



中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.2—2009
代替 GB/T 13255.2—1991

工业用己内酰胺试验方法 第2部分：结晶点的测定

Test methods of caprolactam for industrial use—
Part 2: Determination of crystallizing point

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2部分。

本部分代替 GB/T 13255.2—1991《工业己内酰胺 结晶点的测定》。

本部分与 GB/T 13255.2—1991 相比，主要变化如下：

- 在己内酰胺结晶温度 t 的计算公式中增加了主温度计的校正值得 Δt_1 (1991 版的第6章，本版的第7章)；
- 增加了“报告”(见第8章)。

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：中国石油化工股份有限公司巴陵分公司。

本部分主要起草人：赵君红、沈佩芝、旷志刚。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 13255.2—1991。

工业用己内酰胺试验方法

第2部分:结晶点的测定

1 范围

GB/T 13255 的本部分规定了工业用己内酰胺结晶点的测定方法。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

3 方法提要

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。

4 仪器

- 4.1 结晶试管:外径 25 mm,壁厚(1~2)mm,长 150 mm。
- 4.2 外保护管:内径 28 mm,壁厚(1~2)mm,长 120 mm。
- 4.3 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。
- 4.4 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。
- 4.5 辅助温度计:玻璃棒状水银温度计,量程(0~50)℃,分度值 1℃。
- 4.6 真空瓶(见图 2):玻璃制,内径 35 mm,外径 55 mm,长 120 mm,夹套中抽真空。
- 4.7 甘油浴:1 000 mL 烧杯或其他类似装置,能控制温度在(77~80)℃。
- 4.8 橡胶石棉盖板或其他类似材料。

5 仪器的安装

- 5.1 主温度计位置:用胶塞固定在结晶试管口的中间处,其水银球底部距结晶试管底部约 15 mm。
- 5.2 辅助温度计位置:附于主温度计上,使其水银球位于胶塞处温度点与结晶点之间二分之一处。
- 5.3 搅拌器位置:在胶塞上钻一孔,使搅拌器插入结晶试管里,位于主温度计与结晶试管壁之间,三者不得碰撞。
- 5.4 外保护管位置:固定在橡胶石棉盖板的孔洞上,垂直置于甘油浴中。
- 5.5 结晶试管位置:装在外保护管里。

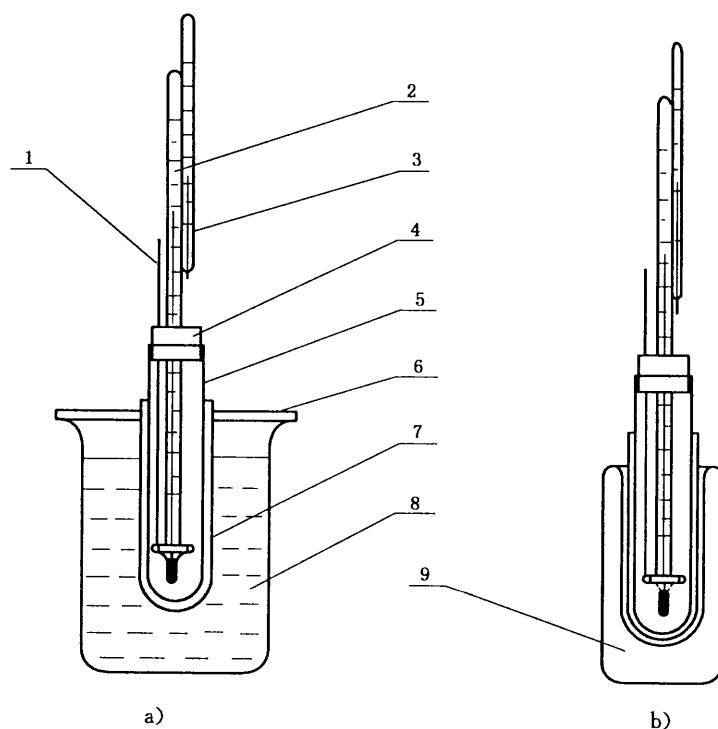
6 分析步骤

测定时使用的结晶试管、温度计、搅拌器应是洁净干燥的。

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)℃。

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 。



- 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

7 结果计算

结晶点温度 t 按式(1)计算:

$$t = t_1 + \Delta t_1 + 0.000\ 16(t_1 - t_0)(t_1 - t_2) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

t_1 ——主温度计读数,视结晶点,℃;

Δt_1 ——主温度计校正值,℃;

t_2 ——辅助温度计的读数,℃;

t_0 ——露出胶塞处温度点,℃;

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 ℃,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。

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。
-