



中华人民共和国国家标准

GB/T 13254—2017
代替 GB/T 13254—2008

工业用己内酰胺

Caprolactam for industrial use

2017-11-01 发布

2018-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则进行起草。

本标准代替 GB/T 13254—2008《工业用己内酰胺》。本标准与 GB/T 13254—2008 相比主要变化如下：

- 固体外观由“白色、片状固体,无可见机械杂质”修改为“白色、片状或粉末状或颗粒状固体,无可见机械杂质”(见 3.1.1,2008 年版的 3.1.1);
- 50%水溶液色度的优等品、一等品、合格品指标分别由 ≤ 3 号、 ≤ 5 号、 ≤ 8 号修改为 ≤ 2 号、 ≤ 4 号、 ≤ 6 号(见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 高锰酸钾吸收值的优等品、一等品、合格品指标分别由 ≤ 5 、 ≤ 8 、 ≤ 18 修改为 ≤ 4 、 ≤ 6 和 ≤ 10 (见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 挥发性碱含量的一等品、合格品指标分别由 ≤ 0.8 mmol/kg、 ≤ 1.5 mmol/kg 修改为 ≤ 0.60 mmol/kg 和 ≤ 1.00 mmol/kg,优等品指标不变(见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 290 nm 波长处吸光度的优等品、一等品、合格品指标分别由 ≤ 0.04 、 ≤ 0.10 、 ≤ 0.20 修改为 ≤ 0.040 、 ≤ 0.060 和 ≤ 0.100 (见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 酸度新增合格品指标为 ≤ 0.20 mmol/kg;碱度的优等品和一等品指标分别由 ≤ 0.10 mmol/kg 和 ≤ 0.20 mmol/kg 修改为 ≤ 0.08 mmol/kg 和 ≤ 0.15 mmol/kg,新增合格品指标为 ≤ 0.20 mmol/kg(见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 环己酮肟的质量分数优等品指标由 ≤ 20 mg/kg 修改为 ≤ 15 mg/kg(见 3.2,2008 年版的 3.2);
- 新增水分含量技术要求,优等品指标为 $\leq 0.10\%$,一等品、合格品指标不控制,所用试验方法采用 GB/T 6283(见第 2 章、3.2 和 4.8);
- 检验规则中出厂检验项目增加了“水分含量”项目(见 5.1);
- 挥发性碱含量的测定增加“检验结果按照 GB/T 8170 修约至小数点后两位数”(见 4.5);
- 290 nm 波长处吸光度的测定增加“检验结果按照 GB/T 8170 修约至小数点后三位数”(见 4.6);
- 包装条款增加了“固体己内酰胺的包装及定量也可与用户进行协商”等内容(见 6.2);
- 运输条款中“液体工业用己内酰胺应使用充氮气密闭[氧含量 $\leq 0.005\%$ (摩尔分数)]的”修改为“液体工业用己内酰胺应使用充高纯氮气密闭的”,即删除“[氧含量 $\leq 0.005\%$ (摩尔分数)]”,增加“高纯”表述(见 6.3.2,2008 年版的 6.3.2);
- 贮存条款中“液体己内酰胺应贮存在氮气密封[氧含量 $\leq 0.005\%$ (摩尔分数)]的”修改为“液体工业用己内酰胺应贮存在高纯氮气密封的”,即删除“[氧含量 $\leq 0.005\%$ (摩尔分数)]”,增加“高纯”表述(见 6.4.2,2008 年版的 6.4.2)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:中国石油化工股份有限公司巴陵分公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位:衢州巨化锦纶有限责任公司、湖北三宁化工股份有限公司、鲁西化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人:郝燕、唐跃兵、李先华、赵君红、李楚新、林力、李万清、杨本华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13254—1991,GB/T 13254—2008。

工业用己内酰胺

1 范围

本标准规定了工业用己内酰胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业用己内酰胺的生产、检验和销售。

分子式: $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$

结构式： $\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad \text{NH}$

相对分子质量:113.16(按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求

GB/T 13255.1 工业用己内酰胺试验方法 第1部分:50%水溶液色度的测定 分光光度法

GB/T 13255.2 工业用己内酰胺试验方法 第2部分:结晶点的测定

GB/T 13255.3 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 13255.4 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 13255.5 工业用己内酰胺试验方法 第5部分:290 nm 波长处吸光度的测定

