



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38138—2019

---

## 纤维级聚己内酰胺(PA6)切片试验方法

Test methods of fiber grade polycaprolactam(PA6) chip

2019-10-18 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 试验通则 ..... 2

5 试验方法 ..... 2

    5.1 含水率 ..... 2

        5.1.1 方法 A(卡尔·费休容量法) ..... 2

        5.1.2 方法 B(卡尔·费休库仑法)..... 3

        5.1.3 方法 C(压差法) ..... 4

    5.2 相对黏度 ..... 4

    5.3 热水可萃取物含量 ..... 7

        5.3.1 方法 A(重量法) ..... 7

        5.3.2 方法 B(索氏萃取折光法)..... 8

    5.4 二氧化钛含量 ..... 10

    5.5 氨基含量 ..... 12

        5.5.1 方法 A(电位滴定法——三氟乙醇体系) ..... 12

        5.5.2 方法 B(电位滴定法——间甲酚-异丙醇体系) ..... 14

    5.6 羧基含量 ..... 15

        5.6.1 方法 A(电位滴定法) ..... 15

        5.6.2 方法 B(容量法) ..... 16

    5.7 熔点 ..... 18

        5.7.1 方法 A(差示扫描量热法) ..... 18

        5.7.2 方法 B(偏光显微镜法) ..... 19

    5.8 外观 ..... 19

    5.9 灰分 ..... 19

6 试验报告..... 19

附录 A (规范性附录) 压差法测试含水率的试验方法 ..... 21

附录 B (规范性附录) 偏光显微镜法测试熔点的试验方法 ..... 23

附录 C (规范性附录) 灰分的试验方法 ..... 24

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：上海纺织集团检测标准有限公司、上海市纺织工业技术监督所、浙江恒逸锦纶有限公司、广东新会美达锦纶股份有限公司、福建锦江科技有限公司、浙江华建尼龙有限公司、长乐恒申合纤科技有限公司、江苏江山红化纤有限责任公司、江苏海阳化纤有限公司、杭州聚合顺新材料股份有限公司、江苏弘盛新材料股份有限公司、义乌华鼎锦纶股份有限公司、恒天中纤纺化无锡有限公司、威海德瑞合成纤维有限公司、中国化学纤维工业协会。

本标准主要起草人：庄盈笑、李红杰、胡念、王乾、何少峰、刘冰灵、余建朋、王娟、曹建鹏、吉增明、李晓光、刘国、张雪华、赵岭、张治文、张子昕、杨乃前、金志学。

# 纤维级聚己内酰胺(PA6)切片试验方法

警示——试验方法中使用的间甲酚、异丙醇、甲醇、三氟乙醇等溶剂具有毒性,应避免接触皮肤和吸入其蒸气;硫酸、盐酸、过氧化氢等试剂具有强腐蚀性,应避免接触皮肤。操作者应采取适当的安全和健康防护措施。

## 1 范围

本标准规定了纤维级聚己内酰胺(PA6)切片的试验方法。

本标准适用于以己内酰胺为原料生产的纤维级聚己内酰胺(PA6)切片,其他差别化、功能性纤维级聚己内酰胺(PA6)切片可参照选用。

## 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 625 化学试剂 硫酸

GB/T 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 28212 实验室玻璃仪器 冷凝管

ISO 3105 玻璃毛细管运动黏度计 规范和操作说明(Glass capillary kinematic viscometers—Specifications and operating instructions)

## 3 术语和定义

GB/T 4146(所有部分)界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**有光聚己内酰胺切片** **bright polycaprolactam chip**

二氧化钛含量(质量分数)小于或等于 0.05%的聚己内酰胺切片。

### 3.2

**半消光聚己内酰胺切片** **semi-dull polycaprolactam chip**

二氧化钛含量(质量分数)大于 0.10%且小于或等于 0.60%的聚己内酰胺切片。

### 3.3

**全消光聚己内酰胺切片** **full-dull polycaprolactam chip**

二氧化钛含量(质量分数)大于或等于 1.20%的聚己内酰胺切片。

### 3.4

#### 异状切片 irregular chip

长度大于或等于正常切片的4倍;厚度、宽度或直径大于或等于正常切片2倍;小于常规颗粒(或规定尺寸)1/4;以及非规整形状的聚己内酰胺切片。

## 4 试验通则

### 4.1 取样

按 GB/T 6678 执行,试样量不低于 0.5 kg。

### 4.2 试剂或材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准所用溶液若未有说明均以质量分数表示,只有乙醇(95%)为体积分数。

本标准所用标准滴定溶液、制剂与制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

## 5 试验方法

### 5.1 含水率

#### 5.1.1 方法 A(卡尔·费休容量法)

##### 5.1.1.1 原理

将试样在特定条件下加热,挥发出的水蒸气由干燥的氮气带入装有已平衡好的无水甲醇的滴定杯中吸收,用卡尔·费休水分仪测定其含水率。

##### 5.1.1.2 仪器和设备

5.1.1.2.1 卡尔·费休水分仪:包含控制单元、滴定杯、样品瓶或样品舟,能测量含水率在 0.01%~100%的试样。

5.1.1.2.2 天平:最小分度值 0.1 mg。

5.1.1.2.3 干燥炉:包含能至少加热至 250 °C 的加热单元、温度控制单元、气体流量计、装有干燥剂的气体干燥管等。建议温度控制(175±5)°C,氮气流量设置为 50 mL/min。

5.1.1.2.4 微量进样针:10 μL。

##### 5.1.1.3 试剂或材料

5.1.1.3.1 无水甲醇。

5.1.1.3.2 卡尔·费休试剂(K·F 试剂)。

5.1.1.3.3 氮气:纯度 99.99%。

##### 5.1.1.4 试验步骤

###### 5.1.1.4.1 K·F 试剂的水滴定度 $F$

用微量进样针(见 5.1.1.2.4)吸取 10 μL 水,注入装有的 40 mL 已平衡好的无水甲醇(见 5.1.1.3.1)的滴定杯(见 5.1.1.2.1)中,根据微量进样针吸水前后的质量差确认滴定杯中注入的水的质量,称量至

0.1 mg。将水与无水甲醇完全混合后,在卡尔·费休水分仪(见 5.1.1.2.1)上用 K·F 试剂(见 5.1.1.3.2)滴定到终点。

5.1.1.4.2 试样测定

将干燥炉(见 5.1.1.2.3)的温度、氮气流量设置好。待仪器稳定后,称取约 3 g 试样,称量至 0.1 mg,置于样品瓶或样品舟内,推进干燥炉的加热区加热 20 min,挥发出的水蒸气由干燥的氮气带入装有 40 mL 无水甲醇的滴定杯中吸收,在卡尔·费休水分仪(见 5.1.1.2.1)上用 K·F 试剂滴定到终点。同时做空白试验。

