



中华人民共和国国家标准

GB/T 7717.10—2008
代替 GB/T 7717.10—1994

工业用丙烯腈 第 10 部分：过氧化物含量的测定 分光光度法

Acrylonitrile for industrial use—
Part 10: Determination of content of peroxides—
Spectrophotometric method

2008-06-19 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 7717《工业用丙烯腈》预计分为如下几部分：

- 第 1 部分：规格；
- 第 5 部分：酸度、pH 值和滴定值的测定；
- 第 8 部分：总醛含量的测定 分光光度法；
- 第 9 部分：总氰含量的测定 滴定法；
- 第 10 部分：过氧化物含量的测定 分光光度法；
- 第 11 部分：铁、铜含量的测定 分光光度法；
- 第 12 部分：纯度及杂质含量的测定 气相色谱法；
- 第 15 部分：对羟基苯甲醚含量的测定 分光光度法。

本部分为 GB/T 7717 的第 10 部分。

本部分修改采用 ASTM E 1784:1997(2002)《丙烯腈中总过氧化物含量测定的标准试验方法》(英文版),本部分与 ASTM E 1784:1997(2002)的结构性差异参见附录 A。

本部分与 ASTM E 1784:1997(2002)的主要差异为：

- 规范性引用文件中采用现行国家标准；
- 适用的浓度范围修改为 0.05 mg/kg ~1.0 mg/kg；
- 在无过氧化物丙烯腈的制备中,删除离子交换树脂法;将碱洗蒸馏法中的碱液浓度降低到 7% (质量分数),删除水洗、增加无水氯化钙脱水步骤;并明确了活性氧化铝吸附法的制备条件；
- 调整了显色反应试剂的加入顺序；
- 明确规定了加入碘化钾后的摇动时间为 3 min,显色时间改为 40 min；
- 吸收池规格由 1 cm 调整为 2 cm；
- 改变了校准曲线中各浓度点的配制方法；
- 增加了采用高锰酸钾标准滴定溶液标定过氧化氢储备液的方法；
- 采用了自行确定的重复性限(r)。

本部分代替 GB/T 7717.10—1994《工业用丙烯腈中过氧化物含量的测定 分光光度法》。

本部分与 GB/T 7717.10—1994 相比的主要变化如下：

- 适用的浓度范围修改为 0.05 mg/kg ~1.0 mg/kg；
- 将碱洗蒸馏法中的碱液浓度增加到 7% (质量分数),将无水氯化钙脱水时间减少为 4 h;增加了用活性氧化铝制备无过氧化物丙烯腈的方法；
- 加入碘化钾后的摇动时间改为 3 min；
- 吸收池规格由 1 cm 调整为 2 cm；
- 改变了标准溶液的制备方法和校准曲线中各浓度点的配制方式；
- 增加了采用硫代硫酸钠标准滴定溶液标定过氧化氢储备液的方法；
- 重新确定了重复性限(r)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

GB/T 7717.10—2008

本部分起草单位：上海石油化工研究院。

本部分主要起草人：高琼、李唯佳、王川。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

GB 7717.10—1987、GB/T 7717.10—1994。

工业用丙烯腈

第 10 部分:过氧化物含量的测定

分光光度法

1 范围

1.1 本部分规定了测定工业用丙烯腈中过氧化物含量的分光光度法。

本部分适用于过氧化物(以过氧化氢计)含量为 0.05 mg/kg ~1.0 mg/kg 的工业用丙烯腈试样。

1.2 本部分并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任建立适当的安全与健康措施,保证符合国家有关法规的规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 7717 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件,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部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

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 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则

3 方法提要

在乙酸酐的作用下,试样中过氧化物与碘化钾反应,生成黄色的碘三离子(I_3^-)。用分光光度计于波长 365 nm 处测定溶液的吸光度,根据由过氧化氢标准溶液绘制的校准曲线查得试样中过氧化物(以 H_2O_2 计)的含量。

4 仪器

4.1 分光光度计:精度 $\pm 0.001 A$,配置 2 cm 的石英吸收池;

4.2 电子天平:感量 0.1 mg;

4.3 定时器;

4.4 酸度计:精度 0.1 pH;

4.5 具塞锥形瓶:100 mL;

4.6 碘量瓶:250 mL;

4.7 滴定管:25 mL,棕色;

4.8 容量瓶:50 mL、100 mL 和 500 mL 棕色;

4.9 刻度移液管:1 mL;5 mL;

4.10 单标线移液管:0.5 mL、2 mL、5 mL 和 25 mL;

4.11 分液漏斗:1 000 mL;