

ICS 71.080.30

CCS G 17

备案号:

SH

中华人民共和国石油化工有限公司标准

SH/T 1498.2—202X

代替 SH/T 1498.2-1997

尼龙 66 盐

第 2 部分：灰分的测定

Nylon 66 Salt-

Part 2: Determination of ash

(报批稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

SH/T 1498《尼龙 66 盐》分为如下几部分：

- 第 1 部分：规格；
- 第 2 部分：灰分的测定；
- 第 3 部分：总挥发碱含量的测定；
- 第 4 部分：假硝酸含量的测定；
- 第 5 部分：假二氨基环己烷含量的测定 紫外分光光度法；
- 第 6 部分：硝酸盐含量的测定 高效液相色谱法；
- 第 7 部分：UV 指数的测定 紫外分光光度法。

本文件为 SH/T 1498 的第 2 部分。

本文件代替 SH/T 1498.2-1997《尼龙 66 盐灰分的测定》。

本文件与 SH/T 1498.2-1997 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

- a) 文件名称修改为《尼龙 66 盐 第 2 部分：灰分的测定》；
- b) 增加了灰分的最低测定含量（见第 1 章）；
- c) 增加了术语和定义（见第 3 章）；
- d) 灼烧温度由“600℃”改为“800℃”（见第 4 章、第 8 章，1997 年版的第 7 章）；
- e) 天平感量由“0.1 mg”改为“0.01 mg”，增加了天平的要求（见 6.2, 1997 年版的 5.1）；
- f) 铂皿体积由 150mL 改为 80mL（见 6.5, 1997 年版的 5.4）；
- g) 灼烧时间由 1h 增加到 1.5h（见 8.2.3, 1997 年版的第 7 章）；
- h) 冷却时间由 0.5h 增加到 1h（见 8.2.3, 1997 年版的第 7 章）；
- i) 增加了尼龙 66 盐（水溶液）样品的预处理（见 8.2.1）；
- j) 补充了残留物灼烧需要重复至恒重的具体规定（见 8.2.3）；

k) 结果报告位数由“1 mg/kg”改为“0.1 mg/kg”(见 9.2, 1997 年版的 8.2);

l) 重新确定了方法的重复性限(见第 10 章, 1997 年版的 9.1)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由中国石油化工集团有限公司提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC63/SC4)归口。

本文件起草单位: 河南神马尼龙化工有限责任公司、中国石油化工股份有限公司上海石油  
油化工研究院、中国石油天然气股份有限公司辽阳石化分公司。

本文件起草人: 赵铎 史红军 张昌会 刘水侠 王川 张敏 杨振国 吕献然 华东旭 卢磊  
李诚炜 王成业 原冬燕 赵晓伟

本文件所代替文件的历次版本发布情况为:

SH 1498-92、SH/T 1498.2-1997。

# 尼龙 66 盐

## 第 2 部分：灰分的测定

警示——本文件并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施，保证符合国家有关法规的规定。

### 1 范围

本文件规定了尼龙 66 盐灰分的测定方法。

本文件适用于灰分含量不低于 1 mg/kg 的尼龙 66 盐的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SH/T 1498.1-202X 尼龙 66 盐 第 1 部分：规格

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法提要

将试样分批在铂皿中炭化，炭质残留物再在 800℃ 马弗炉中灼烧成灰分，然后冷却并称重。

### 5 试剂

5.1 硫酸氢钾：分析纯。

5.2 水：符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

## 6 仪器和设备

6.1 电子天平：感量为 0.01g。

6.2 电子天平：感量为 0.01mg，重复性不大于 0.03mg（采用与铂皿质量相近或更重的砝码重复测定 10 次，所得标准偏差应不大于 0.03mg）。

6.3 酒精喷灯。

6.4 马弗炉：温度可控制在（800±25）℃范围。

6.5 铂皿：80mL。

6.6 泥三角。

6.7 坩埚钳：带铂包头。

6.8 干燥器。

6.9 电热板。

## 7 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679、GB/T 6680 规定的安全与技术要求采取样品。

## 8 分析步骤

### 8.1 铂皿恒重

首先将铂皿洗净，放入少量的硫酸氢钾，用酒精喷灯加热，使之熔融并转动铂皿，让其均匀地涂在内壁上，冷却后用水浸泡，冲洗，使沾在壁上的硫酸氢钾全部洗掉，此操作可重复进行，直至铂皿表面光亮。清洗好的铂皿放在（800±25）℃马弗炉内灼烧 1h 后取出，置于干燥器中自然冷却 1 小时，取出称量（精确到 0.01mg）。重复上述灼烧、冷却、称量过程，直至连续两次称量差值不大于 0.05mg 才可使用。

### 8.2 样品测试

#### 8.2.1 样品预处理

尼龙 66 盐（结晶盐）：用天平（6.1）称取（100.0±0.1）g 样品（精确至 0.01g）于

1000mL 的烧杯内。

尼龙 66 盐（水溶液）：根据 SH/T 1498.1-202X 附录 A 测得的尼龙 66 盐含量，按式（1）计算，称取  $(m_0 \pm 0.1)$  g 样品（精确至 0.01g）于 1000mL 的烧杯，在电热板上缓慢加热，不断搅拌直至水分蒸干，此产物全部作为炭化过程试样。

$$m_0 = \frac{10000}{w} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_0$  —— 尼龙 66 盐（水溶液）样品的质量的数值，单位为克（g）；

$w$  —— 按 SH/T 1498.1-202X 附录 A 测得的尼龙 66 盐含量的数值，%（质量分数）。

### 8.2.2 样品炭化

先将（2~5）g 试样（8.2.1）放入已恒重的铂皿内，置铂皿于泥三角上，用酒精喷灯加热，使试样熔融分解，如炭化着火，则必须将灯撤离。待铂皿中试样完全炭化后，再加入（1~2）g 试样（8.2.1），再用酒精喷灯加热熔融分解，重复此操作，直至把试样（8.2.1）全部炭化为止。

### 8.2.3 样品灰化

将铂皿（8.2.2）放入  $(800 \pm 25)$  °C 马弗炉内灼烧 1.5 小时后，放于干燥器中自然冷却 1 小时，然后取出用天平（6.2）称量（精确到 0.01mg）。重复灼烧 30min 后，再冷却，称量，直至连续两次称量差值不大于 0.05mg 为恒重。

## 9 分析结果的表述

### 9.1 计算

试样中灰分含量按式（2）计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 10^6 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w$  —— 试样中灰分含量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$m_2$  —— 灰分和皿的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$  —— 空皿的质量的数值，单位为克（g）；

$m$  —— 尼龙 66 盐（结晶盐）或尼龙 66 盐（水溶液）折干基的质量的数值，单位为克（g）。

## 9.2 结果的表示

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果，精确至 0.1 mg/kg。

## 10 重复性

重复性：在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于 1.0 mg/kg，以大于 1.0mg/kg 的情况不超过 5%为前提。

## 11 试验报告

报告应包括如下内容：

- a) 有关样品的全部资料，例如样品的名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等。
  - b) 本文件编号。
  - c) 分析结果。
  - d) 测定时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。
-