



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7717.11—2008  
代替 GB/T 7717.11—1994、GB/T 7717.14—1994

## 工业用丙烯腈 第 11 部分：铁、铜含量的测定

### M 分光光度法

专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

Acrylonitrile for industrial use—  
Part 11: Determination of content of iron and copper—  
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 11 部分。

本部分代替 GB/T 7717.11—1994《工业用丙烯腈中铁含量的测定 分光光度法》和 GB/T 7717.14—1994《工业用丙烯腈中铜含量的测定 分光光度法》。

本部分与 GB/T 7717.11—1994 和 GB/T 7717.14—1994 标准相比主要变化如下：

- 将 1994 版二个标准整合成一个标准。为方便操作，主要测定章节按铁、铜独立编写，技术内容基本不变；
- 名称修改为《工业用丙烯腈 第 11 部分：铁、铜含量的测定 分光光度法》；
- 铜含量测定的取样量由“100 g”改为 100 mL；
- 增加了第 3 章“安全”。TTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

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会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本部分起草单位：中国石化上海石油化工股份有限公司。

本部分主要起草人：屈玲娣、唐建忠、陈慧丽、周奎良、陈欢。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 7717.11—1987、GB/T 7717.11—1994；
- GB 7717.14—1987、GB/T 7717.14—1994。

# 工业用丙烯腈

## 第 11 部分：铁、铜含量的测定

### 分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了工业用丙烯腈中铁、铜含量测定的分光光度法。

本部分适用于铁含量大于 0.05 mg/kg、铜含量范围在(0~1)mg/kg 的工业用丙烯腈试样中铁、铜含量的测定。

当铁的含量超过铜含量的 100 倍时,对铜的测定会产生干扰。

#### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

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/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 安全

3.1 工业用丙烯腈属高度危险品,剧毒且易挥发,能通过皮肤及呼吸道为人体吸收,分析应在通风橱中进行,并为接触丙烯腈人员提供保护皮肤和呼吸器官的劳保措施。

3.2 溢出的工业用丙烯腈可在碱性介质中( $\text{pH} > 8.5$ )(用 pH 试纸检验),加入适量漂白粉(次氯酸盐)覆盖、收集,放置 12 h 后清除。所有处理和清除步骤应在通风条件下戴上防毒面具进行。

#### 4 一般规定

除另有注明外,所有试剂均为分析纯,所用的水均符合 GB/T 6682 的三级水规格。

分析中所用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

#### 5 采样

5.1 按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680 的规定采取样品。

5.2 若实验室样品存在雾状混浊或悬浮物,应进行过滤,所得清澈滤液作为试样。

#### 6 铁含量测定

##### 6.1 方法提要

将试样蒸干并用混合酸消化除去有机物,铁转化成水溶性盐,用盐酸羟胺将三价铁离子( $\text{Fe}^{3+}$ )还

原为二价铁离子( $\text{Fe}^{2+}$ ),后者与邻菲罗啉反应生成橙红色络合物,用分光光度计在 510 nm 处测定其吸光度。

## 6.2 试剂与溶液

6.2.1 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ;

6.2.2 盐酸:1+1;

6.2.3 氨水;

6.2.4 混合酸:5 体积硫酸与 2 体积硝酸混合;

6.2.5 高氯酸。

**警告:**高氯酸是腐蚀性液体,对眼睛、皮肤和黏膜有剧烈的刺激性,吸入或进入消化系统具有高毒性。它的各种溶液与有机物接触,有可能形成强烈的爆炸混合物。震动、遇热或发生化学反应都可能促使发生爆炸。与高氯酸反应必须置于合适结构的通风柜中进行。在贮存时,应与可燃物、有机物、强脱水剂、氧化剂及还原剂隔离,并保持冷却状态,但不应低于 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,以免冻裂玻璃容器。

6.2.6 盐酸羟胺溶液(100 g/L):将 25 g 盐酸羟胺溶解于 250 mL 水中;

6.2.7 邻菲罗啉溶液(1 g/L):将 0.5 g 邻菲罗啉溶解于 500 mL 水中。

## 6.3 仪器和设备

6.3.1 分光光度计:配备 3 cm 厚度的比色皿;

6.3.2 分析天平:感量 0.1 mg;

6.3.3 烧杯:50 mL、250 mL;

6.3.4 容量瓶:100 mL、1 000 mL;

6.3.5 移液管:5 mL、10 mL;

