



中华人民共和国国家标准

GB/T 14571.4—2022

代替 GB/T 14571.4—2008

工业用乙二醇试验方法 第 4 部分：紫外透光率的测定 紫外分光光度法

Test method of ethylene glycol for industrial use—
Part 4: Determination of ultraviolet transmittance—
Ultraviolet spectrophotometric method

2022-04-15 发布

2022-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 14571《工业用乙二醇试验方法》的第4部分。GB/T 14571 已经发布了以下部分：

- 第1部分：酸度的测定 滴定法；
- 第2部分：纯度和杂质的测定 气相色谱法；
- 第3部分：醛含量的测定；
- 第4部分：紫外透光率的测定 紫外分光光度法；
- 第5部分：氯离子的测定 离子色谱法。

本文件代替 GB/T 14571.4—2008《工业用乙二醇紫外透光率的测定 紫外分光光度法》，与 GB/T 14571.4—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了直接测定和报告各个波长处的紫外透光率的规定(见第4章、8.3.1、9.1)；
- b) 更改了“氧化钛标准溶液、重铬酸钾标准溶液、碘化钠标准溶液”的配制依据(见 5.7、5.8、5.9，2008年版的 4.2、4.4、4.6)；
- c) 更改了“紫外分光光度计”仪器性能要求(见 6.1，2008年版的 5.1)；
- d) 更改了“仪器”(见第6章，2008年版的第7章)；
- e) 增加了“石英吸收池”的配对要求(见 6.2)；
- f) 更改了氮气吹扫流速和时间(见 8.2.2，2008年版的 8.2)；
- g) 增加了直接测定试样紫外透光率的步骤(见 8.3.1)；
- h) 更改了“试验数据处理”的表述(见第9章，2008年版的第10章)；
- i) 更改了精密度(见第10章，2008年版的第11章)；
- j) 增加了“质量控制和保证”(见第11章)；
- k) 更改了“参比水吸光度的测定方法”(见附录 A，2008年版的附录 B)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本文件主要起草人：许竞早、张育红、王川、彭振磊、李诚炜。

本文件于 2008 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

GB/T 14571《工业用乙二醇试验方法》包括工业用乙二醇配套方法标准,为了方便管理和使用,由以下部分组成。

- 第 1 部分:酸度的测定 滴定法。是将试样溶于水中,采用酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的酸,以乙酸计量试样中的酸度。
- 第 2 部分:纯度和杂质的测定 气相色谱法。是采用配置火焰离子化检测器的气相色谱仪将乙二醇与各杂质组分在色谱柱上有效分离,根据校正面积归一化法计算乙二醇纯度及各杂质的含量。
- 第 3 部分:醛含量的测定。包括分光光度法和液相色谱法。其中分光光度法是将试样中脂肪族醛与 3-甲基-2-苯并噻唑啉酮腈(MBTH)反应,经氯化铁氧化生成蓝—绿色耦合阳离子,在波长 620 nm 处用分光光度计测量吸光度,标准曲线法定量。液相色谱法是将试样中的脂肪族醛经 2,4-二硝基苯肼衍生后形成的腙衍生物注入液相色谱仪中进行分离,采用紫外检测器进行检测,标准曲线法定量。
- 第 4 部分:紫外透光率的测定 紫外分光光度法。是将试样置于石英吸收池中,以水为参比,测定其在规定波长处的紫外透光率。
- 第 5 部分:氯离子的测定 离子色谱法。是将试样由淋洗液经六通阀载入阴离子交换柱,分离氯离子与其他阴离子,用电导检测器检测,标准曲线法定量。

工业用乙二醇试验方法

第4部分：紫外透光率的测定

紫外分光光度法

警告：本文件并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施，保证符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了工业用乙二醇在 200 nm~350 nm 波长范围内紫外透光率的测定方法。

本文件适用于工业用乙二醇紫外透光率的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3723 工业用化工产品采样安全通则

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

将试样置于 10 mm 石英吸收池中，以水为参比，直接测定其在 220 nm、250 nm、275 nm 和 350 nm 处紫外透光率，也可测定其在上述波长处的吸光度，计算得到紫外透光率。必要时，可通入氮气脱除试样中的溶解氧，再测定其紫外透光率。