5.1.1.5 结果计算

5.1.1.5.1 K·F 试剂的水滴定度  $F$  按式(1)计算:

$$F = \frac{m_0}{V_0} \times 1\,000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
 $F$  ——K·F 试剂的水滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);  
 $m_0$  ——滴定杯中注入的水的质量,单位为克(g);  
 $V_0$  ——水消耗的 K·F 试剂的体积,单位为毫升(mL)。

5.1.1.5.2 试样的含水率  $W$  按式(2)计算:

$$W = \frac{(V_2 - V_1) \times F}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:  
 $W$  ——试样的含水率,%;  
 $V_2$  ——试样消耗的 K·F 试剂的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_1$  ——空白试验消耗的 K·F 试剂的体积,单位为毫升(mL);  
 $F$  ——K·F 试剂的水滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);  
 $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

5.1.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,含水率在 0.05%~0.07%时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.020%,超过重复性限 0.020%的情况不超过 5%。

5.1.2 方法 B(卡尔·费休库仑法)

5.1.2.1 原理

将试样在特定条件下加热,挥发出的水蒸气由干燥的氮气带入装有已平衡好的无水甲醇的滴定杯中吸收,用卡尔·费休库仑水分仪测定其含水率。

5.1.2.2 仪器和设备

5.1.2.2.1 卡尔·费休库仑水分仪:包含控制单元、滴定池、样品瓶或样品舟等,能测量含水率在 0.01%~100%的试样。

5.1.2.2.2 干燥炉:包含能至少加热至 250 °C 的加热单元、温度控制单元、气体流量计、装有干燥剂的气体干燥管。建议温度控制(175±5)°C,氮气流量设置为 50 mL/min。

5.1.2.2.3 天平:最小分度值 0.1 mg。

5.1.2.2.4 干燥器：装有变色硅胶和分子筛。

### 5.1.2.3 试验步骤

#### 5.1.2.3.1 试样量确定

所需试样量见表 1，称量至 0.1 mg。

表 1 试样量的确定

含水率 $W/\%$	试样质量 $m/\text{g}$
$W > 1$	$0.1 \leq m < 0.2$
$0.5 < W \leq 1$	$0.2 \leq m < 0.4$
$0.1 < W \leq 0.5$	$0.4 \leq m < 1$
$W \leq 0.1$	$m \geq 1$

#### 5.1.2.3.2 试样测定

将干燥炉（见 5.1.2.2.2）的温度、氮气流量设置好，待仪器稳定后，按表 1 的试样量快速称量试样，称量至 0.1 mg，置于样品瓶或样品舟内，推进干燥炉的加热区加热 20 min，挥发出的水蒸气由干燥的氮气带入卡尔·费休库仑水分仪进行试样含水率测定。同时做空白试验。

由于被测样水分含量很低，样品在样品舟、空气或转移设备中的任何时间都最大限度地注意避免吸湿。实验室相对湿度应  $\leq 50\%$ 。

#### 5.1.2.4 结果计算

试样的含水率  $W$  按式(3)计算：

$$W = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$W$  ——试样的含水率，%；

$m_1$  ——试样中测得水的质量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m_0$  ——空白消耗水的质量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m$  ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示，按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

#### 5.1.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，含水率在  $0.05\% \sim 0.07\%$  时，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $0.012\%$ ，超过重复性限  $0.012\%$  的情况不超过  $5\%$ 。

### 5.1.3 方法 C(压差法)

压差法测试含水率，按附录 A 规定的试验方法。

## 5.2 相对黏度

### 5.2.1 原理

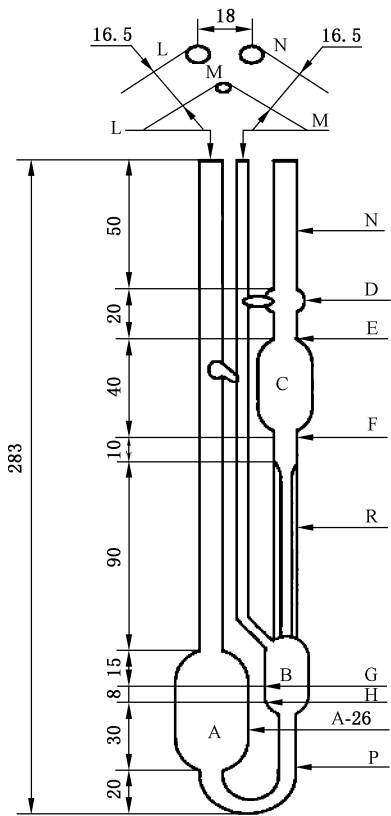
在  $(25.00 \pm 0.02)^\circ\text{C}$  下测定  $(96.0 \pm 0.1)\%$  的硫酸和浓度为  $0.010 \text{ g/mL}$  试样溶液在重力作用下的流

出时间,根据测量所得的流出时间计算其相对黏度。

5.2.2 仪器和设备

- 5.2.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。
- 5.2.2.2 恒温水浴:能保持温度 $(25.00\pm0.02)^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.2.3 带加热的磁力搅拌装置:温度控制精度  $2^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.2.4 具塞锥形烧瓶:100 mL。
- 5.2.2.5 乌氏黏度计:保持溶剂流出时间在 100 s~120 s,示意图如图 1 所示。乌氏黏度计应采用符合 ISO 3105 规定的气液柱式乌氏黏度计,或在 ISO 3105 中列出的其他类型黏度计,供需双方应使用相同的黏度计。有争议时,应使用图 1 规定的乌氏黏度计。
- 5.2.2.6 加液装置:精度 0.01 mL。
- 5.2.2.7 计时器:精度 0.01 s。
- 5.2.2.8 烘箱:能保持温度 $(105\pm5)^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.2.2.9 砂芯漏斗:2<sup>#</sup>。

单位为毫米



- 说明:
- |             |              |
|-------------|--------------|
| A —— 下贮器;   | G、H —— 装液标线; |
| B —— 悬挂水平球; | L —— 夹持管;    |
| C —— 计时球;   | M —— 下通气管;   |
| D —— 上贮器;   | N —— 上通气管;   |
| E —— 上计时标线; | P —— 连接管;    |
| F —— 下计时标线; | R —— 工作毛细管。  |

