УДК 678.675.001.4 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАПРОЛАКТАМ

Метод определения циклогексаноноксима

Caprolactam. Method of cyclohexanone oxime content determination

ГОСТ 26743.6—85

Взамен ГОСТ 7850—74 в части п. 3.8

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4326 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения циклогексаноноксима.

Сущность метода заключается в измерении оптической плотности окрашенного соединения формгидроксамовой кислоты с ионами железа (III) при длине волны 500 нм. Формгидроксамовая кислота — это продукт взаимодействия гидроксиламина, образующегося при гидролизе циклогексаноноксима в кислой среде, с формальдегидом в присутствии персульфата аммония.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7850—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектроколориметр, снабженный фильтром с максимумом пропускания света при длине волны 500 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5 см.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Меры массы общего назначения по ГОСТ 7328—82.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75 или калий надсернокислый по ГОСТ 4146—74.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 2%.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор с массовой долей 10%.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, раствор с массовой долей 30%.

Циклогексаноноксим, дважды перекристаллизованный из бензола.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Раствор железоаммонийных квасцов с массовой долей 10% готовят следующим образом: к 100 см³ приготовленного раствора прибавляют 1,5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 2% и при необходимости фильтруют.

3.2. Образец для градуирования готовят следующим образом: 0,1000 г циклогексаноноксима растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают, 1 см³ полученного раствора содержит 0,1 мг циклогексаноноксима.

3.3. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ градуировочного раствора циклогексаноноксима, добавляют в каждую 50 см³ дистиллированной воды, 2 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора формалина, 2,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и 1 г надсернокислого аммония или калия. Объем раствора доводят до метки и тщательно перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 500 нм по отношению к раствору контрольной пробы, приготовленному так же, как и испытуемый раствор, но не содержащему циклогексаноноксим.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси ординат оптическую плотность раствора, по оси абсцисс — массу циклогексаноноксима в миллиграммах.

График должен иметь вид прямой линии.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

10,00 г капролактама взвешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды, добавляют 2 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора формалина, 2,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и 1 г надсернокислого аммония или калия.

Затем доводят объем раствора водой до метки, снова перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, как описано в п. 3.3.

Нуль прибора устанавливают по раствору контрольной пробы, приготовленному так же, как и испытуемый раствор, но не содержащему циклогексаноноксим.

Массу циклогексаноноксима в пробе находят по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю циклогексаноноксима (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{m_1}{10m},$$

где m_1 — масса циклогексаноноксима, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески капролактама, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,001%.

Результат округляют до количества значащих цифр, равного количеству значащих цифр нормы.

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *Г. М. Фролова*

Сдано в наб. 13.01.86 Подп. в печ. 06.03.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,79 уч.-изд. л.
Тир. 16 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1749

Изменение № 1 ГОСТ 26743.6—85 Капролактам. Метод определения циклогексаноноксима

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 08.04.91 № 460

Дата введения 01.01.92

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 7850—74 на ГОСТ 7850—86.

Раздел 2. Первый абзац. Заменить значение: 500 нм на (490±10) нм;

третий абзац дополнить словами: «или стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности (ВЛК или другой марки) с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие, имеющие аналогичные метрологические характеристики»;

седьмой абзац исключить;

одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 4205—77;

последний абзац. Исключить слова: «дважды перекристаллизованный из бензола».

Пункт 3.3 дополнить абзацем: «Допускается обработка полученных результатов по методу наименьших квадратов для вычисления коэффициентов регрессии А и В линейной зависимости».

Раздел 4. Первый абзац изложить в новой редакции: «10,00 г капролактама взвешивают в стакане вместимостью 100 см³, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора формалина, 2,5 см³ раствора железоаммонийных квасцов и 1 г надсернокислого аммония или калия»;

третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «Раство контрольной пробы готовится, как и испытуемый раствор, но без раствора формалина.

Массу циклогексаноноксима в пробе (m) в миллиграммах находят по градуировочному графику или вычисляют по формуле

$$m = \frac{D_{раб} - A}{B},$$

где $D_{раб}$ — оптическая плотность анализируемого раствора;

A, B — коэффициенты регрессии».

Раздел 5 дополнить абзацем (после экспликации): «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерения ±50 % при доверительной вероятности 0,95».

(ИУС № 7 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru