



中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.8—2009
代替 GB/T 13255.8—1991

工业用己内酰胺试验方法 第 8 部分：环己酮肟含量的测定

Test methods of caprolactam for industrial use—
Part 8: Determination of cyclohexanone oxime content

2009-05-13 发布

2010-01-01 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

前 言

GB/T 13255《工业用己内酰胺试验方法》分为以下八个部分：

- 第1部分：50%水溶液色度的测定 分光光度法；
- 第2部分：结晶点的测定；
- 第3部分：高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法；
- 第4部分：挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法；
- 第5部分：290 nm 波长处吸光度的测定；
- 第6部分：酸度或碱度的测定；
- 第7部分：铁含量的测定；
- 第8部分：环己酮肟含量的测定。

本部分为 GB/T 13255 的第8部分。

本部分修改采用俄罗斯联邦标准 ГОСТ 26743.6—1985《己内酰胺 环己酮肟含量的测定方法》。

本部分根据 ГОСТ 26743.6—1985 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ГОСТ 26743.6—1985 章条编号的对照一览表。

考虑到我国的国情，本部分在采用 ГОСТ 26743.6—1985 时作了一些编辑性修改，本部分与 ГОСТ 26743.6—1985 的主要技术性差异如下：

- 环己酮肟标准溶液的制备不同，ГОСТ 26743.6—1985 中直接用水溶解，本部分中是先用数滴乙醇溶解后再用水稀释；
 - 结果表述不同，ГОСТ 26743.6—1985 中用质量百分含量表示，本部分中用 mg/kg 表示。
- 本部分代替 GB/T 13255.8—1991《工业己内酰胺 环己酮肟含量的测定》。
- 本部分与 GB/T 13255.8—1991 相比主要变化如下：
- 增加了对天平等级的要求(见 5.3)；
 - 将分析用水的等级界定为“符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水”(1991 版的第 3 章，本版的第 4 章)；
 - 将微量滴定管改为不同规格的 A 级刻度移液管(1991 版的第 4 章，本版的第 5 章)；
 - 对结果中环己酮肟含量的表示方式由“质量分数(10^{-6})”改为“mg/kg”(1991 版的第 6 章，本版的第 7 章)；
 - 将“两次平行测定结果之差不大于 10×10^{-6} ”改为“两次平行测定结果之差不大于 5 mg/kg”(1991 版的第 6 章，本版的第 7 章)；
 - 增加了“报告”(见第 8 章)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本部分起草单位：南京帝斯曼东方化工有限公司。

本部分主要起草人：付慧卿、孙戴诚。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13255.8—1991。

工业用己内酰胺试验方法

第8部分：环己酮肟含量的测定

1 范围

GB/T 13255 的本部分规定了工业用己内酰胺中环己酮肟含量的测定方法中肟酸铁分光光度法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 13255 的本部分的引用而成为本部分的条款。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。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

环己酮肟在酸性介质中水解时生成的羟胺与甲醛在加入过硫酸铵的条件下生成甲酰肟酸（又名甲酰异羟肟酸），甲酰肟酸可与三价铁离子生成红色配合物，在最大吸收波长 500 nm 处，用分光光度计测量吸光度。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.1 过硫酸铵。

4.2 硫酸溶液：1+90。

4.3 甲醛溶液：5+1。

4.4 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶液：100 g/L，称取 10 g 硫酸铁铵加水溶解，稀释至 100 mL，再加入 1.5 mL 硫酸溶液(1+90)混匀，出现混浊时需过滤。

4.5 环己酮肟：在苯中两次重结晶制得。

4.6 环己酮肟标准溶液：100 mg/L，称取 0.100 g 环己酮肟，精确至 0.001 g，置于 50 mL 烧杯中，用数滴乙醇溶解后，用水定量转移至 1 000 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

5 仪器

5.1 分光光度计：精度 $\pm 0.004A$ 。带有 5 cm 吸收池，2 个。

5.2 刻度移液管：A 级，不同规格。

5.3 天平：灵敏度分别为 0.1 g 和 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 工作曲线的绘制

用刻度移液管分别准确移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 环己酮肟标准溶

液于六个 100 mL 容量瓶中,再依次加入 50 mL 水,2 mL 硫酸溶液,5 mL 甲醛溶液,2.5 mL 硫酸铁铵溶液和 1 g 过硫酸铵,混匀,用水稀释至刻度,再混匀。10 min 后,在 500 nm 波长处用 5 cm 吸收池,以水作参比,在分光光度计上测量吸光度。

以环己酮肟含量为横坐标,以相对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.2 测定

称取约 10 g 实验室样品,精确至 0.1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 水使之溶解,再加入 2 mL 硫酸溶液,以下操作按 6.1 所述从“5 mL 甲醛溶液……”开始,到“测量吸光度”为止,进行同样的测定。

按所测得的吸光度在工作曲线上查出试料溶液中环己酮肟含量。

7 结果计算

以 mg/kg 表示的环己酮肟含量 x 按式(1)计算:

$$x = \frac{m_1}{m \times 1\,000} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——在工作曲线上查出的试料溶液中环己酮肟含量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

两次平行测定结果之差不大于 5 mg/kg,取其算术平均值为测定结果。

所得结果应按照 GB/T 8170 修约后表示为整数。

8 报告

报告应包括下列内容:

- a) 有关样品的全部资料,例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等;
- b) 本部分代号;
- c) 分析结果和表示方法;
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明;
- e) 分析人员的姓名及分析日期等;
- f) 任何不包括在本部分中的操作或是试验条件的说明。

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与标准章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ГOCT 26743.6—1985 标准章条编号的对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ГOCT 26743.6—1985 标准章条编号对照

本部分章条编号	对应 ГOCT 26743.6—1985 标准的章条编号
1	1
2	—
3	4
4	5
5	6
6	7
7	8
8	9