图 1 乌氏黏度计示意图



## 5.2.3 试剂或材料

## 5.2.3.1 乙醇。

5.2.3.2 硫酸:密度 1.84 g/cm<sup>3</sup>。

## 5.2.3.3 硫酸溶液[(96±0.1)%]:按 GB/T 625 中的方法标定。

## 5.2.4 试验步骤

## 5.2.4.1 黏度计清洗

黏度计在初次使用前、两次测试的溶剂流经时间差大于 0.4 s 和正常使用一段时间后都要清洗。用铬酸洗液将其充满,直立放置 8 h 以上,倒出洗液,用水洗净,乙醇(见 5.2.3.1)润洗,放入烘箱干燥。

每次测定完毕,把试样溶液从黏度计中倒出,依次用硫酸(见 5.2.3.2)、水和乙醇清洗后放入烘箱干燥。

## 5.2.4.2 试样溶液制备

迅速称取 0.20 g~0.25 g 试样,称量至 0.1 mg,置于 100 mL 具塞锥形烧瓶(见 5.2.2.4)中。采用加液装置(见 5.2.2.6)准确加入硫酸溶液(见 5.2.3.3),配制成浓度为 0.010 g/mL 的试样溶液。在磁力搅拌加热装置(见 5.2.2.3)上搅拌至试样完全溶解(溶解温度不应超过 40 ℃,约 4 h 以上),冷却至室温。

如试样中含无机材料或其他添加剂,则有效切片质量  $m_0$  按式(4)计算:

$$m_0 = m [1 - (W_i + W_0)] \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_0$ ——有效切片的质量,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

$W_i$ ——试样中无机材料的质量分数;

$W_0$ ——试样中其他添加剂的质量分数。

当  $W_i$ 、 $W_0$  其中任何一个量超过 0.5% 时,应对  $m_0$  进行修正。按照有效切片的质量计算加入硫酸溶液的体积,试样溶液用 2# 砂芯漏斗过滤。

## 5.2.4.3 流经时间测定

5.2.4.3.1 将试样溶液摇匀后小心地注入乌氏黏度计(见 5.2.2.5)中,使其液面处在两条装液标线之间。

5.2.4.3.2 把黏度计安装在(25.00±0.02)℃的恒温水浴(见 5.2.2.2)中,保证黏度计垂直,上部小球完全浸在水溶液面下,恒温 20 min。

5.2.4.3.3 用抽吸装置把试样溶液抽吸到上计时标线以上,让试样溶液自由流下,测定试样溶液流经黏度计两计时标线之间的时间,准确至 0.01 s。当相继两次测定值之差在 0.25% 以内,取该两次测定值的平均值作为溶液的流经时间,若超出 0.25%,继续测定。

5.2.4.3.4 用同一黏度计按同样方法预先测定溶剂的流经时间。

5.2.4.3.5 若连续两次测定溶剂的平均流经时间之差大于 0.2%,则应清洗黏度计。所用溶剂的流经时间每天至少测定一次或采用经实验室验证的其他频次。如果溶剂的流经时间与配制时测定的初始值之差大于 0.5% 时,则应废弃该溶剂,重新配制新溶剂。

## 5.2.5 结果计算

试样的相对黏度以  $\eta_r$  按式(5)计算:

$$\eta_r = \frac{t}{t_0}$$

.....( 5 )

式中：

- $\eta_r$  ——试样的相对黏度；
- $t$  ——试样溶液的流经时间,单位为秒(s)；
- $t_0$  ——溶剂的流经时间,单位为秒(s)。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

5.2.6 精密度

5.2.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,相对黏度在 2.42~2.49 时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.018,超过重复性限 0.018 的情况不超过 5%。

5.2.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,相对黏度在 2.42~2.49 时,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 0.051,超过再现性限 0.051 的情况不超过 5%。

5.3 热水可萃取物含量

5.3.1 方法 A(重量法)

5.3.1.1 原理

试样在≥97℃的热水中被萃取,通过萃取前后试样的质量差,计算热水可萃取物含量。

5.3.1.2 仪器和设备

- 5.3.1.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。
- 5.3.1.2.2 烘箱:能保持温度(120±2)℃。
- 5.3.1.2.3 恒温水浴:能保持温度 97℃~100℃,有进水口和出水口,能控制进出水速率 250 mL/min。
- 5.3.1.2.4 带盖的不锈钢多孔圆筒。
- 5.3.1.2.5 干燥器:装有变色硅胶。

5.3.1.3 试验步骤

- 5.3.1.3.1 按照 5.1 测量试样含水率 W。
- 5.3.1.3.2 将带盖的不锈钢多孔圆筒(见 5.3.1.2.4)放入(120±2)℃烘箱(见 5.3.1.2.2)中烘至恒重(烘 2 h 后开始称量,每隔 10 min 称量一次,前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%)后移入干燥器冷却 30 min~45 min 至室温,称其质量,称量至 0.1 mg。
- 5.3.1.3.3 称取约 20 g 试样,称量至 0.1 mg,置于圆筒中,封盖后放入≥97℃的恒温水浴(见 5.3.1.2.3)中萃取 8 h,水以 250 mL/min 流速流经水浴。
- 5.3.1.3.4 萃取完成后,取出带盖圆筒,待其下端无水滴后,在(120±2)℃烘箱中烘至恒重(烘 6 h 后开始称量,每隔 10 min 称量一次,前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%),移入干燥器冷却 30 min~45 min 至室温,称其质量,称量至 0.1 mg。

## 5.3.1.4 结果计算

试样的热水可萃取物含量按式(6)计算：

$$X_1 = \frac{m(1-W) + m_1 - m_2}{m(1-W)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$X_1$ ——热水可萃取物含量，%；

$m$ ——试样的质量，单位为克(g)；

$W$ ——试样的含水率，%；

$m_1$ ——带盖圆筒的干燥质量，单位为克(g)；

$m_2$ ——萃取后带盖圆筒和试样的干燥质量，单位为克(g)。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示，按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

## 5.3.1.5 精密度

## 5.3.1.5.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，热水可萃取物含量在 0.48%~0.54% 时，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.056%，超过重复性限 0.056% 的情况不超过 5%。

## 5.3.1.5.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值，热水可萃取物含量在 0.48%~0.54% 时，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 0.077%，超过再现性限 0.077% 的情况不超过 5%。