GB/T 13255.6 工业用己内酰胺试验方法 第6部分:酸度或碱度的测定

GB/T 13255.7 工业用己内酰胺试验方法 第7部分:铁含量的测定

GB/T 13255.8 工业用己内酰胺试验方法 第8部分:环己酮肟含量的测定

3 要求

3.1 外观

3.1.1 固体外观:白色、片状或粉末状或颗粒状固体,无可见机械杂质。

3.1.2 液体外观:无色、透明液体,无可见机械杂质。

3.2 技术指标

工业用己内酰胺应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 工业用己内酰胺的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
50%水溶液色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 2	≤ 4	≤ 6
结晶点/℃	≥ 68.9	≥ 68.8	≥ 68.5
高锰酸钾吸收值	≤ 4	≤ 6	≤ 10
挥发性碱含量/(mmol/kg)	≤ 0.40	≤ 0.60	≤ 1.00
290 nm 波长处吸光度	≤ 0.040	≤ 0.060	≤ 0.100
酸度/(mmol/kg)	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.20
或碱度/(mmol/kg)	≤ 0.08	≤ 0.15	≤ 0.20
水分, $w/\%$	≤ 0.10	—	—
铁(Fe)含量, $w/(\text{mg/kg})$	≤ 0.2	≤ 0.5	≤ 1.0
环己酮肟含量, $w/(\text{mg/kg})$	≤ 15	≤ 20	—

4 试验方法

4.1 外观

在日光或日光灯下目测。

4.2 50%水溶液色度的测定

按 GB/T 13255.1 规定的方法进行。

4.3 结晶点的测定

按 GB/T 13255.2 规定的方法进行。

4.4 高锰酸钾吸收值的测定

按 GB/T 13255.3 规定的方法进行。

4.5 挥发性碱含量的测定

按 GB/T 13255.4 规定的方法进行。检验结果按照 GB/T 8170 修约至小数点后两位数。

4.6 290 nm 波长处吸光度的测定

按 GB/T 13255.5 规定的方法进行。检验结果按照 GB/T 8170 修约至小数点后三位数。

4.7 酸度或碱度的测定

按 GB/T 13255.6 规定的方法进行。

4.8 水分的测定

按 GB/T 6283 中直接电量滴定法规定的方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

4.9 铁含量的测定

按 GB/T 13255.7 规定的方法进行。

4.10 环己酮肟含量的测定

按 GB/T 13255.8 规定的方法进行。

5 检验规则

5.1 出厂检验

出厂检验项目为外观和表 1 中的 50%水溶液色度、结晶点、高锰酸钾吸收值、挥发性碱含量、290 nm 波长处吸光度、酸度或碱度、水分,应逐批进行检验。

5.2 型式检验

型式检验项目为外观和表 1 中的所有项目,在正常生产的情况下,每月应至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 生产工艺有变化时;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后重新恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

5.3 组批

在原材料、工艺不变的条件下,以产品连续生产的实际批为一批,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 天。

5.4 采样

5.4.1 固体产品的采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行,采样总量不得少于 2 kg。液体产品的采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行,采样总量不得少于 2 L。

5.4.2 液体产品的样品以固体形态保存。将所采取的样品仔细混匀,样品分成两份,分装于两个清洁干燥的玻璃瓶或不锈钢杯中,严密封口,粘贴标签,注明产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一份供检验用,另一份加封保存备查。

5.5 结果判定与复验

5.5.1 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。

5.5.2 检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时,袋装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,罐装产品应重新多点采样进行复验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品判为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用己内酰胺的包装容器上应有下列标志:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 厂址;
- d) 批号、生产日期;
- e) 产品等级;
- f) 净含量;
- g) 本标准编号。

6.1.2 每批出厂的己内酰胺都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 产品等级;
- d) 批号、生产日期;
- e) 本标准的编号等。

6.2 包装

6.2.1 固体己内酰胺采用双层袋包装。内袋为聚乙烯薄膜袋,热合封合;外袋为多层袋(二层或二层以上)或复膜袋(三复合袋或多复合袋),符合 GB/T 8946 的规定,用机械缝纫封口。每袋净含量为 25 kg。固体己内酰胺的包装及定量也可与用户进行协商,但所使用的包装材料的透光率、水蒸气透过量等物性指标应能保证工业用己内酰胺产品的质量。

6.2.2 液体己内酰胺采用充高纯氮气密闭的、保温的专用槽车包装。

6.3 运输

6.3.1 工业用己内酰胺在运输过程中应防止受潮、日晒,防止包装袋被损。

6.3.2 液体工业用己内酰胺应使用充高纯氮气密闭的、保温的不锈钢槽车运输,槽车运输的保温条件为 $\leq 95^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 贮存

6.4.1 固体工业用己内酰胺应贮存在干燥、清洁的库房内。

6.4.2 液体工业用己内酰胺应贮存在高纯氮气密封的、保温的不锈钢贮槽或罐中,保温条件为 $\leq 95^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3 工业用己内酰胺自出厂之日起,固体己内酰胺在符合本标准规定的固体产品的包装、贮存和运输条件下,保质期为 3 个月。超过保质期可重新检验,检验结果符合本标准要求时产品仍可使用。
