

ICS 71.080.99

CCS G 17

团 体 标 准

T/QGCML 3887—2024

医用级高纯度己内酰胺

Medical grade high-purity caprolactam

2024 - 03 - 15 发布

2024 - 03 - 30 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 1

5 试验方法 2

6 检验规则 9

7 标志、包装、运输和贮存 10

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由平顶山学院提出。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会归口。

本文件起草单位：平顶山学院、安徽泽升科技股份有限公司、平顶山市化学化工学会。

本文件主要起草人：吴懿波、侯延民、李青彬、李松田、曹萍、徐伏、潘自红、曹云丽。

本文件为首次发布。

医用级高纯度己内酰胺

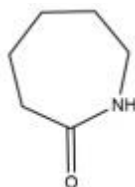
1 范围

本文件规定了医用级高纯度己内酰胺的术语和定义、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于医用级高纯度己内酰胺的生产、检验和销售。

分子式： $C_6H_{11}NO$

结构式：



相对分子质量：113.16 (按2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—2023 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

白色片状或粉末状或颗粒状固体，无可见机械杂质。

4.2 技术要求

产品的技术要求应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项目	指标
50 % 水溶液色度，Hazen 单位(铂-钴色号)	≤2
结晶点，℃	≥68.9
高锰酸钾吸收值	≤4

项目	指标
挥发性碱含量, mmol/kg	≤0.40
290 nm 波长处吸光度	≤0.040
酸度, mmol/kg 或碱度, mmol/kg	≤0.05 ≤0.08
水分, %	≤0.10
铁(Fe)含量, mg/kg	≤0.2
环己酮肟含量, mg/kg	≤15

5 试验方法

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水, 在没有注明其它要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液, 制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按 GB/T 601—2016、GB/T 603—2023 的规定制备。

5.2 外观

在日光或日光灯下目测。

5.3 50% 水溶液色度

5.3.1 原理

用分光光度计测定 50% 己内酰胺水溶液在 390 nm 波长处的吸光度, 将其吸光度乘以常数 150 换算成 Hazen 单位——铂-钴色号的色度。

5.3.2 仪器

分光光度计: 精度 ±0.004A。带有 5 cm 吸收池。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 测定

称取 50.0 g 实验室样品, 精确至 0.1 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水搅拌溶解, 并静置至气泡消失, 将溶液注入一个吸收池, 将水加入另一个吸收池, 在 390 nm 波长处, 以水作参比, 用分光光度计测量吸光度。

5.3.3.2 吸收池吸光度的校正

将水代替试料溶液注入吸收池, 在 390 nm 波长处测出两吸收池吸光度之差值, 即为吸收池吸光度之校正值。

5.3.4 结果计算

色度 x(Hazen 单位——铂-钴色号)按式 (1) 计算:

$$x = 150 \times (A_1 - A_0) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——试料溶液的吸光度；

A_0 ——吸收池吸光度的校正值；

150——吸光度换算为 Hazen 单位——铂-钴色号的常数。

两次平行测定结果之差不大于 0.5，取其算术平均值为测定结果。所得结果应按照 GB/T 8170 修约至整数。

5.4 结晶点

5.4.1 原理

观察熔融的试样在冷却过程中的温度变化，当结晶发生时所观察到的最高温度并保持一定时间的恒定，此温度为结晶点。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 结晶试管：外径 25 mm，厚（1~2）mm，长 150 mm。