## 5.3.2 方法 B(索氏萃取折光法)

## 5.3.2.1 原理

试样在特制的索氏萃取器中经热水萃取，用折光仪测定萃取液的折光率。根据己内酰胺标准溶液的折光率曲线，计算试样中热水可萃取物的含量。

## 5.3.2.2 仪器和设备

5.3.2.2.1 天平：最小分度值 0.1 mg。

5.3.2.2.2 数字折光仪：自动温度补偿，最小分度值 ≤ 0.000 01。

5.3.2.2.3 索氏萃取装置，见图 2。包含下列器件：

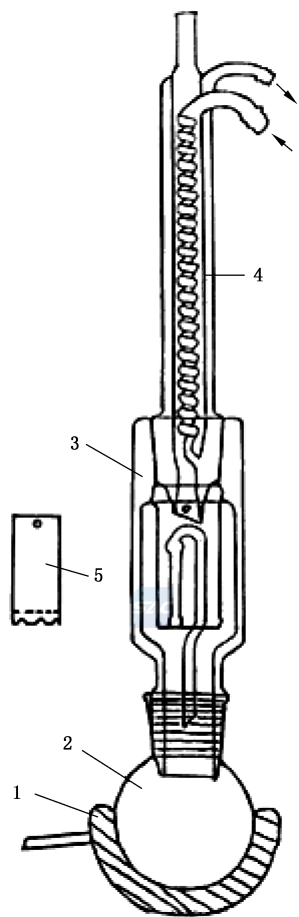
——电热套：与 250 mL 蒸馏烧瓶配套，温度控制精度 ± 2 ℃；

——蒸馏烧瓶：250 mL；

——索式萃取器：玻璃材质，内含套筒，可以放入 100 mL 萃取杯，内附 n 形虹吸管；

——萃取杯：100 mL，底部带孔，直径约 1.5 mm，上部带 4 个孔，与虹吸管顶部位置保持水平，直径约 6 mm；

——复壁蛇形双作用冷凝管：应符合 GB/T 28212 规定，规格为 300 mm，蛇形圈数不少于 23 圈。



- 说明：
- 1——电热套；
  - 2——蒸馏烧瓶；
  - 3——索式萃取器；
  - 4——复壁蛇形双作用冷凝管；
  - 5——萃取杯。

图 2 索式萃取装置示意图

5.3.2.2.4 容量瓶：100 mL、1 000 mL。

5.3.2.2.5 单标移液管：5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL。

5.3.2.3 试剂或材料

5.3.2.3.1 己内酰胺。

5.3.2.3.2 己内酰胺标准溶液(8 g/L)：称取 8.000 g 己内酰胺，称量至 0.1 mg，置于烧杯中，用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

5.3.2.4 试验步骤

5.3.2.4.1 工作曲线绘制

用移液管(见 5.3.2.2.5)移取己内酰胺标准溶液(见 5.3.2.3.2)0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL，分别注入 6 个 100 mL 容量瓶(见 5.3.2.2.4)中，用水稀释至刻度。不同含量的己内酰胺标准溶液配制如表 2 所示。

表 2 不同含量的己内酰胺标准溶液配制表

加入己内酰胺标准溶液的体积/mL	0	5	10	15	20	25
对应己内酰胺的量/g	0.00	0.04	0.08	0.12	0.16	0.20
相当于热水可萃取物含量/%	0.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

用折光仪(见 5.3.2.2.2)测定上述各标准溶液的折光率,以对应的标准溶液中所含己内酰胺的质量(g)为横坐标,相应的折光率为纵坐标绘制工作曲线。工作曲线斜率的相关系数  $R$  应 $\geq 0.999$ 。

#### 5.3.2.4.2 试样测定

5.3.2.4.2.1 按照 5.1 测量试样含水率  $W$ 。

5.3.2.4.2.2 称取约 20 g 试样,称量至 0.1 mg,置于萃取杯(见 5.3.2.2.3)中,将萃取杯置于索氏萃取器(见 5.3.2.2.3)中部,下接预先加入 85 mL 水的蒸馏烧瓶(见 5.3.2.2.3),上接复壁蛇形双作用冷凝管(见 5.3.2.2.3)。

5.3.2.4.2.3 将烧瓶置于电热套(见 5.3.2.2.3)中加热回流,控制每小时回流 6 次~8 次,总回流时间不少于 8 h。

5.3.2.4.2.4 萃取完成后,将烧瓶取下并冷却至室温。将烧瓶中的萃取液转移至 100 mL 容量瓶(见 5.3.2.2.4)中,用水润洗 2 次,稀释至刻度。

5.3.2.4.2.5 用数字折光仪(见 5.3.2.2.2)测定萃取液的折光率。

#### 5.3.2.5 结果计算

试样的热水可萃取物含量按式(7)计算:



$$X_1 = \frac{q}{m(1-W)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$X_1$  ——试样的热水可萃取物含量,%;

$q$  ——在己内酰胺标准工作曲线上查得的萃取液中己内酰胺的质量,单位为克(g);

$m$  ——试样的质量,单位为克(g);

$W$  ——试样的含水率,%。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

#### 5.3.2.6 精密度

##### 5.3.2.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,热水可萃取物含量在 0.27%~0.50%时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.036%,超过重复性限 0.036%的情况不超过 5%。

##### 5.3.2.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,热水可萃取物含量在 0.27%~0.50%时,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 0.15%,超过再现性限 0.15%的情况不超过 5%。

### 5.4 二氧化钛含量

#### 5.4.1 原理

试样在加热条件下,用浓硫酸和适量过氧化氢消解。以四价离子状态存在的钛,在强酸溶液中与过

氧化氢形成络合物。用分光光度计在 410 nm 波长处测定其吸光度,计算二氧化钛含量。

5.4.2 仪器和设备

- 5.4.2.1 分光光度计:波长 320 nm~810 nm,备有 3 cm、4 cm 或 5 cm 的比色皿。
- 5.4.2.2 天平:最小分度值 0.1 mg。
- 5.4.2.3 加热装置:能保持温度 300 ℃以上。
- 5.4.2.4 容量瓶:100 mL。
- 5.4.2.5 刻度移液管:2 mL。
- 5.4.2.6 凯式烧瓶:250 mL。
- 5.4.2.7 烧杯:100 mL。
- 5.4.2.8 量筒:25 mL、100 mL。

5.4.3 试剂或材料

- 5.4.3.1 硫酸:密度 1.84 g/cm<sup>3</sup>。
- 5.4.3.2 硫酸铵。
- 5.4.3.3 过氧化氢。
- 5.4.3.4 过氧化氢溶液:3%。
- 5.4.3.5 二氧化钛:纯度 99.9%。
- 5.4.3.6 钛标准溶液(1 mg/mL):将 166.8 mg 二氧化钛、5 g 硫酸铵和 20 mL 硫酸,加入 100 mL 烧杯中加热溶解,冷却至室温后转移至装有 50 mL 水的 100 mL 容量瓶,用水润洗 2 次,冷却至室温,稀释至刻度,摇匀。