5 试剂或材料

5.1 除另有注明外，所用试剂均为分析纯。

5.2 氧化钛波长校准滤光片：经校准合格。

5.3 紫外光区透射比滤光片：经校准合格。

5.4 截止滤光片。

5.5 异辛烷：光谱纯。

- 5.6 萘溶液(1 mg/L):市售或溶解 1 mg 萘于 1 000 mL 光谱纯异辛烷中。
- 5.7 氧化钛标准溶液(40 g/L):市售或按 JJG 178—2007 中 C.4 配制。
- 5.8 重铬酸钾标准溶液(60.00 mg/L):市售或按 JJG 178—2007 中 C.3 配制。
- 5.9 碘化钠标准溶液(10 g/L):按 JJG 178—2007 中 C.1 配制。
- 5.10 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数),无油。
- 5.11 参比水:符合 GB/T 6682 规定的一级水,且在 220 nm 的吸光度不大于 0.01。水的吸光度应按照附录 A 检测。

6 仪器

6.1 紫外分光光度计

双光束,测定波长 200 nm~400 nm,吸光度精度优于 0.001。仪器工作波长划分为两段,分别是 A 段(190 nm~340 nm)、B 段(340 nm~400 nm)。A 段波长准确度为 ± 0.5 nm,波长重复性为 ≤ 0.2 nm;透射比准确度为 $\pm 0.5\%$,透射比重复性 $\leq 0.2\%$ 。B 段波长准确度为 ± 1.0 nm,波长重复性为 ≤ 0.5 nm;透射比准确度为 $\pm 0.5\%$,透射比重复性 $\leq 0.2\%$ 。在 220 nm 处杂散光不大于 0.1%。

6.2 石英吸收池

光径为 10 mm ± 0.01 mm 的石英吸收池和光径 20 mm ± 0.01 mm 的石英吸收池。

以空气为参比,10 mm 的参比池和样品池在待测的各个波长处的吸光度差值不超过 0.002。

以空气为参比,20 mm 的吸收池与 10 mm 的参比池在待测的各个波长处吸光度差值不超过 0.002。

6.3 氮气吹脱装置

将无油减压阀固定在氮气钢瓶上或氮气管道,并通过适当材质的管线(如聚乙烯管)与流量控制阀及插入 25 mL 容量瓶或锥形瓶中的收口玻璃管(6.6)相连。各部件需清洁、无污染。试样应避免与含增塑剂的塑料制品接触。

6.4 试剂瓶

容量至少 500 mL,配备密封性较好的瓶盖。

6.5 容量瓶或锥形瓶

容量 25 mL。

6.6 收口玻璃管

胶头滴管玻璃部分。



7 采样

按 GB/T 3723 和 GB/T 6680 的规定,以平缓流速采取样品,当液面与瓶口的距离少于 10 mm 时,停止采样,立即加盖保存样品。样品应避免剧烈振荡,并尽快分析。

8 试验步骤

8.1 试验准备

8.1.1 开机准备

仪器开机进入硬件自检,稳定一段时间后,设置仪器参数,采用 2.0 nm 的带宽。

8.1.2 仪器核查

8.1.2.1 波长准确度

可使用萘溶液(5.6),检验光度计在 220 nm 处的波长准确度。以光谱纯异辛烷为参比,用 10 mm 吸收池测定萘的最大吸收波长(应为 220.6 nm),测定值应在 $220.6 \text{ nm} \pm 0.3 \text{ nm}$ 范围内,否则应在低于此测定值 0.6 nm 的波长处测定乙二醇试样的吸光度。

也可使用氧化钛标准溶液(5.7)或氧化钛波长校准滤光片(5.2)检验波长准确度,应满足 6.1 的要求。

注:乙二醇的吸光度在 220 nm 附近变化较大,光度计在 220 nm 处的波长准确性对检测结果有较大影响。

8.1.2.2 透射比准确度

用重铬酸钾标准溶液(5.8)或紫外光区透射比滤光片(5.3),检验光度计透光率准确度,应满足 6.1 的要求。



8.1.2.3 杂散光

用碘化钠标准溶液(5.9),或截止滤光片(5.4)测定光度计在 220 nm 处的透射比(即杂散光),应满足 6.1 的要求。

8.1.3 玻璃器皿准备

使用盐酸-水-甲醇溶液(1:3:4,体积比)或铬酸洗液,彻底清洗吸收池及其他玻璃器皿。

8.2 试样预处理

8.2.1 对于从生产装置上直接采得的新鲜乙二醇试样,可按 8.3.1 和 8.3.2 测定所采集的试样的紫外透光率或吸光度。对于经过贮存和运输的乙二醇试样,或试样在 220 nm 处的透光率低于规定的界限值(如产品指标),可按 8.2.2 要求,对试样进行预处理。

