МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА, ТКАНИ, ПЛЕНКИ ПОЛИАМИДНЫЕ

## Определение массовой доли остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений и их концентрации миграции в воду. Методы жидкостной и газожидкостной хроматографии

Издание официальное

БЗ 11—99/452

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 301 «Синтетические волокна и нити»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 7 февраля 2002 г. №59-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30351—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Определение массовой доли остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений . . . 2
4 Определение концентрации миграции капролактама и низкомолекулярных соединений в воду 4
5 Определение массовой доли капролактама . . . . . 6
Приложение А Протокол испытания . . . . . 8
Приложение Б Хроматограммы градуировки и испытаний . . . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПОЛИАМИДЫ, ВОЛОКНА, ТКАНИ, ПЛЕНКИ ПОЛИАМИДНЫЕ

## Определение массовой доли остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений и их концентрации миграции в воду. Методы жидкостной и газожидкостной хроматографии

Polyamides, polyamide fibres, fabrics, films.
Determination of mass fraction of residual caprolactam and low-molecular compounds and their concentration of migration in water. Methods of liquid and gas-liquid chromatography

**Дата введения 2003—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения массовой доли остаточных капролактама (КЛ) и низкомолекулярных соединений и их концентрации миграции в воду (методы жидкостной и газожидкостной хроматографии).

Метод жидкостной хроматографии применяют для испытаний поли-Е-капроамида (полиамида 6), полиамидных волокон, тканей, пленок и изделий из них.

Метод газожидкостной хроматографии применяют для испытаний полиамидных пленок.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6611.0—73 Нити текстильные. Правила приемки

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7850—86 Капролактам. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9968—86 Метилен хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 10213.0—73 (ИСО 1130—75) Волокно и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20566—75 Ткани и штучные изделия текстильные. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 23785.0—2001 Ткань кордная. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 29104.0—91 Ткани технические. Правила приемки и метод отбора проб

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

---

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

**Издание официальное**

## 3 Определение массовой доли остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений

Метод основан на селективном определении массовой доли остаточных капролактама, димера, тримера, тетрамера, пентамера, гексамера и их суммы в растворах (полиамида 6), полиамидных волокон, тканей, пленок, изделий из них в соляной кислоте методом жидкостной хроматографии.

**3.1 Отбор проб**

Отбор проб (полиамида 6) и пленок полиамидных — по нормативным документам (НД) на материал.

Отбор проб полиамидных волокон, тканей, изделий из них—по ГОСТ 6611.0, ГОСТ 10213.0, ГОСТ 20566, ГОСТ 29104.0 и ГОСТ 23785.0.

**3.2 Аппаратура, материалы и реактивы**

Для проведения испытания применяют:

- хроматограф жидкостный «Милихром» или аналогичный, снабженный спектрофотометрическим детектором с диапазоном измерений от 190 до 360 нм; автоматическим потенциометром с предельным значением шкалы 10 мВ; хроматографической микроколонкой металлической (длина 60 мм, внутренний диаметр 2 мм), заполненной Силосорбом $C_{18}$ с размером частиц 5 мкм;
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г;
- лупу измерительную (цена деления 0,1 мм) по ГОСТ 25706 или интегрирующее устройство;
- линейку измерительную по ГОСТ 427;
- колбу Кн-1-100 по ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1-25-14/23 по ГОСТ 25336;
- колбу Кн-1-50-14/23 по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770;
- насос водоструйный по ГОСТ 25336;
- универсальную мельницу «Амита-02» или любое другое измельчающее устройство;
- магнитную мешалку;
- электроплитку закрытого типа по ГОСТ 14919;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- ацетонитрил по НД;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- капролактам по ГОСТ 7850;
- циклический димер по НД.

**3.3 Подготовка к испытанию**

3.3.1 Подготовка проб

Для испытания гранулы полиамида измельчают на измельчителе по инструкции, прилагаемой к прибору; полиамидные волокна, ткани, изделия из них и пленку режут.

3.3.2 Подготовка прибора

Хроматограф готовят к работе в соответствии с инструкцией.

3.3.3 Подготовка подвижной фазы

Подвижную фазу готовят смешением этилового спирта, ацетонитрила и дистиллированной воды в соотношении 15:10:75 по объему и обезвоздушивают при перемешивании в течение 10 мин под вакуумом 20—50 мм рт. ст.

3.3.4 Построение градуировочных графиков

Массовую долю остаточных капролактама (КЛ) и олигомеров определяют по методу абсолютной калибровки.

