

ГОСТ 61-75

Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

КИСЛОТА УКСУСНАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

REAGENTS. ACETIC ACID. SPECIFICATIONS

МКС 71.040.30
ОКП 26 3411 0470 02

Дата введения 1975-04-01

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 марта 1975 г. N 724 дата введения установлена 01.04.75

Ограничение срока действия снято по Протоколу N 5-94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

ВЗАМЕН ГОСТ 61-69

ИЗДАНИЕ (октябрь 2006 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в марте 1978 г., декабре 1979 г., октябре 1986 г. (ИУС 3-78, 2-80, 1-87).

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

Настоящий стандарт распространяется на реактив - уксусную кислоту, представляющую собой прозрачную, бесцветную, легковоспламеняющуюся жидкость с резким запахом, смешивающуюся с водой, этиловым спиртом в любых соотношениях.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества.

Стандарт содержит все требования стандарта СЭВ 5375-85.

В стандарте не предусмотрены требования к продукту квалификации "чистый", ужесточены нормы по ряду показателей, включены разделы: "Требования безопасности" и "Гарантии изготовителя" (см. приложение о соответствии требований настоящего стандарта требованиям стандарта СЭВ).

Формула CH_3COOH .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) - 60,05.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Уксусная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям уксусная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, приведенным в табл.1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма | | |
|---|---|-------------------------|-----------------------------|
| | Химически чистая ледяная (х.ч. ледяная) | Химически чистая (х.ч.) | Чистая для анализа (ч.д.а.) |
| | ОКП 26 3411 048308 | ОКП 26 3411 047310 | ОКП 26 3411 047200 |
| 1. Внешний вид | Прозрачная бесцветная жидкость | | |
| 2. Массовая доля уксусной кислоты (CH_3COOH), %, не менее | 99,8 | 99,5 | 99,5 |
| 3. Температура кристаллизации, °С | 16,3-16,7 | Не нормируется | |
| 4. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более | 0,001 | 0,001 | 0,002 |
| 5. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более | 0,0001 | 0,0001 | 0,0002 |
| 6. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более | 0,0001 | 0,0001 | 0,0002 |
| 7. Массовая доля железа (Fe), %, не более | 0,00002 | 0,00002 | 0,00001 |
| 8. Массовая доля тяжелых металлов Pb , %, не более | 0,00003 | 0,00005 | 0,0001 |
| 9. Массовая доля мышьяка (As), %, не более | 0,000015 | 0,00005 | 0,00005 |
| 10. Массовая доля веществ, восстанавливающих двухромовокислый калий в пересчете на кислород O , %, не более | 0,003 | 0,003 | 0,005 |
| 11. Массовая доля веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий в пересчете на муравьиную кислоту (HCOOH), %, не более | 0,003 | 0,005 | 0,005 (0,02) |
| 12. Массовая доля ацетальдегида (CH_3CHO), %, не более | 0,001 | 0,002 | 0,003 |
| 13. Массовая доля уксусного ангидрида (CH_3CO) ₂ O , %, не более | 0,03 | Не нормируется | |
| 14. Проба на разбавление | Должна выдерживать испытание по п.3.14 | | |
| Примечания: | | | |
| 1. Если массовая доля уксусного ангидрида не превышает 0,001%, к квалификации реактива прибавляют слова "без ангидрида". | | | |
| 2. Уксусную кислоту с нормами, приведенными в скобках, допускается выпускать до 01.01.95. | | | |

Разд.1. (Измененная редакция, Изм. N 3).

2А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Уксусная кислота относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

Предельно допустимая концентрация паров уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны (ПДК) - 5 мг/м³.

Определение паров уксусной кислоты в воздухе проводят иодометрическим методом.

При превышении предельно допустимой концентрации пары уксусной кислоты действуют раздражающе на слизистую оболочку верхних дыхательных путей; уксусная кислота вызывает также ожоги кожи.

2а.2. При работе с уксусной кислотой следует применять индивидуальные средства защиты (фильтрующие противогазы марок В и БКФ), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускается попадание уксусной кислоты внутрь организма.

Первая помощь при ожогах - обильное промывание водой.