8.2.2 用氮气彻底吹扫管路,在 25 mL 容量瓶或锥形瓶中加入约 20 mL 乙二醇试样,用一个干净的收口玻璃管(6.6)向试样底部通入流速 150 mL/min 氮气 10 min,具塞保存。

注:乙二醇在远紫外区 180 nm 处有一吸收峰。当试样中有溶解氧(空气)时,溶解氧与乙二醇发生缔合,导致乙二醇的吸收峰向长波方向转移,并使乙二醇在 220 nm 处的透光率降低。因此向试样中通入氮气可排除溶解氧对 220 nm 处乙二醇透光率的影响。

8.3 试样分析

8.3.1 直接法

在两个配对的 10 mm 石英吸收池中装入参比水(5.11)。将吸收池放入光度计的池架中,注意吸收池的方向,校正 220 nm、250 nm、275 nm 和 350 nm 波长处的透光率为 100%。将样品池中的水倒出,

用氮气干燥。在样品池中装入待测试样,以参比水(5.11)为参比,测定并记录各波长处试样的紫外透光率。注意池架中吸收池的方向应保持不变,进行每组测定时应更换参比池中的水,测定结束后,倒空试样并用水清洗吸收池,浸泡在水中。

注:转移试样时应十分小心,以免产生气泡,影响测试结果。

8.3.2 吸光度法

在两个配对的 10 mm 石英吸收池装入参比水(5.11)。将吸收池放入光度计的池架中,注意吸收池的方向,并测定 220 nm、250 nm、275 nm 和 350 nm 波长处的吸光度。以吸光度值较高的吸收池作为样品池,另一个作为参比池,记录吸光度值作为在不同波长处吸收池的校正值。将样品池中的水倒出,用氮气干燥。在样品池中装入待测试样,以参比水(5.11)为参比,测定并记录各波长处试样的吸光度值。注意池架中吸收池的方向应保持不变,进行每组测定时应更换参比池中的水,测定结束后,倒空试样并用水清洗吸收池,浸泡在水中。

注:转移试样时避免产生气泡,影响测试结果。

9 试验数据处理

9.1 若采用 8.3.1 测定,则直接报告试样在相关波长处的透光率。

9.2 如采用 8.3.2 测定,按式(1)计算 10 mm 光径下试样在各波长处的净吸光度(A_λ)。

$$A_\lambda = A_S - A_C \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_λ ——在相关波长处测定的试样的净吸光度;

A_S ——在相关波长处测定的试样的吸光度;

A_C ——在相关波长处吸收池的吸光度校正值。

按式(2)计算 10 mm 光径下试样在各波长处的透光率(T_λ),数值以 % 表示。

$$T_\lambda = 10^{2-A_\lambda} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T_λ ——在相关波长处测定的试样的紫外透光率;

A_λ ——在相关波长处测定的试样的净吸光度。

9.3 分析结果

取两次重复测定结果的算术平均值报告试样在相关波长处的透光率,按 GB/T 8170 的规定修约,精确至 0.1%。

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,按照相同的测试方法,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的绝对差值不大于表 1 规定的重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5% 为前提。

10.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者操作不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试所获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 1 规定的再现性限(R),以大于再现性限(R)的

情况不超过 5%为前提。

表 1 乙二醇紫外透光率的重复性限和再现性限

波长/nm	重复性限(<i>r</i>)/%	再现性限(<i>R</i>)/%
220	1.7	3.0
250	1.7	2.9
275	0.7	1.2
350	0.6	0.9

11 质量控制和保证

可定期采用萘溶液(5.6)、氧化钛标准溶液(5.7)或氧化钛波长校准滤光片(5.2)按照 8.1.2.1 检验光度计波长准确度,采用重铬酸钾标准溶液(5.8)或紫外光区透射比滤光片(5.3)按照 8.1.2.2 检验光度计透射比准确度。

12 报告

报告应包括下列内容:

- a) 有关样品的全部资料,例如,样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等;
- b) 本文件编号;
- 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
(规范性)
参比水吸光度的测定方法

A.1 吸收池校零

以空气为参比,将符合 6.2 规定的 10 mm 吸收池与 20 mm 吸收池在待测的各个波长处自动校零。

A.2 水吸光度的测定

将待测水样分别注入上述 10 mm 和 20 mm 光径的石英吸收池中,分别在 220 nm 和 254 nm 处,以 10 mm 吸收池中的水为参比,测定 20 mm 吸收池中水样的吸光度。
