



中华人民共和国国家标准

GB/T 12688.4—2011
代替 GB/T 12688.4—1990

工业用苯乙烯试验方法 第4部分：过氧化物含量的测定 滴定法

Test method of styrene for industrial use—
Part 4: Determination of content of peroxides—
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4部分。

本部分修改采用 ASTM D 2340-09《苯乙烯单体中过氧化物含量的标准测定方法》(英文版)。本部分与 ASTM D 2340-09 的结构性差异参见附录 A。

本部分与 ASTM D 2340-09 相比主要技术内容变化如下：

- 删除了过氧化物测定范围的限制；
- 规范性引用文件中引用我国标准。

本部分代替 GB/T 12688.4—1990《工业用苯乙烯中过氧化物含量的测定 滴定法》。

本部分与 GB/T 12688.4—1990 的主要差异为：

- 修改了标准名称；
- 增加了附录 A。

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、李向阳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12688.4—1990。

工业用苯乙烯试验方法

第4部分:过氧化物含量的测定

滴定法

1 范围

本部分规定了工业用苯乙烯中过氧化物含量的测定方法。

本部分并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。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 工业用化工产品采样安全通则(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

将苯乙烯试样加到异丙醇和乙酸溶液中,再加入碘化钠异丙醇饱和溶液,加热回流。试样中的过氧化物与碘化钠反应定量地释放出碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至无色为终点,根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗体积计算得到过氧化物的含量。

4 试剂和材料

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 冰乙酸。

4.2 异丙醇。

注意:异丙醇为易燃物,应远离明火。在本试验中应使用全密封的加热器。

4.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}]$:按 GB/T 601 的规定进行配制和标定,使用前稀释。

4.4 碘化钠异丙醇饱和溶液:约 200 g/L。

5 仪器和设备

5.1 电加热器(全密封式)。

5.2 具塞碘量瓶,500 mL,配有 300 mm 球形冷凝管,标准磨口连接。

- 5.3 移液管:50 mL。
- 5.4 量筒:10 mL,50 mL。
- 5.5 滴定管:容量为 10 mL。
- 5.6 沸石。

6 采样

按 GB/T 3723 和 GB/T 6680 的规定采取样品。

7 分析步骤

7.1 在两个 500 mL 具塞碘量瓶中,先各加入 200 mL 异丙醇及数粒沸石,再各加入 10 mL 冰乙酸。用移液管吸 50 mL 苯乙烯试样加入到其中一个碘量瓶中,而另一个作为空白。然后装上球形冷凝器并开启冷却水。加热碘量瓶中液体至沸腾,再从球形冷凝器顶部向两个碘量瓶中各加入 50 mL 碘化钠异丙醇饱和溶液。

7.2 继续缓和地加热,煮沸 10 min 后,移去电加热器。分别用 10 mL 水冲洗两个冷凝器,并将冲洗液收集在各自的碘量瓶中。将碘量瓶冷却至室温。析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液先滴定至淡黄色,再继续缓慢地滴定至淡黄色刚好消失,即为终点。

8 结果计算

过氧化物(以 H₂O₂ 计)的含量 w(mg/kg)按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{\rho \times 2 \times 50 \times 1\,000} \times 10^6 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V₁——滴定试样所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₂——滴定空白所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M——过氧化氢的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=34.02);
- ρ——苯乙烯的密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

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,对过氧化物含量为 1 mg/kg~60 mg/kg 的试样,其绝对差值不大于 6 mg/kg,以大于 6 mg/kg 的情况不超过 5%为前提。

10.2 再现性

在两个不同实验室,由不同操作员,用不同仪器和设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两个测试结果,对过氧化物含量为 1 mg/kg~60 mg/kg 的试样,其差值不大于 13 mg/kg,以大于 13 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 D 2340-09 章条编号对照表

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ASTM D 2340-09 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ASTM D 2340-09 章条编号对照表

本部分章条编号	对应的 ASTM D 2340-09 章条编号
1	1
2	2
3	3
—	4
4	6
5	5
6	8
7	9
8,9	10,11
10	12
11	—
—	13
