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

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 циклогексанонoксим.

Массу циклогексанонoксима в пробе находят по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю циклогексанонoксима (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса циклогексанонoксима, 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-I—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.)