

UDC 678.675
G 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.8—91

工业己内酰胺 环己酮肟含量的测定

Caprolactam for industrial use—
Determination of cyclohexanone oxime content

1991-11-09 发布

1992-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
**工 业 己 内 酰 胺
环 己 酮 肟 含 量 的 测 定**
GB/T 13255.8—91

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话：(010)51299090、68522006

1992年7月第一版

*

书号：155066·1-28887

版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68522006

中华人民共和国国家标准

工业己内酰胺 环己酮肟含量的测定

GB/T 13255.8-91

Caprolactam for industrial use—
Determination of cyclohexanone oxime content

1 主题内容

本标准规定了工业己内酰胺中环己酮肟含量的测定方法——氧肟酸铁分光光度法。

2 方法提要

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氧肟酸(又名甲酰异羟肟酸),甲酰氧肟酸可与三价铁离子生成红色络合物,在最大吸收波长 500 nm 处,用分光光度计测量吸光度。

3 试剂和溶液

本标准所用的试剂和水,均指分析纯试剂和电导率小于 $1.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 的蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 过硫酸铵(GB 655)。

3.2 硫酸(GB 625)溶液:1+90。

3.3 甲醛(GB 685)溶液:5+1。

3.4 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (GB 1279)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(3.2)混匀。出现混浊时需过滤。

3.5 环己酮肟:在苯中两次重结晶制得。

3.6 环己酮肟标准溶液:100 mg/L。

称取 0.100 g 环己酮肟(3.5),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。

4 仪器、设备

4.1 分光光度计:带有 5 cm 吸收池;

4.2 微量滴定管:容积 5 mL,分度值 0.01 mL。

5 分析步骤

5.1 工作曲线的绘制

用微量滴定管分别加入 0,1,2,3,4,5 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。