



工业用裂解碳四中 α -炔烃
含量的测定 硝酸银法

SH/T 1145—92

Cracking C₄ fraction for industrial use
—Determination of alpha acetylenes
—Silver nitrate method

20002088

1 适用范围

本标准适用于工业用裂解碳四馏分中 α -炔烃含量的测定,也适用于其他碳四烃中 α -炔烃的测定。

2 方法原理

蒸发试样,用吸收瓶依次把碱性物质、羰基化合物、亚硫酸气、硫化氢及硫醇类物质除去后,用硝酸银乙醇溶液捕集炔烃类物质,用碱标准溶液滴定捕集液,根据碱标准溶液的消耗量算出 α -炔烃的含量。

3 试剂

本标准所列试剂,除特殊规定外均系分析纯试剂。

3.1 95%乙醇(GB 679—80)。

3.2 溴酚蓝指示剂

0.4g 溴酚蓝(HG 3—1224—79)溶于500ml乙醇(3.1)中,加蒸馏水稀释至1000ml。

3.3 混合指示剂

1.0g 甲基红(HG 3—958—76)及0.5g 亚甲基蓝(HGB 3394—60),用乙醇(3.1)溶解并稀释至1000ml。

3.4 硝酸银乙醇溶液

25g 硝酸银(GB 670—77)溶解于200ml蒸馏水中,用乙醇(3.1)稀释至1000ml,保存在棕色瓶中。

注:硝酸银乙醇溶液容易变质,不宜长时间保存。

3.5 氢氧化钠(GB 629—81)溶液

3.5.1 0.05N 或 0.02N 氢氧化钠标准溶液:按 GB 601—77《标准溶液制备方法》配制和标定。

3.5.2 10% (mV) 氢氧化钠溶液。

3.6 (1+9) 硫酸溶液。

3.7 25% (mV) 亚硫酸氢钠溶液。

注:亚硫酸氢钠应当天配制。其更换周期取决于进样量及样品中羰基化合物的含量。

3.8 硫酸亚铁溶液

25g 硫酸亚铁(GB 664—77)溶于100ml硫酸(3.6)中,用蒸馏水稀释至500ml。

3.9 氮气,纯度99%以上。

4 仪器

- 4.1 三角烧瓶：容量 500ml，能导入气体并备有玻璃磨口旋塞。
- 4.2 吸收瓶：容量 250ml，配有玻璃磨口旋塞，进气管末端熔有 40~60 目的玻璃砂芯。
- 4.3 滴定管：碱式，容量 50ml。
- 4.4 容量瓶：容量 1000 或 2000ml。
- 4.5 天平：感量 0.1g。
- 4.6 两通针：7 号医用麻醉针 (ZY 76) 改制。
- 4.7 进样瓶：容量为 20~50ml，由硬质玻璃加工而成，出口端由压帽及硅橡胶垫密封，如图 1 所示，耐压程度可满足碳四试样的要求。

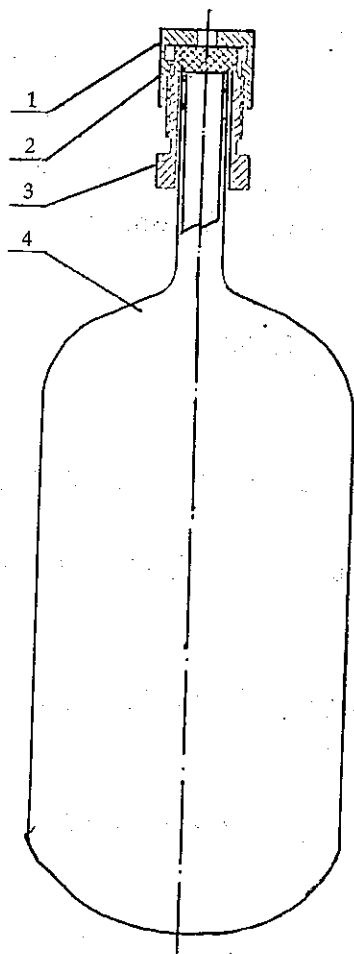


图 1 进样瓶结构示意图

1—螺帽；2—垫片；3—接头；4—玻璃瓶

5 操作步骤

5.1 准备工作

5.1.1 把 120ml 硫酸 (3.6) 加入到第 1 个吸收瓶 (4.2) 中并滴加 3 滴溴酚蓝指示剂 (3.2)。第 2 个吸