

ICS 71.100.99  
G 74



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31589—2015

GB/T 31589—2015

## 活化 MDEA 脱硫脱碳剂化学成分 分析方法

Analytical method of chemical composition for activated MDEA decarbonization  
desulfurization agent

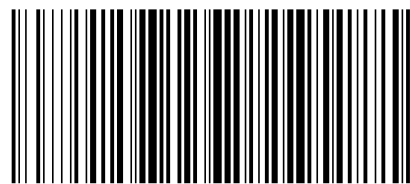
中华人民共和国  
国家标准  
活化 MDEA 脱硫脱碳剂化学成分  
分析方法  
GB/T 31589—2015

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2015 年 6 月第一版 2015 年 6 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-51736 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 31589—2015

2015-06-02 发布

2015-12-01 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

## 9 氯(Cl)质量分数的测定

### 9.1 原理

在硝酸介质中,试样中的氯化物与加入的硝酸银形成氯化银沉淀,通过与标准比浊液比较,测定试样中氯化物(Cl)的含量。

### 9.2 试剂

9.2.1 硝酸溶液:1+2。

9.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

9.2.3 氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL。

9.2.4 氯化物(Cl)标准溶液:10 μg/mL。

用移液管移取 10.00 mL 氯化物标准溶液(见 9.2.3)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液使用时配制。

### 9.3 分析步骤

#### 9.3.1 标准比浊液制备

用移液管移取氯化物标准溶液(见 9.2.4)0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL,分别置于 25 mL 比色管中,加水稀释至约 20 mL,然后分别加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,再用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

#### 9.3.2 试样的制备

称取一定量的试样,使其相应的氯含量为 5 μg~25 μg,精确至 0.01 g,置于 25 mL 比色管中,加水至体积约 10 mL,用硝酸溶液调试样溶液 pH 约为 7(用精密 pH 试纸检查),加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,再用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

用目视比浊法与标准色阶比较,测得氯含量。

### 9.4 结果计算

氯的质量分数  $w_5$ ,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$m$  ——从标准色阶上查得的氯质量的数值,单位为微克(μg);

$m_0$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留 1 位有效数字。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定。

表 2 氯质量分数的测定结果的允许绝对差值

氯(Cl)质量分数/%	允许绝对差值/%
<0.001	≤0.000 1
≥0.001	≤0.000 3

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、四川省精细化工研究设计院、山东省产品质量监督检验研究院、中国石油天然气研究院。

本标准主要起草人:孙雪玲、李世荣、裴祎荣、毛松柏、邱爱玲、江宁、朱道平、陈庆梅、颜晓琴。

## 7.2 试剂

7.2.1 双氧水。

7.2.2 盐酸:1+1。

7.2.3 抗坏血酸:100 g/L,用时现配。

7.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

7.2.5 1,10-菲罗啉溶液:1 g/L。

称取 0.10 g 1,10-菲罗啉,加少量水振摇至溶解,用水稀释至 100 mL,避光保存。

7.2.6 铁标准溶液:0.1 mg/mL。

7.2.7 铁标准溶液:10 μg/mL。

量取 10.00 mL 铁标准溶液(见 7.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

## 7.3 仪器

分光光度计:具有 510 nm 波长。

## 7.4 分析步骤

### 7.4.1 工作曲线的绘制

量取铁标准溶液(见 7.2.7)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL,分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 60 mL,用盐酸溶液调至 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检查)。向每个容量瓶中依次加入 1 mL 抗坏血酸、10 mL 1,10-菲罗啉溶液和 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,每加一种试剂均需摇匀,用水稀释至刻度,摇匀后放置不少于 15 min。

在分光光度计 510 nm 波长处,用 3 cm 比色皿,以空白溶液作参比,测定溶液的吸光度。

以所得的吸光度值为纵坐标,对应的铁的质量为横坐标,绘制工作曲线。

### 7.4.2 试样的测定

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 200 mL 烧杯中,用少量的水冲洗杯壁,加 7 mL 双氧水充分搅拌 2 min~3 min,用约 20 mL 水冲洗杯壁,盖上表面皿,在电热板上缓慢加热,当溶液体积约为 40 mL 时,加入 2 mL 盐酸,保持沸腾 1 min,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

量取一定量的试料溶液,使其相应的铁质量在 0 μg~20 μg,于 100 mL 容量瓶中,按 7.4.1 中“用水稀释至约 60 mL……测定溶液的吸光度”的步骤进行。从工作曲线上查出被测溶液中铁的质量。

## 7.5 结果计算

铁的质量分数  $w_3$ ,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$m$  ——从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为微克(μg);

$m_0$  ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留 1 位有效数字。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%。

# 活化 MDEA 脱硫脱碳剂化学成分 分析方法

**警告**——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

## 1 范围

本标准规定了活化 MDEA 脱硫脱碳剂化学成分分析方法。

本标准适用于活化 MDEA 脱硫脱碳剂产品中总胺、*N*-甲基二乙醇胺(MDEA)、铁、水分、氯(Cl)质量分数的测定。

## 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 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- 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

## 3 一般规定

3.1 本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

3.2 本标准所用的盐酸-乙二醇异丙醇标准滴定溶液的浓度,是指 20 ℃时的浓度。在标准滴定溶液标定、直接制备和使用时若温度有差异,应按附录 A 补正。

## 4 采样

按照 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行,所采样品总量不得少于 2 L。将样品充分混匀后,分装于两个洁净带有磨口塞的玻璃瓶中,备用。

## 5 总胺质量分数的测定

### 5.1 原理

采用酸碱中和法,以溴甲酚绿-甲基红为指示剂,用硫酸标准滴定溶液滴定,测定溶液中的总胺含量。