



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

**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

**ГОСТ****26743.7-86****[СТ СЭВ 5103-85]****КАПРОЛАКТАМ****Метод определения перманганатного индекса**Caprolactam. Determination of  
permanganate indexВзамен  
ГОСТ 7850-74  
в части  
приложения 2

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 апреля  
1986 г. № 951 срок действия установленс 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  $(25,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ .

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.

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 рН составляет от 6,2 до 6,5.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{KMnO}_4$ ) = 0,002 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная и раствор молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{NaOH}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

### 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. рН воды, не содержащей окисляющихся веществ, при необходимости доводят до рН 6,2—6,5 раствором гидроксида натрия молярной концентрации  $c$  ( $\text{NaOH}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> или раствором серной кислоты молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

В воду, не выдержавшую испытания на оптическую плотность при контрольном опыте, добавляют 1 г марганцовокислого калия на 1000 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 24 ч. Затем отгоняют 750 см<sup>3</sup> дистиллята с помощью «елочного» дефлегматора высотой 600 мм. Первую порцию — приблизительно 70 см<sup>3</sup> — отбрасывают и дистиллят используют, предварительно испытав его, как описано выше.

3.3. Раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{KMnO}_4$ ) = 0,002 моль/дм<sup>3</sup> готовят разбавлением раствора марганцовокислого калия молярной концентрации  $c$  ( $\text{KMnO}_4$ ) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{KMnO}_4$ ) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup> хранят не более недели в склянке из темного стекла при температуре не выше 25°C, раствор молярной концентрации  $c$  ( $\text{KMnO}_4$ ) = 0,002 моль/дм<sup>3</sup> готовят перед проведением анализа.

3.4. Растворы гидроксида натрия молярной концентрации  $c$  ( $\text{NaOH}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> и серной кислоты молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1—83.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> взвешивают 50,0 г капролактама и добавляют 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, не содержащей окисляющихся веществ, перемешивают и помещают в термостат, где выдерживают при температуре  $(25,0 \pm 0,5)^\circ \text{C}$  не менее 15 мин.

Термостатируемые растворы должны быть защищены от прямого попадания света.

Затем колбу вынимают из термостата, добавляют в нее 2,0 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия молярной концентрации  $c(\text{KMnO}_4) = 0,002$  моль/дм<sup>3</sup>, 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  $(600 \pm 10)$  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 см<sup>3</sup> 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  $\pm 0,6$  единиц *ПИ* при  $P=0,95$ .

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

---