5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 工作曲线绘制

5.4.4.1.1 用刻度移液管(见 5.4.2.5)移取钛标准溶液(见 5.4.3.6)0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL,分别注入 7 个 100 mL 容量瓶(见 5.4.2.4)中,配制半消光切片的钛标准溶液。不同含量半消光切片的钛标准溶液配制如表 3 所示。

表 3 半消光切片的钛标准溶液配制表

加入钛标准溶液的体积/mL	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2
对应钛的量/mg	0.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2
相当于二氧化钛的量/mg	0.000	0.334	0.667	1.001	1.334	1.668	2.002

5.4.4.1.2 用刻度移液管(见 5.4.2.5)移取钛标准溶液(见 5.4.3.6)0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.4 mL、1.6 mL、1.8 mL、2.0 mL,分别注入 7 个 100 mL 容量瓶(见 5.4.2.4)中,配制全消光切片的钛标准溶液。不同含量全消光切片的钛标准溶液配制如表 4 所示。

表 4 全消光切片的钛标准溶液配制表

加入钛标准溶液的体积/mL	0.8	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
对应钛的量/mg	0.8	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
相当于二氧化钛的量/mg	1.334	1.668	2.002	2.335	2.667	3.002	3.336

5.4.4.1.3 在上述各容量瓶中加入 50 mL 水,摇匀后加入 10 mL 3%过氧化氢溶液(见 5.4.3.4),用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.4.1.4 在分光光度计(见 5.4.2.1)410 nm 波长处,测定钛标准溶液的吸光度。

5.4.4.1.5 根据钛含量对应的吸光度绘制工作曲线。

#### 5.4.4.2 试样测定

5.4.4.2.1 称取适量试样(半消光切片约 250 mg;全消光切片约 150 mg),称量至 0.1 mg,置于 250 mL 的凯氏烧瓶(见 5.4.2.6)中,加入 10 mL 硫酸(见 5.4.3.1)。

5.4.4.2.2 将凯氏烧瓶以 45°斜支于加热装置(见 5.4.2.3)上,加热至试样完全溶解,溶液呈深褐色。

5.4.4.2.3 缓慢地逐滴加入过氧化氢(见 5.4.3.3),使溶液脱色至无色透明,继续加热 5 min 后冷却至室温。

5.4.4.2.4 凯氏烧瓶中加入 20 mL 水稀释,将烧瓶内液体转移至 100 mL 容量瓶,用水润洗 2 次,冷却至室温,加入 10 mL 3%过氧化氢溶液(见 5.4.3.4),稀释至刻度,摇匀。

5.4.4.2.5 用测定钛标准曲线相同规格的比色皿在分光光度计 410 nm 波长处测定吸光度。同时做空白试验。

#### 5.4.5 结果计算

试样的二氧化钛含量按式(8)计算:

$$X_2 = \frac{m_0 \times 1.668}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$X_2$  ——二氧化钛含量,%;

$m_0$  ——在工作曲线上查得的试样溶液中钛的质量,单位为毫克(mg);

1.668——二氧化钛摩尔质量与钛摩尔质量之比;

$m$  ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果以两次平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后三位。

#### 5.4.6 精密度

##### 5.4.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,二氧化钛含量在 0.288%~0.367%时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.046%,超过重复性限 0.046%的情况不超过 5%;二氧化钛含量在 1.466%~1.623%时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 0.137%,超过重复性限 0.137%的情况不超过 5%。

##### 5.4.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,二氧化钛含量在 0.288%~0.367%时,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 0.077%,超过再现性限 0.077%的情况不超过 5%;二氧化钛含量在 1.466%~1.623%时,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 0.195%,超过再现性限 0.195%的情况不超过 5%。

#### 5.5 氨基含量

##### 5.5.1 方法 A(电位滴定法——三氟乙醇体系)

###### 5.5.1.1 原理

将试样溶解在 88%三氟乙醇溶液中,用盐酸-乙醇标准滴定溶液进行电位滴定,根据消耗的标准滴



定溶液的体积,计算氨基含量。

5.5.1.2 仪器和设备

- 5.5.1.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。
- 5.5.1.2.2 自动电位滴定装置。
- 5.5.1.2.3 带加热的磁力搅拌装置:能保持温度(60±2)℃。
- 5.5.1.2.4 具塞锥形烧瓶:100 mL。
- 5.5.1.2.5 容量瓶:500 mL。
- 5.5.1.2.6 单标移液管:20 mL。
- 5.5.1.2.7 量筒:100 mL。

5.5.1.3 试剂或材料

- 5.5.1.3.1 盐酸。
- 5.5.1.3.2 乙醇(95%)。
- 5.5.1.3.3 三氟乙醇溶液:88%。
- 5.5.1.3.4 盐酸-乙醇标准滴定溶液(0.5 mol/L):按照 GB/T 601 配制和标定,标定方式建议用电位滴定。
- 5.5.1.3.5 盐酸-乙醇标准滴定溶液(0.02 mol/L):移取 20 mL 0.5 mol/L 盐酸-乙醇标准滴定溶液,用乙醇(95%)稀释至 500 mL。

5.5.1.4 试验步骤

- 5.5.1.4.1 称取约 0.8 g 试样,称量至 0.1 mg,置于 100 mL 的具塞锥形烧瓶(见 5.5.1.2.4)中,加入 50 mL 三氟乙醇溶液(见 5.5.1.3.3)。
- 5.5.1.4.2 在已调节温度为(60±2)℃的磁力搅拌装置(见 5.5.1.2.3)上加热回流至试样完全溶解,冷却至室温。
- 5.5.1.4.3 用盐酸-乙醇标准滴定溶液(见 5.5.1.3.5)进行电位滴定。同时做空白试验。
- 5.5.1.4.4 测试后的试样溶液继续用于羧基含量测试。

5.5.1.5 结果计算

试样的氨基含量以  $X_3$  按式(9)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_0) \times c(\text{HCl})}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- $X_3$  ——试样的氨基含量,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);
- $V_1$  ——试样消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$  ——空白消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $c(\text{HCl})$  ——盐酸-乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

5.5.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,氨基含量在 47.4 mmol/kg~49.9 mmol/kg 时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 1.40 mmol/kg,超过重复性限 1.40 mmol/kg 的情况不超