Для построения градуировочных графиков готовят 5 градуировочных растворов из смеси КЛ и димера с массовой долей каждого компонента 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 %. Для этого навески по 0,0015; 0,0030; 0,0060; 0,0090; 0,0120 г капролактама и димера помещают в предварительно взвешенную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 25 $см^3$ соляной кислоты, взвешивают и рассчитывают массовую долю капролактама и димера в растворе.

Каждый градуировочный раствор хроматографируют 3 раза при условиях по 3.4 и вычисляют площади пика каждого компонента. Площадь пика $S$, мм$^2$, вычисляют по формуле

$$S = hb, \quad (1)$$

где $h$ — высота пика, мм;

$b$ — ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм.

За площадь пика принимают среднеарифметическое результатов 3 параллельных определений каждого раствора.

По полученным данным строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс массовую долю капролактама или димера, по оси ординат — площадь их пиков. Градуировочные графики должны иметь вид прямой линии. Поскольку коэффициенты экстинкции гомологического ряда олигомеров примерно одинаковы, для расчета содержания циклических димера, тримера, тетрамера, пентамера и гексамера используют градуировочный график димера.

Градуировочные графики необходимо проверять при смене колонки и не реже одного раза в месяц по свежеприготовленным градуировочным смесям.

Режим работы при проведении градуировки прибора и испытаний должен быть строго постоянным и одинаковым.

**3.4 Проведение испытания**

При проведении испытаний в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- атмосферное давление 97,3 — 103 кПа (730—770 мм рт. ст.);
- температура окружающего воздуха 10—35 °С;
- относительная влажность воздуха в пределах 30—80 %;
- отсутствие веществ, вызывающих коррозию хроматографа.

Навеску измельченного полиамида 6 или нарезанных полиамидных волокон, ткани, пленки массой 0,05 г помещают в предварительно взвешенную колбу вместимостью 25 см$^3$, растворяют в 5 см$^3$ соляной кислоты при слабом нагревании на электроплитке, не доводя до кипения; охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Полученный раствор хроматографируют 2—3 раза при следующих условиях:

| | |
|---|---|
| скорость потока подвижной фазы, мкл/мин | 50 |
| скорость движения диаграммной ленты, см/мин | 0,15 |
| длина волны, нм | 210 |
| чувствительность детектора | 0,4—0,8 |
| постоянная времени измерения | 1,2 |
| объем пробы, мкл | 2 |

Вычисляют площади пиков по формуле (1) и по градуировочным графикам определяют массовую долю компонентов в анализируемом растворе.

**3.5 Обработка результатов**

Массовую долю остаточных капролактама и олигомеров $X_i$, %, вычисляют по формуле

$$X_i = C_i M/m, \quad (2)$$

где $m$ — масса пробы, г;

$M$ — масса раствора пробы в соляной кислоте, г;

$C_i$ — массовая доля КЛ, димера, тримера и других олигомеров в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, %.

Массовую долю остаточных низкомолекулярных соединений (НМС) в процентах вычисляют как сумму остаточных капролактама и олигомеров.

Результаты вычисляют до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое 2—3 параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5,7 % для КЛ и 8,4 % для олигомеров при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата испытания составляют ± 11 % для КЛ в диапазоне определяемых концентраций 0,5—2,0 % и ± 14 % для олигомеров в диапазоне определяемых концентраций 0,5—2,0 %.

**3.6 Контроль погрешности измерений**

Для контроля погрешности измерений снимают в условиях испытания 4—5 хроматограмм одного из градуировочных растворов, приготовленного по 3.3.4. На каждой хроматограмме определяют площадь пика КЛ и димера. По градуировочному графику находят массовую долю каждого компонента в растворе в процентах и вычисляют среднеарифметическое результатов измерений. Сравнивают полученные значения с известным значением концентрации КЛ и димера в градуировочном растворе. Расхождение не должно превышать значение предельной относительной суммарной погрешности результата испытаний.

3.7 Результаты испытания заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

В приложении Б для информации приведены хроматограммы градуировки и испытаний гранул полиамида 6.

## 4 Определение концентрации миграции капролактама и низкомолекулярных соединений в воду

Метод основан на миграции капролактама, димера, тримера, тетрамера, пентамера и гексамера в водную среду и определении их концентрации миграции в воду методом жидкостной хроматографии.

Диапазон определяемых концентраций миграции капролактама составляет 100—1000 мг/дм$^3$. Минимально определяемая концентрация капролактама без концентрирования — 0,5 мг/дм$^3$.

