



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.3—2009  
代替 GB/T 13255.3—1991

## 工业用己内酰胺试验方法 第3部分： 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法

Test methods of caprolactam for industrial use—Part 3:  
Determination of permanganate absorption number—Spectrometric method

(ISO 8660:2002, Plastics—Determination of permanganate absorption number  
of caprolactam—Spectrometric method, 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 发布  
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

工业用己内酰胺试验方法 第3部分：  
高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法

GB/T 13255.3—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](http://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: 155066·1-37982 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

## 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：工业用己内酰胺 50%水溶液色度的测定 分光光度法；
- 第2部分：工业用己内酰胺 结晶点的测定；
- 第3部分：工业用己内酰胺 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法；
- 第4部分：工业用己内酰胺 挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法；
- 第5部分：工业用己内酰胺 290 nm 波长处吸光度的测定；
- 第6部分：工业用己内酰胺 酸度或碱度的测定；
- 第7部分：工业用己内酰胺 铁含量的测定；
- 第8部分：工业用己内酰胺 环己酮肟含量的测定。

本部分为 GB/T 13255 的第 3 部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 8660:2002《塑料——己内酰胺高锰酸钾吸收值的测定——分光光度法》。

本部分根据 ISO 8660:2002 重新起草。在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 8660:2002 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 8660:2002 时作了一些编辑性修改，本部分与 ISO 8660:2002 的主要技术性差异如下：

- 改变了高锰酸钾标准滴定溶液浓度的表示方法(ISO 8660:2002 版的 2.1、4.10、7.2；本部分的第 3 章、5.9、7.2)；
- 取消了二次蒸馏的水(ISO 8660:2002 版的 4.4)；
- 改变了 pH7.0 缓冲溶液的制备方式(ISO 8660:2002 版的 4.6；本部分的 5.7)；
- 调整了对 PAN 水的纯度的要求(ISO 8660:2002 版的 7.2；本部分的 5.8)；
- 取消了使用氦气(ISO 8660:2002 版的 4.11)；
- 取消了作为己内酰胺溶液的样品(ISO 8660:2002 版的 7.3)。

本部分代替 GB/T 13255.3—1991《工业己内酰胺 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法》。

本部分与 GB/T 13255.3—1991 相比主要变化如下：

- 增加了高锰酸钾吸收值(PAN)的定义(见第 3 章)；
- “不含可氧化物的水”改称为“PAN 水”，并改变其制备及要求(1991 版的 4.1；本版的 5.8)；
- 调整了称量的精度(1991 版的 6.2；本版的 7.2)；
- 调整了样品制备所用的水(1991 版的 6.2；本版的 7.2)；
- 调整了空白试验所用的水(1991 版的 6.3；本版的 7.3)；
- 增加了“报告”(见第 9 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：巨化集团公司锦纶厂。

本部分主要起草人：林力、吕养心、张红英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为 GB/T 13255.3—1991。

## 工业用己内酰胺试验方法 第3部分： 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法

### 1 范围

GB/T 13255 的本部分规定了用分光光度法测定工业用己内酰胺的高锰酸钾吸收值(PAN)。

### 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 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(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和判定

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**高锰酸钾吸收值(PAN)** permanganate absorption number(PAN)

在3%(质量分数)的己内酰胺中性缓冲溶液中加入  $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 0.01 \text{ mol/L}$  的高锰酸钾标准滴定溶液,25℃下静置10 min,于波长420 nm处,用光程5 cm的吸收池测量溶液的吸光度,该吸光度与空白试验吸光度之差乘以100/3所得的数值。

### 4 方法原理

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 试剂

本部分除另有规定外,所用的试剂和水均指分析纯试剂和符合 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,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

- 5.1 磷酸二氢钾。
- 5.2 磷酸氢二钠。
- 5.3 高锰酸钾。
- 5.4 盐酸。
- 5.5 硫酸。
- 5.6 草酸。

5.7 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)。

5.8 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。并按 7.3 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。

5.9 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0.01\text{ mol/L}$ 。

贮于棕色瓶中,用时现配。

6 仪器

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

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

6.3 秒表。

6.4 单刻度吸量管:2 mL。

7 分析步骤

7.1 仪器的清洗

所用玻璃器具第一次使用时首先用硫酸洗涤,然后用自来水冲洗,再用盐酸洗涤,最后用水洗涤,并且至少每 6 个月按该方法清洗一次。

玻璃器具使用后,如果有二氧化锰沉积在玻璃内壁,可以用草酸清洗掉。

7.2 测定

称取 $(3.00\pm 0.03)\text{g}$  实验室样品,置于 100 mL 容量瓶中,用 PAN 水溶解并稀释至刻度,混匀。置容量瓶于 $(25.0\pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,至少保温 15 min,然后用移液管加入 2 mL 高锰酸钾标准滴定溶液,立即起动秒表,充分混匀后,再置入水浴中。9 min 后,将溶液注入 5 cm 吸收池中,于 10 min $\pm$ 10 s 时,以水为参比,在 420 nm 波长处测量吸光度。

7.3 空白试验

用 PAN 水注入 100 mL 容量瓶至刻度,然后按 7.2 所述,从“置容量瓶于 $(25\pm 0.5)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中……”开始,到“在 420 nm 波长处测量吸光度”为止,进行同样的测定。

8 结果计算

高锰酸钾吸收值  $x$  按式(1)计算:

$$x = (A_1 - A_0) \times \frac{100}{3} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$A_1$ ——试料溶液所测得的吸光度的数值;

$A_0$ ——空白试验所测得的吸光度的数值。

两次平行测定结果之差不大于 0.3,取其算术平均值为测定结果。所得结果应按照 GB/T 8170 修约为整数。

## 9 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。



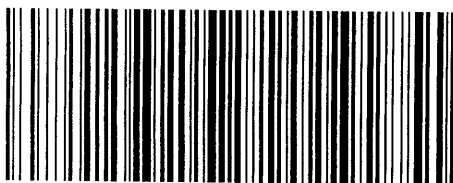
附录 A  
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 8660:2002 标准章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 8660:2002 标准章条编号的对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 8660:2002 标准章条编号对照

本部分章条编号	对应 ISO 8660:2002 标准的章条编号
1	1
2	—
3	2
4	3
5	4
6	5
7	7
8	8
9	10



GB/T 13255.3-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-37982

定价: 14.00 元