过 5%。

## 5.5.2 方法 B(电位滴定法——间甲酚-异丙醇体系)

### 5.5.2.1 原理

将试样溶解在间甲酚和异丙醇混合液中,用盐酸-乙醇标准滴定溶液进行电位滴定,根据消耗的标准滴定溶液的体积,计算出氨基含量。

### 5.5.2.2 仪器和设备

5.5.2.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。

5.5.2.2.2 自动电位滴定装置。

5.5.2.2.3 带加热的磁力搅拌装置:温度控制精度 $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.5.2.2.4 具塞锥形烧瓶:150 mL。

5.5.2.2.5 容量瓶:1 000 mL。

5.5.2.2.6 单标移液管:100 mL。

5.5.2.2.7 量筒:100 mL。

### 5.5.2.3 试剂或材料

5.5.2.3.1 间甲酚。

5.5.2.3.2 异丙醇。

5.5.2.3.3 乙醇(95%)。

5.5.2.3.4 盐酸。

5.5.2.3.5 间甲酚-异丙醇混合液:质量比 2 : 1。

5.5.2.3.6 盐酸-乙醇标准滴定溶液(0.5 mol/L):按照 GB/T 601 配制和标定,标定方法建议用电位滴定。

5.5.2.3.7 盐酸-乙醇标准滴定溶液(0.05 mol/L):移取 100 mL 0.5 mol/L 盐酸-乙醇标准滴定溶液,用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

### 5.5.2.4 试验步骤

5.5.2.4.1 称取 0.8 g 试样,称量至 0.1 mg,置于 150 mL 的锥形烧瓶(见 5.5.2.2.4)中,加入 80 mL 间甲酚-异丙醇混合液(见 5.5.2.3.5)。

5.5.2.4.2 在已调节温度为 $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的磁力搅拌装置(见 5.5.2.2.3)上加热回流至试样完全溶解,冷却至室温。

5.5.2.4.3 用盐酸-乙醇标准滴定溶液(见 5.5.2.3.7)进行电位滴定。同时做空白试验。

### 5.5.2.5 结果计算

试样的氨基含量按式(10)计算:

$$X_3 = \frac{(V_3 - V_2) \times c(\text{HCl})}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$X_3$  ——试样的氨基含量,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);

$V_3$  ——试样消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——空白消耗盐酸-乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c(\text{HCl})$ ——盐酸-乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。  
计算结果以两个平行样品测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

5.5.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,氨基含量在 46.2 mmol/kg~48.9 mmol/kg 时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 1.75 mmol/kg,超过重复性限 1.75 mmol/kg 的情况不超过 5%。

5.6 羧基含量

5.6.1 方法 A(电位滴定法)

5.6.1.1 原理

在氨基含量滴定(见 5.5.1)完成后的试样溶液中,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液中和过量盐酸,继续滴定羧基含量。根据消耗的标准滴定溶液体积,计算羧基的含量。

5.6.1.2 仪器和设备

- 5.6.1.2.1 自动电位滴定装置。
- 5.6.1.2.2 容量瓶:500 mL。
- 5.6.1.2.3 单标移液管:100 mL。

5.6.1.3 试剂或材料

- 5.6.1.3.1 氢氧化钾。
- 5.6.1.3.2 乙醇(95%)。
- 5.6.1.3.3 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(0.1 mol/L):按照 GB/T 601 配制和标定,标定方法建议用电位滴定。
- 5.6.1.3.4 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(0.02 mol/L):移取 100 mL 0.1 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液,用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

5.6.1.4 试验步骤

氨基含量测试(见 5.5.1.4)完成后的试样溶液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(见 5.6.1.3.4)中和过量盐酸,继续滴定至终点。

5.6.1.5 结果计算

试样的羧基含量按式(11)计算:

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_0) \times c(\text{KOH})}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- $X_4$ ——试样的氨基含量,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);
- $V_1$ ——试样消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$ ——中和过量盐酸消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $c(\text{KOH})$ ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两次平行样测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

#### 5.6.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,羧基含量在 71.1 mmol/kg~73.1 mmol/kg 时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 2.00 mmol/kg,超过重复性限 2.00 mmol/kg 的情况不超过 5%。

#### 5.6.2 方法 B(容量法)

##### 5.6.2.1 原理

将试样溶于苯甲醇中,用酚酞作指示剂,用氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液进行滴定。根据消耗的标准滴定溶液体积,计算羧基的含量。

##### 5.6.2.2 仪器和设备

5.6.2.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。

5.6.2.2.2 具塞锥形烧瓶:100 mL、250 mL。

5.6.2.2.3 带加热的磁力搅拌装置:温度控制精度 $(165\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.2.2.4 滴定装置:最小分度值 0.01 mL。

5.6.2.2.5 量筒:25 mL、50 mL、250 mL。

5.6.2.2.6 容量瓶:1 000 mL。

5.6.2.2.7 烧杯:1 000 mL。

##### 5.6.2.3 试剂或材料

5.6.2.3.1 苯甲醇。

5.6.2.3.2 氢氧化钾。

5.6.2.3.3 苯甲酸。

5.6.2.3.4 乙醇(95%)。

5.6.2.3.5 氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液(0.1 mol/L):称取约 500 g 氢氧化钾置于烧杯中,加入约 420 mL 水溶解,冷却后移入聚乙烯容器中静置 24 h。用塑料滴管量取 7 mL 上层清液,用苯甲醇稀释至 1 000 mL,密闭避光放置 48 h 至溶液清亮后,用塑料管虹吸上层清液至另一聚乙烯容器中,避光保存。

5.6.2.3.6 酚酞溶液(10 g/L):称取 1 g 酚酞,溶于乙醇(95%)中,用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

5.6.2.3.7 氮气。

5.6.2.3.8 凡士林。

##### 5.6.2.4 试验步骤

###### 5.6.2.4.1 氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液标定

5.6.2.4.1.1 称取约 0.5 g 于 105 °C 烘至恒重的苯甲酸(见 5.6.2.3.3),称量至 0.1 mg,置于 250 mL 锥形烧瓶中。

5.6.2.4.1.2 加入 50 mL 乙醇(95%)溶解,加 3 滴~4 滴酚酞溶液(见 5.6.2.3.6),用氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液(见 5.6.2.3.5)滴定至溶液出现淡粉色且 30 s 内不褪色。同时做空白试验。

氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的浓度按式(12)计算:

$$c(\text{KOH}) = \frac{m_1 \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times M} \dots\dots\dots (12)$$

式中：  
*c*(KOH)——氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
*m*<sub>1</sub> ——苯甲酸的质量，单位为克(g)；  
*V*<sub>1</sub> ——苯甲酸消耗氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
*V*<sub>0</sub> ——空白消耗氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
*M* ——苯甲酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(*M*=122.12)。

