

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 8661:1988 标准章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 8661:1988 标准章条编号的对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 8661:1988 标准章条编号对照

本部分章条编号	对应 ISO 8661:1988 标准的章条编号
1	1
2	—
3	2
4	3
5	4
6	5
7	6
8	7



中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.4—2009
代替 GB/T 13255.4—1991

工业用己内酰胺试验方法 第 4 部分:挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法

Test methods of caprolactam for industrial use—
Part 4: Determination of volatile bases content—
Titrimetric method after distillation

(ISO 8661:1988, Caprolactam for industrial use—Determination of volatile bases content—Titrimetric method after distillation, MOD)



GB/T 13255.4—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37983

定价: 14.00 元

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

- 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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 己 内 酰 胺 试 验 方 法
第 4 部 分 : 挥 发 性 碱 含 量 的 测 定
蒸 馏 后 滴 定 法

GB/T 13255.4—2009

*

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 0.5 字数 8 千字

2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

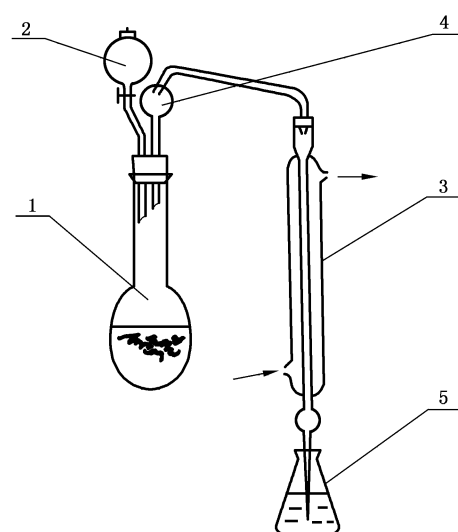
*

书号:155066·1-37983 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



- 1—开氏烧瓶；
2—分液漏斗；
3—直形冷凝管；
4—定氮球；
5—锥形瓶。

图1 工业用己内酰胺中挥发性碱含量测定用蒸馏仪器

6 分析步骤

6.1 测定

称取约 20 g 实验室样品,精确至 0.1 g,置于开氏烧瓶中,用水溶解并稀释到 150 mL,加入数颗浮石,将仪器各部件安装连接好。冷凝管出口插在盛有 10.0 mL 盐酸标准滴定溶液,30 mL 水和 5 滴混合指示剂的接受器中,管口应插入液面下。从分液漏斗加入约 50 mL 氢氧化钠溶液于开氏烧瓶内,置烧瓶于电炉上加热蒸馏,调节蒸馏速度约在 30 min 内收集 100 mL 蒸馏液,停止加热,立即从冷凝管上拆下定氮球接管,用水冲洗冷凝管及出口,其洗涤液收集于接受器中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点。

6.2 空白试验

在测定的同时,按同样的步骤,只是不加试料,进行空白试验。

7 结果计算

以氢氧化钠(NaOH)表示的挥发性碱含量 x (mmol/kg)按式(1)计算:

$$x = \frac{c(V_0 - V_1)}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_0 ——空白试验所耗用的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_1 ——试料测定所耗用的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

两次平行测定结果之差不得大于 0.03 mmol/kg,取其算术平均值为测定结果。

所得结果应按照 GB/T 8170 修约至一位小数。

8 报告

报告应包括下列内容:

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 4 部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 8661:1988《工业用己内酰胺—挥发性碱含量的测定—蒸馏后滴定法》。

本部分根据 ISO 8661:1988 重新起草。在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 8661:1988 章条编号的对照一览表。

考虑到我国的国情,本部分在采用 ISO 8661:1988 时作了一些编辑性修改,本部分与 ISO 8661:1988 的主要技术性差异如下:

- 分析用水的等级界定由“蒸馏水或相当纯度的水”修改为“GB/T 6682—2008 规定的三级水”(ISO 8661:1988 版的第 3 章;本部分的第 4 章);
 - 长颈定氮烧瓶(开氏)代替具磨塞三角瓶(ISO 8661:1988 版的第 4 章;本部分的第 5 章);
 - 分析仪器上增加进样分液漏斗(ISO 8661:1988 版的第 4 章;本部分的第 5 章)。
- 本部分代替 GB/T 13255.4—1991《工业己内酰胺 挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法》。
- 本部分与 GB/T 13255.4—1991 相比主要变化如下:
- 将分析用水的等级界定由“小于 1.0 μ S/cm 的蒸馏水或同等纯度的水”修改为“符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水”(1991 版的第 4 章,本版的第 4 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:石家庄化纤有限责任公司。

本部分主要起草人:邱璐、高立新、陈森。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 13255.4—1991。