**4.1 Отбор проб**

Отбор проб — по 3.1.

**4.2 Аппаратура, материалы и реактивы**

Для проведения испытаний применяют:

- хроматограф жидкостный «Милихром» или аналогичный, снабженный: спектрофотометрическим детектором с диапазоном измерений от 190 до 360 нм; автоматическим потенциометром с предельным значением шкалы 10 мВ, классом точности 0,5; хроматографической металлической микроколонкой (длина 60 мм, внутренний диаметр 2 мм), заполненной Силосорбом $C_{18}$ с размером частиц 5 мкм;
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками;
- лупу измерительную (цена деления 0,1 мм) по ГОСТ 25706 или интегрирующее устройство;
- линейку измерительную по ГОСТ 427;
- пипетку 1-1-2-1 по ГОСТ 29227;
- пипетку 1-2-2-5 по ГОСТ 29227;
- колбы 2-100-2; 2-10-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-50(100)-18 по ГОСТ 25336;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- ацетонитрил по НД;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- капролактам по ГОСТ 7850;
- циклический димер по НД;
- фильтр бумажный по ГОСТ 12026.

**4.3 Подготовка к испытанию**

4.3.1 Подготовка проб

Для испытания берут гранулы полиамида 6 длиной 1,0—4,0 мм, отрезки волокон длиной 1 см или кусочки тканей и пленок размером 1 × 1 см.

4.3.2 Подготовка прибора

Подготовка прибора — по 3.3.2.

4.3.3 Подготовка подвижной фазы

Подготовка подвижной фазы —по 3.3.3.

4.3.4 Приготовление стандартных растворов

4.3.4.1 Стандартный раствор капролактама

Навеску капролактама массой 10 г количественно переносят с помощью дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор содержит 100 мг капролактама в 1 см$^3$.

4.3.4.2 Стандартный раствор димера

Навеску димера массой 1,0000 г количественно переносят с помощью дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор содержит 10 мг димера в 1 $см^3$.

4.3.5 Построение градуировочных графиков

Определение концентрации миграции капролактама и олигомеров проводят по методу абсолютной калибровки.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов капролактама и димера ($см^3$). Доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Получают серию градуировочных растворов с концентрацией капролактама 100, 200, 400, 800, 1000 мг/$дм^3$ и димера 50, 100, 150, 200, 250 мг/$дм^3$ соответственно.

Таблица 1

| Стандартный раствор | Градуировочный раствор | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Капролактам | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,8 | 1,0 |
| Димер | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 |

Каждый градуировочный раствор хроматографируют 3 раза при условиях по 3.4 и вычисляют площадь пика ($S_i$) каждого компонента.

Площадь пика $S_i$, $мм^2$, вычисляют по формуле (1).

За площадь пика принимают среднеарифметическое результатов 3 параллельных определений каждого раствора.

По полученным данным строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию капролактама или димера в миллиграммах на кубический дециметр, а по оси ординат — площадь их пиков в квадратных миллиметрах.

Поскольку коэффициенты экстинкции гомологического ряда олигомеров примерно одинаковы, для расчета концентрации миграции циклических димера, тримера, тетрамера, пентамера и гексамера используют градуировочный график димера.

Градуировочные графики необходимо проверять не реже одного раза в месяц и после замены колонки по свежеприготовленным градуировочным смесям.

Режим работы при проведении градуировки прибора и испытаний должен быть строго постоянным и одинаковым.

**4.4 Проведение испытания**

Пробу полиамида 6 или полиамидных волокон, тканей, пленок погружают в колбу с дистиллированной водой в соотношении по массе, г:

$$\frac{\text{масса образца}}{\text{масса воды}} = \frac{1}{10}.$$

Образцы выдерживают в течение 3 сут при комнатной температуре и фильтруют, используя бумажный фильтр.

Полученный раствор хроматографируют 2—3 раза при условиях по 3.4 и вычисляют площади пиков каждого компонента.

**4.5 Обработка результатов**

Концентрацию миграции капролактама и олигомеров в воду $M$ в миллиграммах на кубический дециметр определяют по градуировочным графикам.

Концентрацию миграции НМС в воду в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют как сумму концентраций миграции КЛ и олигомеров.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое 2—3 параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать ± 10,8 % для КЛ и ± 11,3 % для олигомеров при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата испытания составляют ± 15 % для КЛ в диапазоне определяемых концентраций 100—1000 мг/дм$^3$ и ± 13 % для олигомеров в диапазоне определяемых концентраций 50—250 мг/дм$^3$.