5.6.2.4.2 试样测定

- 5.6.2.4.2.1 称取约 4 g 试样，称量至 0.1 mg，置于 100 mL 具塞锥形烧瓶中。加入 50 mL 苯甲醇，在瓶中充满氮气后塞好玻璃塞，用凡士林封紧。
- 5.6.2.4.2.2 在已调节温度为(165±2)℃的磁力搅拌装置(见 5.6.2.2.3)上加热搅拌至试样完全溶解(约 1 h)。溶解过程应在通风橱内进行。
- 5.6.2.4.2.3 小心地打开瓶塞，用 5 mL 苯甲醇冲洗瓶壁、瓶塞。
- 5.6.2.4.2.4 加入 2 滴~3 滴酚酞溶液作为指示剂，在磁力搅拌下用氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液(见 5.6.2.3.5)滴定至溶液出现淡粉色且 30 s 内不褪。同时做空白试验。

5.6.2.5 结果计算

试样的羧基含量按式(13)计算：

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_2) \times c(\text{KOH})}{m_2} \times 1\,000 \dots\dots\dots (13)$$

式中：  
*X*<sub>4</sub> ——试样的羧基含量，单位为毫摩尔每千克(mmol/kg)；  
*V*<sub>3</sub> ——试样消耗氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
*V*<sub>2</sub> ——空白消耗氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
*c*(KOH)——氢氧化钾-苯甲醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
*m*<sub>2</sub> ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果以两次平行样测试结果的平均值表示，按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

5.6.2.6 精密度

5.6.2.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，羧基含量在 69.0 mmol/kg~74.0 mmol/kg 时，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 1.48 mmol/kg，超过重复性限 1.48 mmol/kg 的情况不超过 5%。

5.6.2.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值，羧基含量在 69.0 mmol/kg~74.0 mmol/kg 时，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 4.06 mmol/kg，超过再现性限 4.06 mmol/kg 的情况不超过 5%。

## 5.7 熔点

### 5.7.1 方法 A(差示扫描量热法)

#### 5.7.1.1 原理

试样在程序温度控制下,用差示扫描量热仪测量输入到试样的热流速率随温度和时间变化的数值,绘制热焓曲线,由曲线得到试样的熔点。

#### 5.7.1.2 仪器和设备

5.7.1.2.1 差示扫描量热(DSC)仪:温度指示精度  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,能以  $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率等速升温。

5.7.1.2.2 天平:最小分度值  $0.1\text{ mg}$ 。

5.7.1.2.3 平口钳。

5.7.1.2.4 铝皿。

#### 5.7.1.3 试剂或材料

熔点标准物:钢: $156.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;锡: $231.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;锌: $419.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.7.1.4 试验步骤

##### 5.7.1.4.1 温度校正

用熔点标准物质校正仪器。升温速率为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,钢从  $130\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 175\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,锡从  $210\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 255\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,锌从  $390\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

##### 5.7.1.4.2 样品测试

5.7.1.4.2.1 用平口钳将切片夹扁、夹平,称取  $7\text{ mg}\sim 10\text{ mg}$  试样,称量至  $0.1\text{ mg}$ ,置于铝皿中,盖上盖子,用压片机压紧,放于仪器试样盘位置。

5.7.1.4.2.2 用氮气或其他惰性气体进行保护,流速: $30\text{ mL}/\text{min}\sim 50\text{ mL}/\text{min}$ 。

5.7.1.4.2.3 以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温速率将温度升至  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保温  $3\text{ min}$ ,以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率冷却至  $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ (或结晶峰以下  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ),再以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率重新升温至  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,记录 DSC 曲线。

##### 5.7.1.5 结果表述

在热焓曲线上读取重结晶后的熔融峰温度作为试样的熔点,以两次平行样测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

##### 5.7.1.6 精密度

###### 5.7.1.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,熔点在  $220.1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 222.7\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $0.40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,超过重复性限  $0.40\text{ }^{\circ}\text{C}$  的情况不超过  $5\%$ 。

###### 5.7.1.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,熔点在  $220.1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 222.7\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限  $2.78\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,超过再现性限  $2.78\text{ }^{\circ}\text{C}$  的情况不超过  $5\%$ 。

5.7.2 方法 B(偏光显微镜法)

偏光显微镜法测试熔点,按附录 B 规定的试验方法。

5.8 外观

5.8.1 原理

目测观察一定量的试样,检出异状切片和具有黑点或黄点的切片。

5.8.2 仪器和设备

- 5.8.2.1 天平:最小分度值 0.1 g。
- 5.8.2.2 日光灯。
- 5.8.2.3 白色搪瓷浅盘:30 cm×40 cm。
- 5.8.2.4 样品瓶:1 000 mL。
- 5.8.2.5 镊子。
- 5.8.2.6 培养皿。

5.8.3 试验步骤

- 5.8.3.1 称取(500±5)g 试样,称量至 1 g,置于样品瓶中,把其中试样分批倒入搪瓷盘中,均匀铺成一层,按 3.4 中的定义拣出异状切片和具有黑点或黄点的切片,放入培养皿中。
- 5.8.3.2 将白瓷盘中的试样倒掉,重复(5.8.3.1)完成剩下试样的测定。根据拣出的全部异状切片数  $n_1$  和具有黑点或黄点的切片数  $n_2$ ,计算异状切片含量和黑点或黄点切片含量。

5.8.4 结果计算

异状切片含量  $k_1$ 、黑点或黄点切片含量  $k_2$  按照式(14)、式(15)计算:

$$k_1 = \frac{n_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

$$k_2 = \frac{n_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中:

- $k_1$ ——试样的异状切片含量,单位为粒每百克(粒/100 g);
  - $k_2$ ——试样的黑点或黄点切片含量,单位为粒每百克(粒/100 g);
  - $m$ ——试样的质量,单位为克(g);
  - $n_1$ ——拣出的异状切片的数量,单位为粒;
  - $n_2$ ——拣出的黑点或黄点切片的数量,单位为粒。
- 计算结果按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

5.9 灰分

灰分含量,按附录 C 规定的试验方法。

6 试验报告

- 试验报告应包括:
- 试样名称和来源;

- 使用的标准编号；
- 使用的方法；
- 结果,包括涉及“结果计算”一章的内容,当存在测试结果小于最低检测限时,报告结果以未检出报出；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。