5.4.2.2 外保护管：内径 28 mm，壁厚（1~2）mm，长 120 mm。

5.4.2.3 搅拌器：不锈钢丝制，直径 1 mm，长 160 mm 以上，并绕有一个直径 20 mm 与轴成直角的环。

5.4.2.4 主温度计：玻璃棒状水银温度计，量程（62~76）℃，分度值 0.1℃，长 300 mm，全浸式并经过校正。

5.4.2.5 辅助温度计：玻璃棒状水银温度计，量程（0~50）℃，分度值 1℃。

5.4.2.6 真空瓶：玻璃制，内径 35 mm，外径 55 mm，长 120 mm，夹套中抽真空。

5.4.2.7 甘油浴：1 000 mL 烧杯或其他类似装置，能控制温度在（77~80）℃。

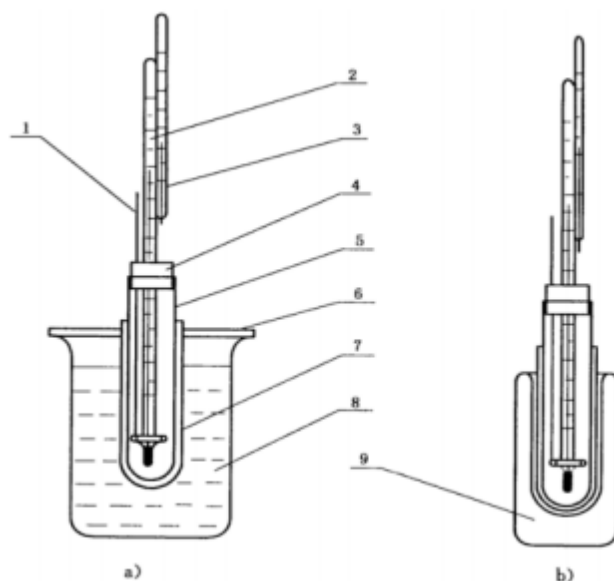
5.4.2.8 橡胶石棉盖板或其他类似材料。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 测定时使用的结晶试管、温度计、搅拌器应是洁净干燥的。

5.4.3.2 将实验室样品混匀，装满结晶试管，盖紧塞子，然后置于甘油浴中的外保护管里，控制甘油浴温度在（77~80）℃。

5.4.3.3 当大部分试料熔化时，取下塞子，换用配有温度计和搅拌器的胶塞塞在结晶试管口上，见图 1a)。上下搅拌使试料全部熔化。然后将结晶管取出装在另一个外保护管里，再将整个装置安置在真空瓶中，见图 1b)。当温度下降至高于结晶温度 3℃ 时，开始不断地搅拌，并观察温度，直至温度突然回升至某一最高点并保持一段时间不变，记录此最高温度 t_1 ，此温度即为试料视结晶点。同时记录辅助温度计的读数 t_2 。



标引序号说明：

1——搅拌器；

- 2——主温度计；
- 3——辅助温度计；
- 4——胶塞；
- 5——结晶试管；
- 6——橡胶石棉盖板；
- 7——外保护管；
- 8——甘油浴；
- 9——真空瓶。

图1 结晶点测定示意图

5.4.4 结果计算

结晶点温度 t 按式 (2) 计算:

$$t = t_1 + \Delta t_1 + 0.000\ 16\ (t_1 - t_0)\ (t_1 - t_2) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

t_1 ——主温度计读数, 视结晶点, $^{\circ}\text{C}$;

Δt_1 ——主温度计校正值, $^{\circ}\text{C}$;

t_2 ——辅助温度计的读数, $^{\circ}\text{C}$;

t_0 ——露出胶塞处温度点, $^{\circ}\text{C}$;

0.000 16——水银的视膨胀系数。

两次平行测定结果之差不大于 0.05°C , 取其算术平均值作为测定结果。所得结果应按 GB/T 8170 修约至一位小数。

5.5 高锰酸钾吸收值

5.5.1 原理

将一定体积的高锰酸钾标准滴定溶液加入到中性的试料溶液中, 在 $(25.0 \pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 反应 10 min, 于波长 420 nm 处, 用分光光度计测量吸光度。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 磷酸二氢钾。

5.5.2.2 磷酸氢二钠。

5.5.2.3 高锰酸钾。

5.5.2.4 盐酸。

5.5.2.5 硫酸。

5.5.2.6 草酸。

5.5.2.7 pH 值为 7.0 缓冲溶液: 将 1.330 g 磷酸二氢钾和 1.970 g 磷酸氢二钠用水溶解于一个 500 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度。该溶液放置 6 个月后应废弃(如果出现沉淀, 溶液失效, 立即重新配制)。

5.5.2.8 PAN 水: 将 2.5 mL pH 值为 7.0 缓冲溶液加入一个 1 L 的容量瓶中, 稀释至刻度。并进行空白试验, 其空白试验的吸光度不大于 0.03, 该溶液应每天配制。假如分析用水不能符合要求时, 则在每升水中加入 1 g 高锰酸钾, 放置 24 h, 然后用 600 mm 长的刺形分馏柱蒸馏, 将最初的 50 mL 蒸馏液弃去, 收集蒸馏液 750 mL, 在鉴定此蒸馏液符合上述要求后, 方能作为分析用水。

5.5.2.9 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.01\ \text{mol/L}$ 。贮于棕色瓶中, 用时现配。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 分光光度计: 精度 $\pm 0.004A$ 。带有 5 cm 吸收池。

5.5.3.2 恒温水浴: 能控制在 $(25.0 \pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.3.3 秒表。

5.5.3.4 单刻度吸量管: 2 mL。

5.5.4 分析步骤

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/986210235124010204>