6.3.6 量筒:25 mL、100 mL、250 mL;

6.3.7 分度吸管:5 mL、10 mL;

6.3.8 玻璃表面皿:75 mm;

6.3.9 定量滤纸:中速;

6.3.10 加热板:防爆型;

6.3.11 pH 精密试纸。

## 6.4 分析步骤

### 6.4.1 铁标准曲线的绘制

6.4.1.1 按 GB/T 602 制备 0.1 mg/mL 铁离子标准溶液。准确吸取此溶液 10 mL,移入 100 mL 容量瓶,再用水稀释至刻度,即得到 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的铁离子标准溶液。

6.4.1.2 取 5 个 100 mL 容量瓶,依次加入上述标准溶液 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、3.0 mL (含铁量分别为 5  $\mu\text{g}$ 、10  $\mu\text{g}$ 、15  $\mu\text{g}$ 、20  $\mu\text{g}$ 、30  $\mu\text{g}$ ),再各加入 2 mL 盐酸(6.2.2),2 mL 盐酸羟胺溶液(6.2.6)10 mL 邻菲罗啉溶液(6.2.7),用氨水(6.2.3)调节至  $\text{pH}\approx 4$ ,然后用水稀释至刻度,摇匀。同时,另取一个 100 mL 容量瓶,除不加入铁标准溶液外,按相同步骤准备标样空白溶液。

6.4.1.3 上述各溶液在室温下静置 15 min 后,分别注入 3 cm 洁净干燥的比色皿中,在波长 510 nm 处,以水为参比,测定吸光度。以每个铁标准溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度为纵坐标,相应的铁含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,绘制标准曲线。

### 6.4.2 试样中铁的测定

6.4.2.1 准确量取 100 mL 待测试样(5.2)置于 250 mL 烧杯中,用玻璃表面皿盖住,在水浴上蒸干,冷却。然后加入 3 mL 混合酸(6.2.4),在电热板上加热至沸,冷却后小心加入 0.2 mL 高氯酸(6.2.5),加

热至几乎干燥。如果残留物有色,必须重复进行上述酸处理(上述过程都应在通风柜内进行)。符合要求后,使其冷却,用水溶解残留物并移入 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(6.2.6),充分摇匀,再加入 10 mL 邻菲罗啉溶液(6.2.7),用氨水调节至  $\text{pH} \approx 4$ (用精密试纸判断),用水稀释至刻度,摇匀。同时,另取一烧杯,除不加入丙烯腈试样、蒸干、冷却之外,按与上述同样的步骤准备样品空白溶液。

6.4.2.2 上述待测溶液及空白溶液在室温下静置 15 min 后,注入 3 cm 洁净干燥的比色皿中,以水为参比,在波长 510 nm 处,测定吸光度,根据试样的净吸光度数值,在标准曲线上查得铁的含量( $\mu\text{g}$ )。

## 7 铜含量测定

### 7.1 方法提要

将试样蒸干并用混合酸消化除去有机物,铜转化成水溶性的硫酸铜,加入柠檬酸铵进行掩蔽,并把溶液的 pH 值调节至约 9。加入的二乙基二硫代氨基甲酸钠(Sodium diethyldithiocarbamate trihydrate,  $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NS}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 简称 DDTC)与铜离子反应后形成黄色的络合物。用分光光度计在 448 nm 处测定其吸光度。

### 7.2 试剂与溶液

7.2.1 高氯酸(安全要求见 6.2.5);

7.2.2 氨水;

7.2.3 硫酸铜;

7.2.4 混合酸:5 体积硫酸与 2 体积硝酸混合;

7.2.5 柠檬酸铵溶液(200 g/L):将 100 g 柠檬酸铵用适量水溶解后稀释至 500 mL,若有混浊则应进行过滤;

7.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠( $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NS}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) (DDTC)溶液(1 g/L):将 0.5 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠用适量水溶解后稀释至 500 mL;

7.2.7 硝酸溶液:将 250 mL 浓硝酸小心地加入于 580 mL 水中。

### 7.3 仪器和设备

7.3.1 分光光度计:配备 3 cm 光程的比色皿;

7.3.2 pH 测量仪:精度为 0.1 pH 单位;

7.3.3 分析天平:感量 0.1 mg;

7.3.4 过滤漏斗:玻璃材质;

7.3.5 烧杯:50 mL、250 mL;