**4.6 Контроль погрешности измерений**

Для контроля погрешности измерений снимают в условиях испытания 4—5 хроматограмм одного из градуировочных растворов, приготовленного по 4.3.5. На каждой хроматограмме определяют площадь пика КЛ и димера, по градуировочному графику находят массовую концентрацию каждого компонента в растворе в миллиграммах на кубический дециметр и вычисляют среднеарифметическое результатов измерений. Сравнивают полученные значения с известным значением концентрации КЛ и димера в градуировочном растворе. Расхождение не должно превышать значение предельной относительной суммарной погрешности результата испытаний.

4.7 Результаты испытания заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

## 5 Определение массовой доли капролактама

Метод основан на определении массовой концентрации капролактама в водном экстракте полиамидной пленки методом газожидкостной хроматографии.

Диапазон измерения 3—12 мг/дм$^3$ (в растворе) или 0,030—0,120 % (в полимере при массе навески 1 г).

**5.1 Отбор проб**

Отбор проб — по 3.1.

**5.2 Аппаратура, материалы и реактивы**

Для проведения испытаний применяют:

- газовый хроматограф Цвет-102 с детектором ионизации в пламени или аналогичный хроматограф;
- хроматон N-AW-HMDS 0,20—0,25 мм или другую стационарную фазу для хроматографии;
- хроматографический шприц фирмы HAMILTON 7001 NWG 25 UL или аналогичный шприц;
- хроматографическую колонку длиной 0,5 м (2 шт.);
- линейку измерительную по ГОСТ 427;
- лупу измерительную (цена деления 0,1 мм) по ГОСТ 25706 или интегрирующее устройство;
- весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа;
- плитку электрическую по ГОСТ 14919;
- холодильник шариковый по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-2-250-18 по ГОСТ 25336;
- воронку стеклянную по ГОСТ 25336;
- колбы 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-2-5; 1-1-2-1 по ГОСТ 29227;
- полиэтиленгликольадипинат для хроматографии, ч.д.а;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- ацетон по ГОСТ 2768;
- метилен хлористый технический по ГОСТ 9968;
- капролактам по ГОСТ 7850;
- газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293;
- водород технический по ГОСТ 3022;
- воздух сжатый;
- фильтр бумажный по ГОСТ 12026;
- насос водоструйный по ГОСТ 23336.

**5.3 Подготовка к испытанию**

5.3.1 Подготовка проб

Подготовка проб — по 4.3.1.

5.3.2 Подготовка прибора

Хроматограф готовят к работе в соответствии с инструкцией.

5.3.3 Подготовка колонки

Хроматографическую металлическую или стеклянную колонку тщательно моют водой, ополаскивают поочередно дистиллированной водой, этиловым спиртом, ацетоном, сушат струей азота.

5.3.4 Подготовка сорбента

Взвешивают твердый носитель в количестве 5,00 г, необходимом для заполнения колонок. Навеску полиэтиленгликольадипината в количестве 20 % массы твердого носителя помещают в колбу и растворяют в хлористом метилене или другом подходящем растворителе. Объем растворителя 50 $см^3$. Затем в колбу с полученным раствором помещают твердый носитель. Растворитель упаривают с помощью водоструйного насоса, периодически перемешивая путем встряхивания колбы. Остатки растворителя из полученного сорбента удаляют нагреванием колбы на водяной бане до получения сыпучего состояния сорбента.

5.3.5 Заполнение колонки сорбентом и кондиционирование

Один конец колонки закрывают тампоном из стеклоткани и подсоединяют к водоструйному насосу. В другой конец колонки с помощью конической воронки вносят порциями приготовленный сорбент, распределяют его равномерно по всей длине колонки с помощью легкого постукивания по ее стенкам. После заполнения другой конец колонки также уплотняют стеклотканью. Таким образом готовят две одинаковые колонки. Заполненные колонки устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя их выходы к детекторам, кондиционируют при температуре 190 °С в течение 20—24 ч в потоке газа-носителя с расходом 75 $см^3$/мин. Затем колонки соединяют с детектором.

5.3.6 Приготовление стандартного раствора

Навеску капролактама массой 0,0250 г количественно переносят с помощью дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.3.7 Построение градуировочного графика

Массовую долю капролактама определяют методом абсолютной калибровки.

Для построения градуировочных графиков готовят пять градуировочных растворов с концентрацией капролактама 3, 5, 7, 8, 12 мг/$дм^3$ соответственно путем разбавления стандартного раствора.

