

ICS 71. 100. 40
G 70
备案号:38684—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4450—2012

纺织染整助剂 树脂整理剂中游离 乙二醛的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries——Determination of free
glyoxal in resin agent

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会(SAC/TC134/SC1)归口。

本标准起草单位：浙江三元纺织有限公司、浙江传化股份有限公司、浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李益民、陈红梅、谢维斌、胡建刚、吴良华、王伟。

纺织染整助剂 树脂整理剂中游离乙二醛的测定

1 范围

本标准规定了纺织染整助剂树脂整理剂中游离乙二醛含量的测定方法。
本标准适用于纺织染整助剂树脂整理剂中游离乙二醛含量的测定。

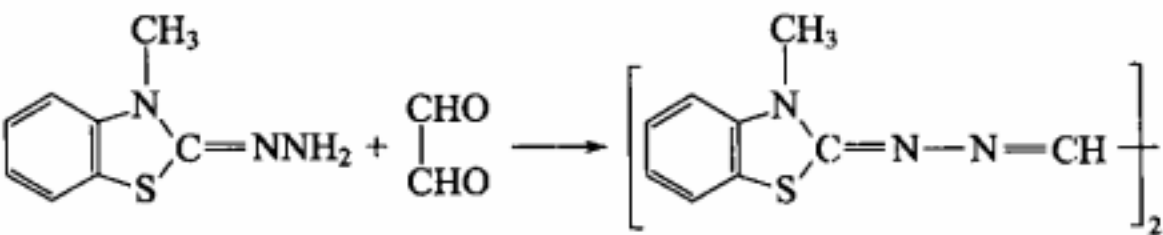
2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

提取样品中的乙二醛,用乙酸溶液溶解后,与 HMBT(2-胍基-2,3-二氢-3-甲基苯丙噻唑盐酸盐)在乙酸溶液中反应,生成一种黄色染料产物,根据分光光度法测定其含量。反应式如下:



注:HMBT 也称作 MBTH,即酚试剂(3-甲基-2-苯丙噻唑脒盐酸盐),HMBT 与甲醛反应后为无色,对乙二醛测定无干扰。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

- 4.1 乙酸;
- 4.2 乙二醛溶液,40 %(质量分数);
- 4.3 HMBT 溶液,称取 0.1 g HMBT,加入 40 g 冰醋酸,用 10 mL 水溶解;
- 4.4 乙酸溶液,50 %(体积分数);
- 4.5 乙二醛标准储备液,4 mg/mL:称取 40 %乙二醛溶液(4.2)2 g,用水稀释至 200 mL,并按照附录 A 的规定进行标定;
- 4.6 乙二醛标准工作溶液,8 μg/mL:取乙二醛标准储备液(4.5)2.0 mL 用水稀释至 1 000 mL 备用;该溶液需现配现用。

5 仪器与设备

- 5.1 紫外可见分光光度计,样品池厚度为 1 cm;
- 5.2 电子天平,感量 0.000 1 g;
- 5.3 恒温水浴锅,80 ℃±2 ℃;
- 5.4 移液管,2 mL,5 mL;
- 5.5 容量瓶,25 mL,200 mL,1 000 mL。

6 测试步骤

6.1 乙二醛的萃取

称取适量的树脂整理剂试样(精确到 0.000 1 g),用去离子水稀释定容至 100 mL,摇匀备用。

6.2 乙二醛与 HMBT 的衍生

取 2 mL 萃取液(6.1),加入 5 mL HMBT 溶液(4.3)于 25 mL 容量瓶中,在 80 ℃水浴中反应 5 min 后,取出,用自来水快速冷却 10 min,室温下放置 15 min,用乙酸溶液(4.4)定容至刻度,以水为参比,在 405 nm 下测定其吸光度。

6.3 标准工作曲线

取乙二醛标准工作溶液(4.6)0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL,按照步骤 6.2 进行反应后,测定其 405 nm 处吸光度,绘制浓度-吸光度曲线。

7 结果计算

样品中游离乙二醛含量以 c 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按照式(1)计算:

$$c = \frac{c_s V \times 50}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_s ——由标准工作曲线中读出的乙二醛浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——定容体积(25 mL),单位为毫升(mL);

50——换算因子(即总萃取液与实际测试取液量的换算倍数);

m ——试样质量,单位为克(g)。

取两次平行测定的算术平均值,按 GB/T 8170—2008 修约至整数为测定结果。

8 报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样的描述;
- b) 使用本标准的编号;
- c) 试验方法及结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

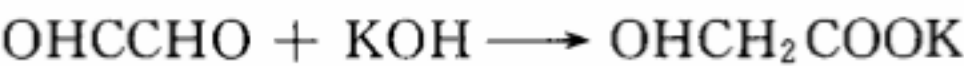
附 录 A
(规范性附录)
乙二醛溶液的标定

A.1 总则

为了在比色分析中做精确的标准曲线,含量为 4 mg/mL 的乙二醛标准储备溶液应进行精确标定。

A.2 原理

根据 Cannizarro 反应机理,乙二醛与强碱氢氧化钾反应生成羟基乙酸钾和水,过量的氢氧化钾用硫酸滴定,通过换算得乙二醛的含量。



A.3 设备

- A.3.1 电子天平,感量 0.1 mg;
- A.3.2 移液管,10 mL,25 mL;
- A.3.3 滴定管,50 mL;
- A.3.4 碘量瓶,250 mL;
- A.3.5 容量瓶,200 mL。

A.4 试剂

- A.4.1 乙二醛溶液,40 %;
- A.4.2 溴百里酚蓝指示剂,1 %;
- A.4.3 氢氧化钠溶液,0.1 mol/L;
- A.4.4 氢氧化钾溶液,1 mol/L;
- A.4.5 硫酸标准滴定溶液, $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$;按照 GB/T 601—2002 的相关规定制备及标定。

A.5 测试步骤

称取乙二醛溶液(40 %)2 g,精确到 0.000 1 g,用去离子水稀释至 200 mL;移取 25 mL 该稀释液于碘量瓶中,滴加 1 %的溴百里酚蓝指示剂 2~3 滴,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠滴至浅蓝色,以调节乙二醛溶液为中性;移取 10.0 mL 1 mol/L 的氢氧化钾溶液于碘量瓶中,常温下放置 20 min,用硫酸标准滴定溶液(A4.5)滴定至浅蓝色为终点。同时做空白试验。

A.6 结果计算

乙二醛溶液的浓度以 X 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按照式(A.1)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \times 58.04 \times 1\,000}{25} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗的硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V ——滴定试样试验消耗的硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)
- $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 58.04——乙二醛的相对分子质量,单位为克每摩尔(g/mol);

25——滴定乙二醛溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算三次测定的平均值,测定结果之间的绝对误差不大于 0.05 mL,根据式(A.1)计算乙二醛的精确浓度,绘制乙二醛标准工作曲线。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
纺织染整助剂 树脂整理剂中游离
乙二醛的测定

HG/T 4450—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 9 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1528

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：10.00 元

版权所有 违者必究