



中华人民共和国国家标准

GB/T 6020—1999
eqv ISO 6684:1982

工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚 (TBC)的测定 分光光度法

Butadiene for industrial use—
Determination of tert-butyl-catechol(TBC)
[4-(1,1-dimethylethyl)-1,2-benzenediol]—
Spectrometric method

1999-08-10 发布

2000-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用 ISO 6684:1982《工业用丁二烯—特丁基邻苯二酚(TBC)[4-(1,1-二甲基乙基)-1,2-苯二酚]的测定—分光光度法》，对 GB/T 6020—1985《工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚(TBC)的测定—分光光度法》进行了复审和修订。

本标准与 ISO 6684 的差异是扩大了测定范围和补充了相应的标准曲线，以及采用了以水作为吸光度测定的参比液。

本标准对原标准的主要修改内容是采用了以水作为吸光度测定的参比液，并按数理统计方法确定了 95%置信水平条件的精密度(重复性)。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 6020—1985。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由北京化工研究院归口。

本标准由吉林化学工业公司有机合成厂负责起草。

本标准主要起草人：鲁忠武、刘素兰、隋桂珍、高文彦。

本标准于 1985 年 5 月 24 日首次发布，于 1999 年 8 月由上海石油化工研究院庄海青、王玺进行了复审和修订。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国标准化团体(ISO 成员)组成的世界性联合会。制定国际标准的工作通常由 ISO 各委员会进行。凡对已建立相应技术委员会的某个项目感兴趣的每个成员团体,都有在该委员会表达意见的权利,与 ISO 有联系的政府的和非政府的各国际组织也可参加该项工作。

由技术委员会采纳的国际标准草案在被 ISO 理事会批准作为国际标准之前,必须提交各成员团体投票表决。

国际标准 ISO 6684 是由 ISO/TC/47,化学技术委员会制定,于 1980 年 11 月发至各成员团体。

本国际标准已由下列国家的成员团体通过:

澳大利亚	匈牙利	波兰
奥地利	印度	葡萄牙
比利时	伊朗	罗马尼亚
巴西	意大利	南非共和国
捷克斯洛伐克	南朝鲜	瑞士
阿拉伯埃及共和国	墨西哥	泰国
法国	荷兰	前苏联
联邦德国	菲律宾	

无成员团体表示不同意本国际标准。

本国际标准也已由国际理论和应用化学联合会(IUPAC)通过。

中华人民共和国国家标准

工业用丁二烯中特丁基邻苯二酚
(TBC) 的测定 分光光度法

GB/T 6020—1999
eqv ISO 6684:1982

代替 GB/T 6020—1985

Butadiene for industrial use—
Determination of tert-butyl-catechol (TBC)
[4-(1,1-dimethylethyl)-1,2-benzenediol]—
Spectrometric method

1 范围

本标准规定了工业用丁二烯中 TBC 含量的测定方法。

本标准适用于工业用丁二烯中 TBC 及其氧化产物的测定。如果存在其他酚类及其氧化产物,即作为 TBC 被测定出来。其他少量非挥发性残渣不影响测定。

测定范围:1~300 mg/kg。^{1]}

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3723—1983 工业用化学产品采样安全通则(eqv ISO 3165:1976)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 13290—1991 工业用丙烯和丁二烯液态采样法

3 方法提要

将丁二烯挥发后,剩余残渣用水溶解,并加入过量的三氯化铁。以 425 nm 波长,用分光光度计测定黄色络合物的吸光度。

4 试剂和溶液

当未特别注明时,所用试剂均为分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 95%乙醇。

4.2 盐酸(密度 1.19 g/mL)。

4.3 三氯化铁乙醇盐酸溶液(20 g/L):

称取 20.0 g 含六个结晶水的三氯化铁,溶于 95%乙醇中,加入 9.2 mL 盐酸,再用 95%乙醇稀释至 1 000 mL,混匀备用。

采用说明:

^{1]} ISO 6684 的测定范围为 50~250 mg/kg。

4.4 特丁基邻苯二酚(TBC)标准溶液

4.4.1 6.7 mg/mL的 TBC 标准溶液:称取 0.670 gTBC(精确至 0.000 1 g),溶解于 10 mL95%乙醇中,于 100 mL 容量瓶中加水稀释至刻度,该标准溶液用前配制。

