛性碱与碳酸碱的测定	177
79. 生产气体中乙炔的测定	178
80. 液体产物中过氧化物的测定	180
81. 用高锰酸钾氧化法测定工业用水中的有机物质	182
82. 污水中少量乙醇的测定	184
83. 用溴化法测定工业用水和污水中的不饱和化合物	187
84. 用重铬酸钾氧化法测定空气中有机物质的蒸气	190
85. 用溴化钾-溴酸钾法测定空气中的不饱和碳氢化合物	191
86. 用高锰酸钾法测定空气中的不饱和碳氢化合物	193

87. 生产厂房空气中和设备中之水溶性物质的测定	194
88. 冷却车间盐水(冷却剂)中重铬酸钾含量的测定	195
89. 合成橡胶生产物料酸度的测定	196

第四篇 苯乙烯和 α -甲基苯乙烯生产物料的分析

苯乙烯生产物料的分析

90. 用折射法测定苯乙烯与乙苯混合物中的苯乙烯	197
91. 炉油、粗制苯乙烯和纯苯乙烯中剩余物的测定	199
92. 苯乙烯生产所得中间产物(盐水凝液, 回收的乙苯和苯)蒸馏范围的测定	200
93. 苯乙烯中对苯二酚的定性测定	201
94. 炉油及苯乙烯生产中的其他物料成分的测定	202
95. 精馏苯乙烯中低沸点杂质的测定	203
96. 苯乙烯中对-二乙烯基苯的测定	205
97. 生产厂房空气中苯乙烯蒸气的测定	206

α -甲基苯乙烯生产物料分析

98. 反应物料中游离碱、碳酸钠和甲酸钠的测定	207
99. 反应物料分解前后苯基异丙醇的测定	209
100. 吸收气体中异丙苯的测定	211
101. 设备中异丙苯介质和透明度的测定	211
102. 工业二甲基苯基甲醇中异丙苯的测定	212
103. 使二甲基苯基甲醇变成氯化物以测定二甲基苯基甲醇	213
104. 用脱水法测定二甲基苯基甲醇	216
105. 分离粗 α -甲基苯乙烯后测定水层中的 α -甲基苯乙烯	218
106. 用溴-碘法测定 α -甲基苯乙烯	219
107. 用溴化法测定 α -甲基苯乙烯	220
108. 用折射法测定 α -甲基苯乙烯与异丙苯混合物中的 α -甲基苯乙烯	221
109. 用脎化法测定苯乙酮	222
110. 从碱溶液中分离苯甲酸所用硫酸量的测定	223
111. 碱溶液中苯甲酸含量的测定	224
112. 商品苯甲酸中苯甲酸含量的测定	224
113. 碳氢化合物中所含少量苯酚的测定	225

第五篇 乳液橡胶生产的物料分析

拉开粉生产物料的分析

114. 次氯酸钠溶液的分析	227
115. 乳化酸酸度的测定	228
116. 未磺化产物的测定	229
117. 乳化剂溶液中和胶乳中所含游离碱与结合碱的测定	229
118. 乳化剂溶液中所含拉开粉和盐类的测定	230
119. 用对甲苯胺测定拉开粉	232

120. 乳化剂溶液中所含氯化钠的测定	233
121. 乳化剂溶液中所含铁的比色测定	234
122. 碘量滴定法测定拉开粉溶液中的铁	235

水淨化的檢驗

123. 水的不完全分析	236
124. 按温克莱尔法测定水的硬度	237
125. 过量水化物的测定	239
126. 石灰乳浓度的测定	240
127. 水中所含游离氯的测定	240

銅鹽精制丁二烯的檢驗

128. 銅氨溶液中一价銅、二价銅和全銅的测定	241
129. 銅氨溶液中氨的测定	242
130. 銅氨溶液中醋酸的测定	244
131. 气相丁二烯和氨的测定	245
132. 丁二烯-均丁烯混合物中氨的测定	246
133. 杂醇水和洗滌水中氨的测定	247
134. 增浓氨水时回流液中氨的测定	247
135. 丁二烯和均丁烯中少量銅的测定	248
136. 丁二烯-均丁烯混合物中剩余物的测定	249
137. 蒸餾工业均丁烯后剩余物中均丁烯的测定	250
138. 空气中氨的测定	251
139. 空气中醋酸蒸气的测定	252