Для этого в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают соответственно 0,6; 1,0; 1,4; 1,6; 2,4 $см^3$ стандартного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Ввод градуировочных растворов в хроматографическую колонку осуществляют микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану.

Каждый градуировочный раствор хроматографируют 2—3 раза и вычисляют площади пиков. Площадь пика ($S$) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле (1). За площадь пика принимают среднеарифметическое результатов 2—3 параллельных определений каждого раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию капролактама в миллиграммах на кубический дециметр, а по оси ординат площади их пиков в квадратных миллиметрах.

Градуировочные графики необходимо проверять не реже одного раза в 2 недели по свежеприготовленным смесям и после замены колонки.

Режим работы при проведении градуировки прибора и испытаний должен быть строго постоянным и одинаковым.

**5.4 Проведение испытания**

Навеску пленки массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и проводят экстракцию с обратным холодильником на электроплитке. Время экстракции 30 мин с момента закипания воды. Горячий экстракт фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор хроматографируют 2—3 раза при следующих условиях:

| | |
|---|---|
| колонка металлическая, см | $50 \times 0{,}3$ |
| количество жидкой фазы, % | 20 |
| температура, °С: | |
| колонки | 140 |
| испарителя | 220 |
| расход, $см^3$/мин: | |
| азота | 75 |
| водорода | 50 |
| воздуха | 500 |
| объем анализируемой пробы, мкл | 15 |
| скорость диаграммной ленты, мм/ч | 60 |
| масштаб шкалы, А | $50 \cdot 10^{-12}$ |

Вычисляют площади пиков по формуле (1) и по градуировочным графикам определяют концентрацию капролактама в водном экстракте в миллиграммах на кубический дециметр.

**5.5 Обработка результатов**

Массовую долю капролактама в полиамидной пленке $Y_i$, %, вычисляют по формуле

$$Y_i = a/100\ m, \qquad (3)$$

где $a$ — концентрация капролактама, найденная по градуировочному графику, мг/дм$^3$;

$m$ — масса пленки, г.

Результаты вычисляют до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 0,010 %.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата испытания составляют ± 10 % в диапазоне измерения 3—12 мг/дм$^3$ (в растворе) или 0,030—0,120 % (в полимере при массе навески 1 г).

5.6 Результаты испытания заносят в протокол испытания, оформленный в соответствии с приложением А.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

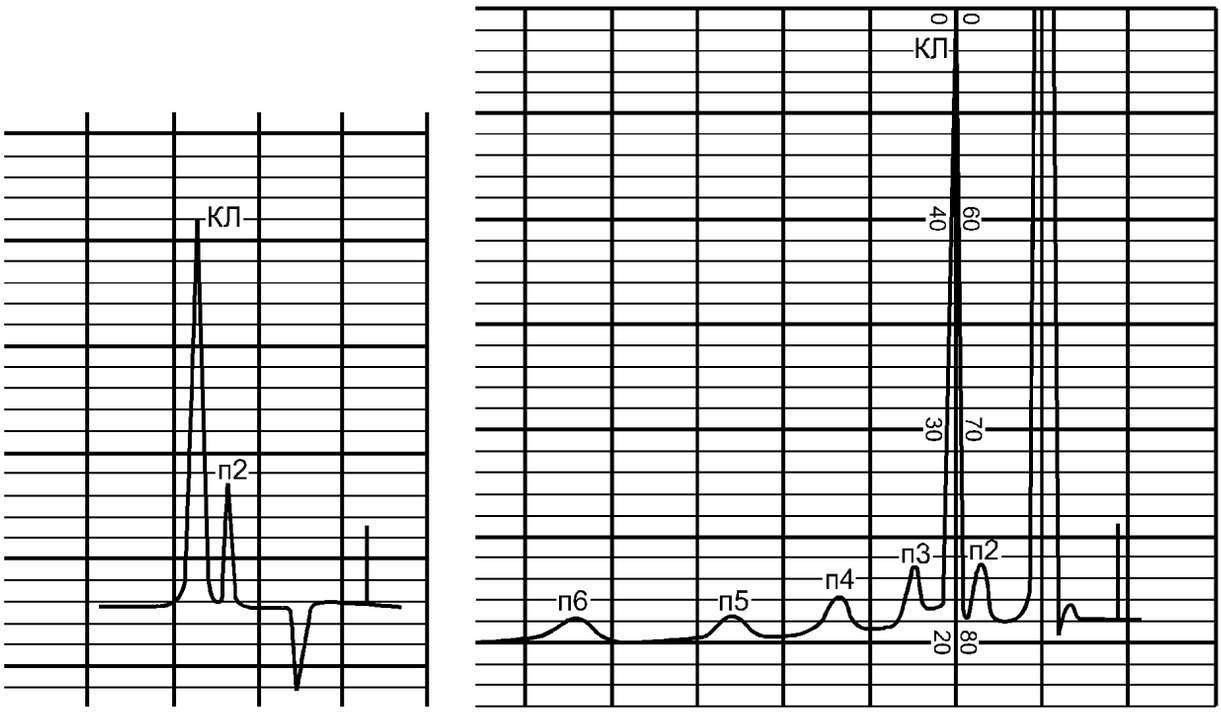
### Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- наименование и марку материала;
- нормативный документ на материал;
- используемый метод определения;
- результаты испытания;
- дату испытания;
- подпись ответственного за проведение испытания;
- обозначение настоящего стандарта.

