

中华人民共和国国家标准

工业用丙烯腈中过氧化物含量的测定 分光光度法

GB/T 7717.10—94

代替 GB 7717.10—87

Acrylonitrile for industrial use—
Determination of content of peroxides—
Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用丙烯腈中过氧化物含量测定的分光光度法。

本标准适用于过氧化物含量(以过氧化氢计)大于 0.000 005% (m/m) 的工业用丙烯腈试样。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 3723 工业用化工产品采样的安全通则

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样中的过氧化物与碘化钾反应,产生黄色的碘三离子(I_3^-),用分光光度计在 365 nm 处测定其吸光度。

4 试剂与溶液

除另有注明外,所用试剂均为分析纯,所用的水均符合 GB 6682 规定的三级水规格。

4.1 碘化钾。

4.2 乙酸酐。

4.3 30%过氧化氢。

4.4 硫酸:1:4(V/V)水溶液。

4.5 氢氧化钠:1%(m/m)水溶液。

4.6 无水氯化钙。

4.7 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5KMnO_4)=0.1\text{ mol/L}$]:按 GB 601 规定制备。

4.8 无过氧化物丙烯腈的制备:取 0.5 L 丙烯腈和 1 L 氢氧化钠溶液(4.5)置于同一分液漏斗中,振摇 5 min,静置分层后放出丙烯腈,加入 50 g 无水氯化钙(4.6),放置 8~10 h 后,在全玻璃系统中进行蒸馏,收集沸程为 75.5~79.5℃ 的中间馏分,临用前制备。