丁二烯和苯乙烯及 α -甲基苯乙烯共聚过程的檢驗

140. 乳液法制造橡胶时水相中游离碱的测定	253
141. 水相拉开粉的测定	254
142. 烃相中丁二烯、苯乙烯或 α -甲基苯乙烯的测定	255
143. 按比重测定苯乙烯或 α -甲基苯乙烯中的双乙基黄原酸酯或二異丙基黄原酸酯	256
144. 安定剂悬浮液中尼奧棕 D 的测定	257
145. 过二硫酸鉀溶液中的过二硫酸鉀的测定	258
146. 異丙苯化过氧氢浓度的测定	259
147. 亚硫酸鈉和对苯二酚在其共同存在时的测定	260
148. 用比色法测定苯乙烯中的少量酚类	261
149. 水相中和萊卡諾尔中干剩余物的测定	262
150. 水溶液中氨的测定	262
151. 醋酸的分析	263
152. 木質-树脂抗氧化剂中全酚量的测定	265
153. 乳液法橡胶 K 值的测定	267
154. 胶乳中尼奧棕 D 的测定	272
155. 丁二烯与苯乙烯或与 α -甲基苯乙烯共聚物成分的测定	275
156. 胶乳和苯乙烯水中苯乙烯的测定	276
157. 胶乳和污水中橡胶的测定	277

158. 胶乳中过氧化物的测定	279
159. 分离車間污水中橡胶的测定	281
160. 潮湿橡胶中(送入干燥机之前)水分的测定	281

腈橡胶生产的检验

161. 工业腈中、胶乳中、水-腈凝液和蒸馏塔釜水中丙烯腈的测定	282
162. 胶乳中干剩余物的测定	284
163. 溶于丙烯腈中的调节剂含量的测定	284
164. 皂(拉开粉皂)中过量碱的测定	285

附 录

表 I. 乙醇-水混合物中乙醇比重 d_4^{20} 对浓度的关系	287
表 II. 将气体体积换算为正常压力(760毫米汞柱)和温度 0°C 的系数	295
表 III. 丁二烯克分子体积对温度的关系	305
表 IV. 丁二烯空气混合物中丁二烯克分子体积对混合物温度 与成分在 760 毫米汞柱压力下的关系	305
表 V. 检验丁二烯橡胶生产时所遇到的物质及其性质	307
表 VI. 精馏丁二烯在由 -20°C 到 $+20^{\circ}\text{C}$ 时的比重	314
表 VII. 水银在各种不同温度下(压力 1 大气压)的比重	314
表 VIII. 水上和氯化钠饱和溶液上的水蒸汽压力	315
表 IX. 滴定液的滴定度 (T) 或因数 (F) 的确定和检验	316
表 X. 对数表	317
表 XI. 反对数表	319

序 言

本手册中叙述了目前用于检验下列生产的分析方法：

- (1) 用乙烯制备合成乙醇；
- (2) 用乙醇制备丁二烯；
- (3) 制备苯乙烯和 α -甲基苯乙烯；
- (4) 制备丁二烯橡胶和乳液橡胶。

此外，在本手册中还包括了一篇共同部分，其中叙述了采取试样的方法和用以鉴定各种生产物料的一般分析方法(如测定比重、气体分析等等)。

本手册中所载的大部分方法均在全苏合成橡胶科学研究所或在合成橡胶厂中央实验室加以制定、确定和验证。仅有少数方法取自外国工厂的实际工作。

作为本书第三篇的基础的是1950年出版的 А.И. Гуляева, В.Ф. Поликарпова, З.К. Ремиз 《Анализ продуктов производства дивинила из этилового спирта по способу С.В. Лебедева》(А.И. 古利亚耶娃, В.Ф. 波利卡尔波娃, З.К. 列米兹“列别捷夫法用乙醇制造丁二烯生产物料分析”)；但由于制定了新的更完善的方法，以及确定了在检验中所用的方法，乃对该篇作了很大的修改。

为了便于使用本手册，对所叙述的方法均按顺序编以号码。

随着时间的进展，对大部分方法均作了多次的改变和确定，因此不一定能列出各个方法的作者姓名。

在编写本手册时，合成橡胶厂中央实验室工作人员：列别捷娃(Ю.И. Лебедева)，卡庫什金娜(А.П. Какушкина)，穆罗姆策娃(Е.К. Муромцева)，别烈哥美斯卡娅(М.Г. Берг-овская)，魯迪(Э.Х. Рудь)，安东诺娃(А.А. Антонова)等给予了协助，特此致谢。