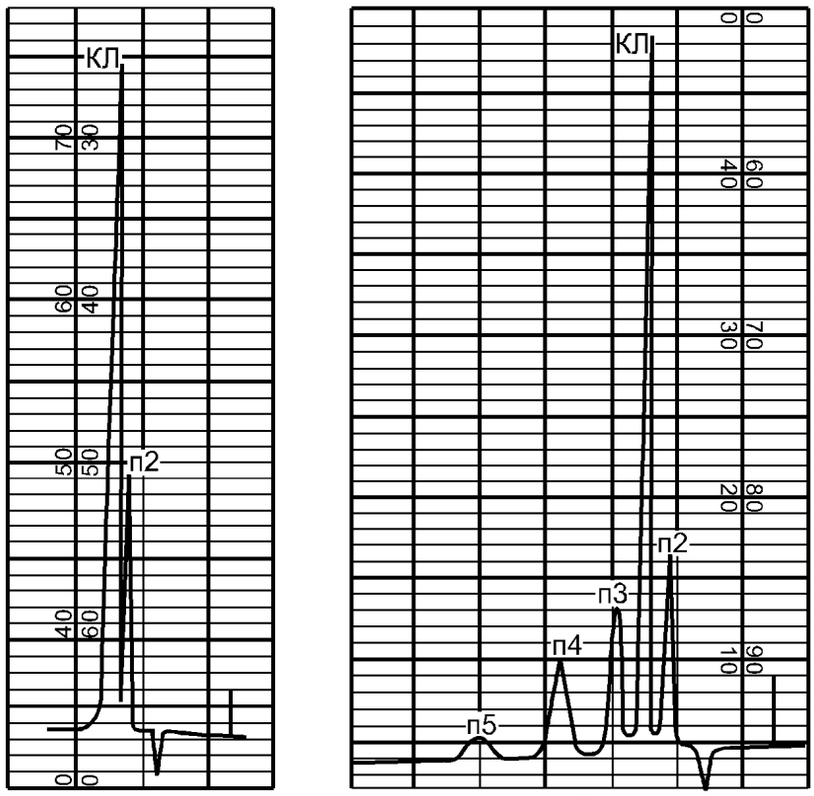
ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

## Хроматограммы градуировки и испытаний




КЛ — капролактам, п2 — димер, п3 — тример, п4 — тетрамер, п5 —пентамер, п6 — гексамер

Рисунок 1 — Хроматограммы градуировочной смеси (*а*) и остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений в гранулах полиамида 6 (*б*)




КЛ — капролактам, п2 — димер, п3 — тример, п4 — тетрамер, п5 — пентамер

Рисунок 2 — Хроматограммы градуировочной смеси (*а*) и мигрирующих из полиамидной нити в воду капролактама и низкомолекулярных соединений (*б*)

УДК 543.544:678.675:677.494:006.354 МКС 59.060.99 Л29 ОКСТУ 2200

Ключевые слова: метод, жидкостная хроматография, газожидкостная хроматография, полиамид, полиамидные волокна, массовая доля, остаточный капролактам, олигомеры, низкомолекулярные соединения, концентрация, миграция

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *Н Л Рыбалко*
Компьютерная верстка *С В Рябовой*

Изд лиц № 02354 от 14 07 2000 Сдано в набор 11 03 2002 Подписано в печать 11 04 2002 Усл печ л 1,86 Уч -изд л 1,30
Тираж 239 экз С 5150 Зак 318

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер , 14
http //www standards ru e-mail info@standards ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062 Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru