УДК 678.675.001.4 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАПРОЛАКТАМ

Метод определения железа

Caprolactam. Method of iron content determination

ГОСТ 26743.4—85

Взамен ГОСТ 7850—74 в части п. 3.9

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 железа в капролактаме.

Сущность метода заключается в измерении оптической плотности окрашенного раствора соединения железа (III) с роданидом-ионом при длине волны 500 нм. Предварительно железо (II) окисляют перекисью водорода до железа (III).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7850—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр, снабженный сине-зеленым фильтром, с длиной волны 500 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5 см.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 6—2—5, 6—2—2 и 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

gost.e-ecolog.ru

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, раствор с массовой долей 10%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор 1 : 4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, концентрированная.

Перекись водорода по ГОСТ 177—77, раствор с массовой долей 3%.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Градуировочный раствор железа массовой концентрации 1 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212—76. Перед употреблением соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации железа (III) 0,01 мг/см³.

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 5,5 см³ раствора массовой концентрации железа 0,01 мг/см³, добавляют в каждую 2 см³ соляной кислоты, 5 см³ раствора роданистого аммония с массовой долей 10%. Объем колбы доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и сразу же измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 500 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя, равной 5 см, по отношению к контрольной пробе, содержащей те же реактивы, что и рабочая, за исключением раствора железа.

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

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Около 50,00 г капролактама помещают в колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, добавляют 1—2 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения, добавляют по каплям 1—2 см³ перекиси водорода, снова нагревают до кипения и охлаждают.

После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ роданистого аммония, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и сразу же измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, как описано в п. 3.2.

Нуль прибора устанавливают по контрольной пробе.

По градуировочному графику находят массу железа в пробе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю железа в капролактаме (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески капролактама, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать $\pm 0{,}00001$.

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

Изменение № 1 ГОСТ 26743.4—85 Капролактам. Метод определения железа

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;

шестой абзац дополнить словами: «допускаются бюретки 4—2—2 и 6—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

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»;

девятый абзац исключить;

одиннадцатый абзац. Заменить ссылку: СТ СЭВ 222—73 на ГОСТ 27067—86;

четырнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 177—77 на ГОСТ 177—88;

пятнадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 4205—77.

Пункт 3.2 дополнить абзацем: «Допускается обработка полученных результатов по методу наименьших квадратов для нахождения коэффициентов регрессии A и B линейной зависимости».

Раздел 4. Первый абзац. Заменить слова: «Около 50,00 г капролактама» на «Около 50,00 г свежеотобранного капролактама»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Массу железа в пробе (m) в миллиграммах находят по градуировочному графику или вычисляют по формуле

$$m = \frac{D_{раб} - A}{B},$$

где $D_{раб}$ — оптическая плотность;

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