



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12688.5—2011  
代替 GB/T 12688.5—1990

---

## 工业用苯乙烯试验方法 第 5 部分：总醛含量的测定 滴定法

Test method of styrene for industrial use—  
Part 5: Determination of content of total aldehydes—  
Titrimetric method

2011-05-12 发布

2011-11-01 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 12688《工业用苯乙烯试验方法》分为以下部分：

- 第1部分：纯度和烃类杂质的测定 气相色谱法；
- 第3部分：聚合物含量的测定；
- 第4部分：过氧化物含量的测定 滴定法；
- 第5部分：总醛含量的测定 滴定法；
- 第6部分：工业用苯乙烯中微量硫的测定 氧化微库仑法；
- 第8部分：阻聚剂(对-叔丁基邻苯二酚)含量的测定 分光光度法；
- 第9部分：微量苯的测定 气相色谱法。

本部分为 GB/T 12688 的第5部分。

本部分修改采用 ASTM D2119-09《苯乙烯单体中总醛含量的标准测定方法》(英文版)。本部分与 ASTM D2119-09 的结构性差异参见附录 A。

本部分与 ASTM D2119-09 主要技术差异如下：

- 修改了用于调节溶液酸度的盐酸和氢氧化钠溶液的浓度；
- 修改了反应时间；
- 修改了百里酚蓝的配制方法；
- 修改了百里酚蓝指示剂的加入量；
- 规范性引用文件中引用我国标准。

本部分代替 GB/T 12688.5—1990《工业用苯乙烯总醛含量的测定 滴定法》。

本部分与 GB/T 12688.5—1990 相比主要差异为：

- 修改了标准名称；
- 修改了用于调节溶液酸度的盐酸和氢氧化钠溶液的浓度；
- 修改了反应时间；
- 修改了总醛测定结果的报告方式。

本部分的附录 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/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司。

本部分主要起草人：杨伟、陆慧丽、姜连成、田江南、成红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12688.5—1990。

# 工业用苯乙烯试验方法

## 第5部分：总醛含量的测定 滴定法

### 1 范围

本部分规定了工业用苯乙烯中总醛含量的测定方法。

本部分适用于总醛含量为 10 mg/kg~300 mg/kg 的苯乙烯样品的测定。

总醛的含量以苯甲醛形式进行计算和报告。样品中如存在酮类会干扰测定。

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

**注意:** 苯乙烯为易燃物,在与过氧化物、无机酸和三氯化铝等接触时会发生放热聚合反应。高浓度的液态苯乙烯及其蒸气对眼睛和呼吸系统都有刺激性。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12688 的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 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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

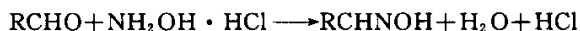
GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 方法原理

将盐酸羟胺的甲醇溶液加到苯乙烯试样中。试样中的活泼醛与盐酸羟胺发生如下反应,生成的盐酸的量和试样中醛类的量相当。



用氢氧化钠标准滴定溶液滴定反应生成的盐酸,测得苯乙烯中总醛含量。

### 4 试剂材料

除另有注明,本部分使用的试剂应为分析纯。所用的水应符合 GB/T 6682 规定的三级水规格。

#### 4.1 甲醇。

4.2 盐酸羟胺溶液:将 20 g 盐酸羟胺( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ )溶解于 1 L 的甲醇中。以百里酚蓝为指示剂,用酸或碱中和该溶液至刚呈橙色为止。

4.3 盐酸溶液[ $c(\text{HCl})=0.025 \text{ mol/L}$ ]:移取 2.08 mL 浓盐酸(密度 1.19 g/mL)用水稀释至 1 L。

4.4 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ ]:按 GB/T 601 方法规定进行配制和标定。

4.5 氢氧化钠溶液[ $c(\text{NaOH})=0.025 \text{ mol/L}$ ]:移取 10 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(4.4),用水稀释至 20 mL。

4.6 百里酚蓝指示剂溶液:将 0.1 g 百里酚蓝溶解在 10 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(4.4)中,用水稀释至 250 mL。

5 仪器和设备

- 5.1 具塞锥形瓶:容积 250 mL。
- 5.2 移液管:25 mL。
- 5.3 吸量管:15 mL。
- 5.4 容量瓶:250 mL、500 mL。
- 5.5 滴定管:2 mL,分度值 0.01 mL。

6 采样

按照 GB/T 3723 和 GB/T 6680 的规定采取样品。

7 分析步骤

用移液管吸取 25 mL 苯乙烯试样,加入预先置有 25 mL 甲醇的具塞锥形瓶中。加 5 滴百里酚蓝指示剂溶液,用氢氧化钠溶液(4.5)或盐酸溶液中和至刚呈橙色为止(不需要记录刻度)。加 25 mL 盐酸羟胺溶液摇匀,放置 1 h,其间偶尔摇动具塞锥形瓶。用氢氧化钠标准滴定溶液(4.4)滴定至原先的橙色为终点,记录消耗的体积。

用 25 mL 甲醇作一空白试验。

注:甲醇毒性较大,在确保测定准确度和精密度的条件下,也可用乙醇。

8 结果计算

总醛(以苯甲醛计)的含量  $w$ (mg/kg)按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{\rho \times 25 \times 1\,000} \times 10^6 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $V_1$ ——测定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_2$ ——测定甲醇空白所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $\rho$ ——苯乙烯的密度的数值,单位为克每立方厘米( $g/cm^3$ );
- $M$ ——苯甲醛的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $g/mol$ )( $M=106.12$ )。

9 分析结果的表述

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果,按 GB/T 8170 的规定进行修约,精确至 1 mg/kg。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作员,采用同一仪器和设备,对同一试样相继做两次重复试验,所得试验结果,对总醛含量为 40 mg/kg 的试样,其差值不大于 6 mg/kg,以大于 6mg/kg 的情况不超过 5% 为前提。

10.2 再现性

在任意两个不同实验室,由不同操作员,采用不同仪器和设备,在不同时间或相同时间内,对同一样品所测得的两个单次测定结果,对总醛含量为 40 mg/kg 的试样,其差值不大于 16 mg/kg,以大于 16 mg/kg 的情况不超过 5% 为前提。

## 11 报告

报告应包括下列内容：

- a) 有关样品的全部资料,例如样品的名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等；
- b) 本部分的编号；
- 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 D2119-09 章条编号对照表

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ASTM D2119-09 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ASTM D2119-09 章条编号对照表

本部分章条编号	对应的 ASTM D2119-09 章条编号
1	1
2	2
3	3
—	4,5
4	7
5	6
6	9
7	10
8,9	11,12
10	13
11	—

---