



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)

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

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

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

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 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 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。

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

1 范围

GB/T 13255 的本部分规定了用蒸馏后滴定法测定工业用己内酰胺中挥发性碱含量。

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 601—2002 化学试剂分析 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

3 方法原理

在碱性介质中,蒸馏出挥发性碱,用过量的盐酸标准溶液吸收,以甲基红-次甲基蓝乙醇溶液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液,试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

4.1 氢氧化钠溶液:160 g/L。

4.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.4 甲基红-次甲基蓝混合指示剂。

5 仪器

5.1 蒸馏仪器:

蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接,仪器如图 1 所示,包括以下各部件。

5.1.1 长颈定氮烧瓶(开氏):500 mL。

5.1.2 分液漏斗:100 mL。

5.1.3 直形冷凝管:外套管长 400 mm。

5.1.4 定氮球:直径 $(70\pm 5)\text{mm}$ 。

5.1.5 接受器:容积 250 mL 锥形瓶。

5.2 电炉:带调压变压器。

5.3 沸石。