

ICS 71.040.30
G 63
备案号:15052—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3499—2004

代替 HG/T 3499—1983

化学试剂 1,4-二氧六环

Chemical reagent
1,4-Dioxane

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准分析纯与 ISO 6353-3—1987《化学分析试剂 第3部分：规格 第二批》中 R60“1,4-二氧六环”的一致性程度为非等效。

本标准代替 HG/T 3499—1983《化学试剂 1,4-二氧六环》，与 HG/T 3499—1983 相比主要变化如下：

- 将分析纯含量规格由 99.0%，调整为 99.5%（前版标准的 1.1，本版标准的 4）；
- 将项目名称“凝固点”改为“结晶点”，规格由分析纯 10.5℃～11.8℃，化学纯 9.5℃～11.8℃调整为分析纯 ≥11℃，化学纯 ≥9.5℃（原版标准的 1.2，本版标准的 4）；
- 将分析纯水分规格由 0.3%，调整为 0.1%（前版的 1.3，本版的 4）；
- 分析纯增加“色度”一项，规格为 ≤10 黑曾单位（本版的 4）；
- 分析纯增加“密度”一项，规格为 1.030～1.035（本版的 4）；
- 分析纯增加“铁”一项，规格为 ≤0.0001（本版的 4）；
- 游离酸（以 CH_3COOH 计）项目名称改为“酸度（以 H^+ 计）”，规格由分析纯 ≤0.01%，化学纯 ≤0.015% 调整为分析纯 ≤0.2 mmol/L，化学纯 ≤0.3 mmol/L（前版标准的 1.3，本版标准的 4）；
- 将过氧化物（以 H_2O_2 计）分析纯规格 ≤0.02%，调整为 ≤0.005%（前版的 1.3，本版的 4）。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、天津市化学试剂一厂。

本标准主要起草人：关瑞宝、强京林、荀银香、姚荣跃。

本标准于 1960 年首次发布，1983 年第一次修订。

化学试剂

1,4-二氧六环

1 范围

本标准规定了化学试剂 1,4-二氧六环的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 605—1988 化学试剂 色度测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 606—1988 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 611—1988 化学试剂 密度测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 618—1988 化学试剂 结晶点测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)
- GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9736—1988 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 9740—1988 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 性状

示性式: $(C_2H_4)_2O_2$

相对分子质量: 88.11(根据 1999 年国际相对原子质量)

本试剂为无色、蒸气有毒的易燃液体。能与水及多种有机溶剂混溶。易吸收氧并生成过氧化物。

4 规格

1,4-二氧六环的规格见表 1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
1,4-二氧六环 $[(C_2H_4)_2O_2]$, %(质量分数)	≥ 99.5	98.5
色度/黑曾单位	≤ 10	—
密度(20℃), g/mL	1.030~1.035	—
结晶点, °C	≥ 11.0	9.5
蒸发残渣, %(质量分数)	≤ 0.005	0.01
酸度(以 H^+ 计), mmol/100g	≤ 0.2	0.3
水分(H_2O), %(质量分数)	≤ 0.1	0.4
过氧化物(以 H_2O_2 计), %(质量分数)	≤ 0.005	—
铁(Fe), %(质量分数)	≤ 0.0001	—

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格。样品均按精确至 0.1 mL 量取。本标准中所用溶液以(%)表示的均为质量分数。

5.2 含量

按 GB/T 9722—1988 的规定测定。

5.2.1 测定条件

检测器:火焰离子化检测器;

载气及流速:氮气,4.1 cm/s;

柱内径:3 mm;

柱长(不锈钢柱):3 m;

固定相:10%苯基甲基硅油(含苯基 5%)涂于 101 白色硅藻土载体[0.18 mm~0.25 mm(60~80 目)]于 160℃ 老化 4h 以上;

柱温度:80℃;

汽化室温度:150℃;

检测器温度:150℃;

进样量:0.5 μL;

色谱柱有效板高: $H_{eff} \leq 1.14$ mm;

不对称因子: $f \leq 1$;

难分离物质对的分离度 $R \geq 1.5$ 。

5.2.2 定量方法

按 GB/T 9722—1988 中 8.2 的规定测定。

5.3 色度

按 GB/T 605—1988 的规定测定。

5.4 密度

按 GB/T 611—1988 中 5.1 的规定测定。

5.5 结晶点

按 GB/T 618—1988 的规定测定。

5.6 蒸发残渣

量取 19.5 mL(20 g)样品,按 GB/T 9740—1988 的规定测定。

5.7 酸度

按 GB/T 9736—1988 中 6.1 的规定测定。其中:量取 100 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴酚酞指示液(10g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.02$ mol/L]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s,加入 19.5 mL(20g)样品,摇匀,用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.02$ mol/L]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。结果按 GB/T 9736—1988 第 7 章中“水溶性样品”的规定计算。

5.8 水分

按 GB/T 606—1988 的规定测定。其中:量取 9.8 mL(10 g)样品,以 10 mL 甲醇为溶剂。

5.9 过氧化物

量取 4.9 mL(5g)样品,置于碘量瓶中,加入 50 mL 碘化钾溶液(20 g/L),2.5 mL 硫酸溶液(20%),盖上瓶盖,摇匀,于暗处放置 10 min,加 1 mL 淀粉指示液(10 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.02$ mol/L]滴定至溶液呈无色。

过氧化氢的质量分数 w , 数值以“%”表示, 按式(1)计算:

$$w = \frac{V_c M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——过氧化氢摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(1/2H_2O_2) = 17.01$];

m ——样品质量的准确数值, 单位为克(g)。

注意安全: 1,4-二氧六环在空气中, 易形成过氧化物, 因此, 不是新制备的 1,4-二氧六环的蒸发或蒸馏是危险的。过氧化物含量可用以上方法测定, 但安全的上限值是不确定的。

5.10 铁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源: 铁空心阴极灯;

波长: 248.3nm;

火焰: 乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

量取 19.5 mL(20g)样品, 加 0.1 mL 碳酸钠溶液(50g/L), 混匀, 于水浴上蒸干, 残渣溶于 10 mL 硝酸溶液(1+19)中, 稀释至 100 mL。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.1 规定测定。

6 检验规则

按 GB/T 619—1988 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 1534 6—1994 的规定进行包装、贮存与运输, 并给出标志, 其中:

包装单位: 第 4 类。

内包装形式: NBY-20、NBY-21、NBY-23、NBY-24、NBY-26、NBY-27、NBY-28、NBY-29;

隔离材料: GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式: WB-1;

标签应注明“易燃物品”。