ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КАПРОЛАКТАМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТНОГО ИНДЕКСА И ЛЕТУЧИХ ОСНОВАНИЙ

ГОСТ 26743.7—86, ГОСТ 26743.8—86 (СТ СЭВ 5103—85, СТ СЭВ 5104—85)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством по производству минеральных удобрений

ИСПОЛНИТЕЛИ:

В. М. Олевский, О. А. Добровольский, Т. Н. Глаголева

ВНЕСЕНЫ Министерством по производству минеральных удобрений

Зам. министра **А. А. Кочетов**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 апреля 1986 г. № 951, № 952

УДК 678.675.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 26743.7—86

(СТ СЭВ 5103—85)

КАПРОЛАКТАМ

Метод определения перманганатного индекса

Caprolactam. Determination of permanganate index

Взамен ГОСТ 7850—74 в части приложения 2

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 апреля 1986 г. № 951 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения перманганатного индекса (содержание окисляющихся примесей в капролактаме).

Сущность метода заключается в измерении оптической плотности испытуемого раствора и контрольной пробы через определенный промежуток времени и при определенной длине волны.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5103—85 и международному стандарту ИСО 8660.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7850—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотометр с фильтром, имеющим максимум пропускания при длине волны 420 нм.

Кюветы стеклянные от фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 5 см.

Термостат, поддерживающий температуру (25,0±0,5)° С.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 1—2—2 и 6—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

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, не содержащая окисляющихся веществ, для которой оптическая плотность при контрольном опыте не превышает 0,02 единиц, а pH составляет от 6,2 до 6,5.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,002 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная и раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,01 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Вся стеклянная посуда должна быть тщательно вымыта концентрированной серной кислотой, затем дистиллированной водой, соляной кислотой, снова дистиллированной водой и водой, не содержащей окисляющихся веществ.

3.2. pH воды, не содержащей окисляющихся веществ, при необходимости доводят до pH 6,2—6,5 раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³ или раствором серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = = 0,01 моль/дм³.

В воду, не выдержавшую испытания на оптическую плотность при контрольном опыте, добавляют 1 г марганцовокислого калия на 1000 см³ воды и оставляют на 24 ч. Затем отгоняют 750 см³ дистиллята с помощью «елочного» дефлегматора высотой 600 мм. Первую порцию — приблизительно 70 см³ — отбрасывают и дистиллят используют, предварительно испытав его, как описано выше.

3.3. Раствор молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,002 моль/дм³ готовят разбавлением раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,02 моль/дм³.

Раствор молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,02 моль/дм³ хранят не более недели в склянке из темного стекла при температуре не выше 25°С, раствор молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,002 моль/дм³ готовят перед проведением анализа.

3.4. Растворы гидроокиси молярной концентрации c (NaOH) = = 0,01 моль/дм³ и серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,01 моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1—83.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В конической колбе вместимостью 250 см³ взвешивают 50,0 г капролактама и добавляют 50 см³ воды, не содержащей окисляющихся веществ, в результате чего получают раствор с массовой долей капролактама 50%.

6,0 г раствора капролактама переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, не содержащей окисляющихся веществ, перемешивают и помещают в термостат, где выдерживают при температуре (25,0±0,5)° С не менее 15 мин.

Термостатируемые растворы должны быть защищены от прямого попадания света.

Затем колбу вынимают из термостата, добавляют в нее 2,0 см³ раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,002 моль/дм³, одновременно включают секундомер и тщательно перемешивают содержимое колбы, затем снова помещают в термостат.

По истечении 9 мин колбу вынимают из термостата, раствор помещают в измерительную кювету и точно через (600±10) с с момента прибавления марганцовокислого калия измеряют оптическую плотность раствора по отношению к дистиллированной воде при длине волны 420 нм.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого мерную колбу вместимостью 100 см³ заполняют до метки водой, не содержащей окисляющихся веществ, и далее определение проводят так, как описано выше.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Перманганатный индекс ($ПИ$) капролактама вычисляют по формуле

$$ПИ=(D-D_0)\frac{100}{3},$$

где D — оптическая плотность испытуемого раствора; D_0 — оптическая плотность контрольного раствора.

Если используют кюветы с другой толщиной поглощающего свет слоя, то необходимо ввести поправку, умножив результат на $5/l$ (l — толщина поглощающего свет слоя использованной кюветы, выраженная в сантиметрах).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать 0,3 единицы $ПИ$ при $P=0,95$.

Пределы допускаемой суммарной погрешности измерения перманганатного индекса капролактама составляют ±0,6 единиц *ПИ* при $P=0,95$.

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

gost.e-ecolog.ru