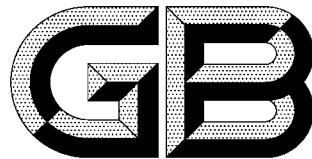


UDC 678.675
G 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 13255.2—91

工 业 己 内 酰 胺 定 结 晶 点 的 测 定

Caprolactam for industrial use—
Determination of crystallizing point

1991-11-09发布

1992-10-01实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

工业己内酰胺 结晶点的测定

GB/T 13255.2—91

Caprolactam for industrial use—
Determination of crystallizing point

本标准参照采用国际标准 ISO 7060—1982《工业己内酰胺——结晶点的测定》。

1 主题内容

本标准规定了工业己内酰胺结晶点的测定方法。

2 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。

3 仪器、设备

- 3.1 结晶试管:外径 25 mm,壁厚 1~2 mm,长 150 mm;
- 3.2 外保护管:内径 28 mm,壁厚 1~2 mm,长 120 mm;
- 3.3 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;
- 3.4 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;
- 3.5 辅助温度计:玻璃棒状水银温度计,量程 0~50℃,分度值 1℃;
- 3.6 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;
- 3.7 甘油浴:1 000 mL 烧杯或其他类似装置,能控制温度在 77~80℃;
- 3.8 橡胶石棉盖板或其他类似材料。

4 仪器的安装

- 4.1 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。
- 4.2 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。
- 4.3 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。
- 4.4 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。
- 4.5 结晶试管位置:装在外保护管里。

5 分析步骤

测定时使用的结晶试管、温度计、搅拌器必须是洁净干燥的。

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℃。