附 录 A  
(规范性附录)  
压差法测试含水率的试验方法

A.1 原理

试样在真空密封空间内加热至规定温度,蒸发试样中的水分。测定水蒸气所引起的压力增值,该压力增值与含水量成正比。根据压力增值计算试样中的含水率。

A.2 仪器和设备

A.2.1 压差法水分测定仪:包含压差管、真空泵、试管、加热炉等。

A.2.2 天平:最小分度值 0.1 mg。

A.3 试剂或材料

二水钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),或在实验条件下失去结晶水的其他水合物如二水氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )、二水钨酸钠( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。

A.4 试验步骤

A.4.1 校正

A.4.1.1 仪器密封性检查

在测定期间经常检查密封以保证气密性,若更换油压力计中的油时,应将仪器抽真空几小时使新油除气。

A.4.1.2 校正因子计算

称 5 份质量为 30 mg~40 mg 的二水钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )标样,放入干燥洁净的试管中,在  $(195 \pm 1)^\circ\text{C}$  下按 A.4.2 步骤进行试验。每个试样测两次,如果测试结果值绝对之差大于 0.04%,相对偏差大于 10%,检查仪器的密封性,再进行两次测定。

校正因子  $f$  相当于产生 1 mm 油压压差时所需要的水的质量,按式(A.1)计算:

$$f = \frac{m_1 \times W_1}{\Delta p} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- $f$  ——校正因子,单位为克每毫米(g/mm);
- $m_1$  ——二水钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )标样的质量,单位为克(g);
- $W_1$  ——二水钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的含水率,14.881%;
- $\Delta p$  ——油压力计所示压差,单位为毫米(mm)。

取 5 份标样校正因子  $f$  的平均值作为校正因子。

以所得的  $f$  平均值为校正因子,应舍去与平均值之差大于 5%的其他结果。



当使用新的二水钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )时,要通过在 200 °C 干燥 1 h 后失重检查含水率。

#### A.4.2 试样测定

A.4.2.1 迅速称取约 2 g 试样,称量至 0.1 mg,装入一干燥洁净的试样管中,将试样管固定于仪器上。打开活塞使系统抽真空至压力小于 100 Pa,关闭活塞,断开真空泵。

A.4.2.2 将加热炉温度升至 $(190 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

A.4.2.3 将试样管套入加热装炉加热 20 min,压差波动不超过 1 mm,以 mm 为单位记录油压力计所示压差。停止加热试管,打开活塞。

#### A.5 结果计算

试样的含水率  $W$  按式(A.2)计算:

$$W = \frac{f \times \Delta p}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

$W$  ——试样的含水率,%;

$f$  ——校正因子(见 A.4.1.2),单位克每毫米(g/mm);

$\Delta p$  ——油压力计所示压差(见 A.4.2.3),单位为毫米(mm);

$m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两次平行样测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。

两次测定结果应同时满足两值绝对之差不大于 0.04%,相对偏差不大于 10%。

## 附 录 B

(规范性附录)

### 偏光显微镜法测试熔点的试验方法

#### B.1 原理

试样在升温控制单元内以一定的速率升温,在偏光显微镜下观察其熔融过程,晶粒引起的光效应消失时的温度即为熔点。

#### B.2 仪器

B.2.1 切片机:可调节厚度,最小值  $2\ \mu\text{m}$ 。

B.2.2 偏光显微镜:放大倍数 100 倍以上。

B.2.3 剪刀。

B.2.4 升温控制单元(包括加热台和控制装置),温度指示精度  $0.1\ ^\circ\text{C}$ 。

B.2.5 载玻片:厚度  $1\ \text{mm}$ 。

B.2.6 盖玻片: $18\ \text{mm}\times 18\ \text{mm}\times 0.17\ \text{mm}$ 。

#### B.3 试验步骤

B.3.1 用切片机(见 B.2.1)将切片切成厚约为  $25\ \mu\text{m}$  的薄片,用剪刀剪取约  $0.5\ \text{mm}^2$  的样品,放在载玻片(见 B.2.5)上,用盖玻片(见 B.2.6)压紧。

B.3.2 将载玻片放在加热台(见 B.2.4)上,快速升温至  $160\ ^\circ\text{C}$ ,然后以  $10\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升温至  $200\ ^\circ\text{C}$ ,再以  $2\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  的升温速率升温,根据需要观察初熔,记下读数。

B.3.3 试样达到初熔后,快速升温至  $250\ ^\circ\text{C}$ ,保温  $3\ \text{min}$ ,然后快速降低到  $160\ ^\circ\text{C}$ ,再以  $10\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  的升温速率升温至  $200\ ^\circ\text{C}$ ,最后以  $2\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升温,在偏光显微镜下观察终熔,晶粒引起的光效应消失时所显示的温度即为试样熔点。

#### B.4 结果表述

计算结果按两次测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后一位。

## 附 录 C

### (规范性附录)

### 灰分的试验方法

#### C.1 原理

试样经炭化、高温灼烧灰化,根据灼烧残渣和试样质量计算灰分。

#### C.2 仪器和设备

- C.2.1 天平:最小分度值 0.1 mg。
- C.2.2 瓷坩埚:50 mL 或 100 mL。
- C.2.3 电炉或灰化炉:能保持温度 300 ℃ 以上。
- C.2.4 马弗炉:能保持温度(850±25)℃。
- C.2.5 坩埚钳。
- C.2.6 干燥器:带可变色硅胶。

#### C.3 试验步骤

C.3.1 把瓷坩埚(见 C.2.2)放入马弗炉(见 C.2.4)中,于 850 ℃ 灼烧 60 min,取出于空气中冷却 6 min 后移至干燥器(见 C.2.6),冷却至室温,称得坩埚质量,称量至 0.1 mg。重复上述操作,直至坩埚恒重(前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%)。

C.3.2 称取适量试样(全消光切片、半消光切片称 5 g,有光切片称 10 g),称量至 0.1 mg,置于上述坩埚中。放在电炉或灰化炉(见 B.2.3)上,不燃烧地进行炭化,直至全部试样炭化完毕。

C.3.3 将坩埚转移至 850 ℃ 马弗炉(见 B.2.4)中,继续灼烧 60 min。取出于空气中冷却 6 min 后移至干燥器中,冷却至室温,称得残渣和坩埚质量,称量至 0.1 mg。重复上述步骤,直至坩埚恒重(前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%)。

#### C.4 结果计算

试样的灰分  $X_5$  按式(C.1)计算:

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- $X_5$ ——试样的灰分,%;
- $m_2$ ——灼烧残渣和坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_1$ ——空坩埚的质量,单位为克(g);
- $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两次平行样测试结果的平均值表示,按 GB/T 8170 修约到小数点后 2 位。