注:当溶解稀释过程中出现浑浊时,应改用 30 mL95%乙醇进行溶解,但在测定试样时也应加入相同量的 95%乙醇。

4.4.2 0.67 mg/mL的 TBC 标准溶液:将 6.7 mg/mL的 TBC 标准溶液以水稀释十倍,混匀。该标准溶液于用前配制。

注意:TBC 对皮肤有严重的腐蚀性,特别是在熔化或浓溶液状态时其腐蚀性更强。如果由口或皮肤直接吸收一定量的 TBC,也是一种对全身的毒害。

5 仪器和设备

5.1 分光光度计:备有 1 cm 吸收池。

5.2 水银温度计:棒状,温度范围 $-30\sim 80^{\circ}\text{C}$,最小分度值 1°C 。

5.3 一般试验室仪器和设备。

6 采样

按 GB/T 13290 的规定采取样品。

注意:丁二烯是易燃气体。

7 测定步骤

7.1 标准曲线的绘制¹⁾

7.1.1 标准比色液的制备

表 1

试液中的 TBC 质量范围,mg	0~20.10		0~3.350 ¹⁾	
	TBC 标准溶液 (4.4.1)体积,mL	对应的 TBC 质量 mg	TBC 标准溶液 (4.4.2)体积,mL	对应的 TBC 质量 mg
TBC 用量	0 ²⁾	0	0 ²⁾	0
	0.50	3.35	0.50	0.335
	1.00	6.70	1.00	0.670
	1.50	10.05	2.00	1.340
	2.00	13.40	3.00	2.010
	2.50	16.75	4.00	2.680
	3.00	20.10	5.00	3.350
稀释体积,mL	100		50	
加入三氯化铁乙醇 盐酸溶液体积,mL	5		1	
① 当试液中 TBC 质量在 0~3.350 mg 范围时,应采用该标准系列绘制的标准曲线。				
② 试剂空白。				

按照表 1 给定体积,用 5 mL 移液管吸取 TBC 标准溶液(4.4.1)或(4.4.2),分别注入七个 100 mL 或 50 mL 容量瓶中,并再加水至约 90 mL 或 45 mL。然后,按照表 1 给定体积,用移液管吸取三氯化铁乙醇盐酸溶液(4.3)5 mL 或 1 mL,分别注入上述每个 100 mL 或 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。静置 5 min 后,测定吸光度。

采用说明:

1) ISO 6684 仅绘制 0~250 mg/kg 一条标准曲线。

7.1.2 吸光度的测定

标准比色液(7.1.1)在放入三氯化铁乙醇盐酸溶液后的5~15 min内,用1 cm吸收池,于425 nm处,以蒸馏水作参比,分别测定吸光度。

7.1.3 绘制标准曲线

以标准比色液中的TBC质量为横坐标,对应的净吸光度(由TBC标准比色液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制标准曲线。

7.2 试样的测定

7.2.1 试样及其处理

将100 mL量筒和内装丁二烯样品的取样钢瓶冷却至约-20℃,用量筒量取液态丁二烯100 mL±1 mL,同时迅速用温度计(5.2)测量其温度。

将100 mL丁二烯试样倒入250 mL磨口锥形瓶中,瓶口上盖一张滤纸,放在通风橱内,远离热源,室温下让丁二烯自然挥发,待大部分丁二烯挥发后,于温水浴中蒸至近干。

7.2.2 试样比色液的制备

当试液中TBC质量在0~20.10 mg范围时,于上述250 mL磨口锥形瓶中,注入30 mL水。盖紧瓶塞,振荡洗涤。再经预先用水湿润过的快速定量滤纸过滤于100 mL容量瓶中。每次用30 mL水洗涤250 mL磨口锥形瓶两次,将洗液并入同一容量瓶中。加入5 mL三氯化铁乙醇盐酸溶液(4.3),用水稀释至刻度,混匀。

当试液中TBC质量在0~3.350 mg范围时,于250 mL磨口锥形瓶中,注入10 mL水,进行振荡洗涤。过滤于50 mL容量瓶中。每次用10 mL水洗涤250 mL磨口锥形瓶3次,将洗液并入同一容量瓶中。加入1 mL三氯化铁乙醇盐酸溶液(4.3),用水稀释至刻度,混匀。

同时作一试剂空白(不加试样)试验。

静置5 min后,测定吸光度。

7.2.3 吸光度的测定

试样比色液(7.2.2)放置5 min后,按7.1.2同样条件,测定其吸光度。

同时测定试剂空白溶液的吸光度。

由试样比色液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度得到样品的净吸光度。

8 分析结果的表述

8.1 计算

根据7.2.3所测得的净吸光度,在标准曲线(7.1.3)上查出相应的TBC质量,并按式(1)计算:

$$c = 1\,000 \times m/V \cdot \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——丁二烯中TBC含量,mg/kg;

m ——从标准曲线上查出的TBC质量,mg;

V ——试样体积,mL;

ρ ——试样在(7.2.1)条所测温度下的密度(见表2),g/mL。

表2 在不同温度下液态丁二烯的密度

温度,℃	密度,g/mL	温度,℃	密度,g/mL
-45	0.695 8	-20	0.668 1
-40	0.690 3	-15	0.662 5
-35	0.684 8	-10	0.656 8
-30	0.679 3	-5	0.651 0
-25	0.673 7	0	0.645 2

8.2 分析结果的表述

对于任一试样,测定结果按 GB/T 8170 的规定进行修约,精确至 0.1 mg/kg,并以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。

9 精密度

9.1 重复性

在同一试验室,由同一操作者采用同一仪器和设备,对同一试样相继做两次重复测定所得结果之差应不超过表 3 规定的数值(95%置信水平)。

表 3

TBC 含量范围,mg/kg	重复性,mg/kg
50~300	12
<50	8

9.2 再现性

待确定。

10 报告

试验报告应包括以下内容:

- 有关试样的全部资料(名称、批号、采样日期、采样地点等);
- 本标准代号;
- 分析结果;
- 测定过程中所观察到的任何异常现象的说明;
- 分析人员姓名、分析日期。