7.3.6 容量瓶:25 mL、100 mL、500 mL、1 000 mL;

7.3.7 移液管:5 mL、10 mL;

7.3.8 量筒:250 mL;

7.3.9 分度吸管:5 mL;

7.3.10 玻璃表面皿: $\phi 75$  mm;

7.3.11 定量滤纸:中速;

7.3.12 加热板:防爆型。

### 7.4 分析步骤

#### 7.4.1 铜标准曲线的绘制

在进行分析前,应用热的硝酸溶液(7.2.7)洗涤所有玻璃器皿,并用水淋洗,以除去沾污的痕迹量的铜。

7.4.1.1 按 GB/T 602 制备 0.1mg/mL 铜离子标准溶液。准确吸取此溶液 5 mL,移入 100 mL 容量瓶,再用水稀释至刻度,即得到 5 μg/mL 的铜离子标准溶液。并贮存于聚乙烯材质的试剂瓶中,保存期一个月。

7.4.1.2 取 5 个 50 mL 烧杯,依次加入上述铜标准溶液 1.0 mL, 2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL 和 5.0 mL (含铜量分别为 5.0μg,10.0μg,15.0μg,20.0μg,25.0 μg),用水稀释至约为 10 mL,然后各加入 5 mL 柠檬酸铵(7.2.5)溶液,分别用氨水调节各溶液至 pH=9.1±0.1。把这些溶液定量地转入对应的 25 mL 容量瓶中,再各加入 1 mL DDTC(7.2.6)溶液,用水稀释至刻度,摇匀,在室温下静置 5 min。同时,另取一个 50 mL 烧杯,除不加入铜标准溶液外,按相同步骤准备标准空白溶液。

7.4.1.3 用 3 cm 吸收池,在波长 448 nm 处,以水作参比,测量溶液的吸光度。以铜含量(μg)为横坐标,净吸光度(扣除空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 7.4.2 试样中铜的测定

7.4.2.1 准确量取 100 mL 待测试样(5.2)置于 250 mL 烧杯中,用玻璃表面皿盖住,在水浴上蒸干,冷却。加入 3 mL 混合酸(7.2.4),在电热板上加热至沸,直至冒出白色烟雾,并浓缩至溶液体积约(1~2) mL,冷却。如果残留物有色,必须重复进行上述酸处理,或小心加入 0.2 mL 高氯酸进行氧化、加热、冒烟雾至尚存(1~2)mL 溶液(上述过程都应在通风柜内进行)。冷却后,向烧杯缓缓加入 5 mL 水,以溶解残留物。将该溶液定量转移入 50 mL 烧杯中,使其总体积保持约为 10 mL。然后加入 5 mL 柠檬酸铵(7.2.5)溶液,分别用氨水调节溶液至 pH=9±0.1。把这些溶液定量地转入对应的 25 mL 容量瓶中,再加入 1 mL DDTC(7.2.6)溶液,用水稀释至刻度,摇匀,在室温下静置 5 min。同时,另取一个 50 mL 烧杯,除不加入丙烯腈试样、蒸干、冷却之外,按与上述同样的步骤准备样品空白溶液。

7.4.2.2 用 3 cm 吸收池,在波长 448 nm 处,以水作参比,测量溶液的吸光度。根据试样的净吸光度数值,在标准曲线上查得铜的含量(μg)。

### 8 分析结果的表示

#### 8.1 计算

铁或铜含量  $w$ ,数值以 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m}{V \times \rho} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m$ ——由标准曲线上查得的铁或铜含量的数值,单位为微克(μg);

$V$ ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

$\rho$ ——试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。

#### 8.2 结果的表示

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果,其数值按 GB/T 8170 的规定进行修约,精确至 0.01 mg/kg。

### 9 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对值,不应超过下列重复性限( $r$ )[以超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%为前提]:

- 铁                    不大于其平均值的 40%;
- 铜                    不大于其平均值的 30%。

## 10 报告

报告应包括如下内容：

- a) 有关样品的全部资料,例如样品的名称、批号、采样点、采样日期、时间等;
  - b) 本部分编号;
  - c) 分析结果;
  - d) 测定时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。
-

**M** **美析仪器**  
**MACY** MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
工 业 用 丙 烯 腈  
第 11 部 分：铁、铜含量的测定  
分 光 光 度 法  
GB/T 7717.11—2008

\*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-33381 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 7717.11-2008