2а.3. Уксусная кислота - легковоспламеняющаяся жидкость с резким специфическим запахом.

| | |
|--|-------|
| Температура кипения, °С | 118,1 |
| Температура вспышки паров, С | 38 |
| Температура воспламенения, °С | 68 |
| Температура самовоспламенения, °С | 454 |
| Область воспламенения, объемная доля, %: | |
| нижний предел | 3,3 |
| верхний предел | 22 |
| Температурные пределы воспламенения, °С: | |
| нижний предел | 35 |
| верхний предел | 76 |

Категория и группа взрывоопасной смеси паров уксусной кислоты с воздухом ПА-Т1 (ГОСТ 12.1.011-78*).

* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ Р 51330.2-99, ГОСТ Р 51330.5-99, ГОСТ Р 51330.11-99, ГОСТ Р 51330.19-99.

Работы с уксусной кислотой следует проводить вдали от огня. При загорании для тушения следует применять пены ПО-1Д, ПО-ЗАИ, "Сампо", газовые и порошковые составы.

2а.4. Помещения, в которых проводят работы с уксусной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией.

Анализ уксусной кислоты следует проводить в вытяжном шкафу.

Разд.2а. (Введен дополнительно, Изм. N 3).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

2.2. Определение содержания сульфатов, тяжелых металлов, веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, ацетальдегида и пробы на разбавление изготовитель проводит только по требованию потребителя и в продукте, предназначенном для экспорта.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73. Масса средней пробы должна быть не менее 2 кг (1,9 дм³).

3.2а. Определение внешнего вида

Внешний вид определяют при 20 °С визуальным сравнением с дистиллированной водой по ГОСТ 14871-76. При этом анализируемый продукт не должен иметь опалесценции и не должен содержать механических частиц.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3.2. Определение массовой доли уксусной кислоты алкалиметрическим титрованием

3.2.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517-87;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1-83;

спирт этиловый ректификованный технический, высшего сорта по ГОСТ 18300-87;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87*, спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1-77;

* Документ в информационных продуктах не содержится. За информацией о документе Вы можете обратиться в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

бюретка 1-2-50 по ГОСТ 29252-91;

колба Кн-1-100-14/23 по ГОСТ 25336-82;

цилиндр 1-25 по ГОСТ 1770-74;

весы лабораторные равноплечие 2-го класса модели ВЛР-200 по ГОСТ 24104-88* или любого аналогичного типа с ценой деления 0,0001 г.

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

3.2.2. Проведение анализа

25 см³ дистиллированной воды помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, взвешивают, вносят 0,2 г продукта и колбу взвешивают (результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака), тщательно перемешивают, титруют раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до появления не исчезающей слабо-розовой окраски раствора.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю уксусной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,006005 \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески продукта, г;

V - объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

0,006005 - количество уксусной кислоты, соответствующее 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,15% при доверительной вероятности $F^P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.3а. Определение массовой доли уксусной кислоты по температуре кристаллизации

Определение проводят по п.3.3 настоящего стандарта и по ГОСТ 18995.5-73.

Массовая доля уксусной кислоты в процентах в зависимости от температуры кристаллизации указана в табл.2.

Таблица 2

| Температура кристаллизации, °С | Массовая доля уксусной кислоты, % |
|--------------------------------|-----------------------------------|
| 13,56 | 98,2 |
| 13,71 | 98,3 |
| 13,87 | 98,4 |
| 14,02 | 98,5 |
| 14,18 | 98,6 |
| 14,35 | 98,7 |
| 14,49 | 98,8 |
| 14,64 | 98,9 |
| 14,82 | 99,0 |
| 15,37 | 99,3 |
| 15,56 | 99,4 |
| 15,75 | 99,5 |
| 15,94 | 99,6 |
| 16,13 | 99,7 |
| 16,32 | 99,8 |
| 16,51 | 99,9 |
| 16,70 | 100,0 |

При разногласиях в оценке массовой доли уксусной кислоты, а также при анализе продукта квалификации "х.ч. ледяная", определение проводят по температуре кристаллизации.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3.3. Определение температуры кристаллизации

Температуру кристаллизации уксусной кислоты определяют по ГОСТ 18995.5-73. При этом подготовку к анализу проводят следующим образом: прибор с продуктом помещают в стакан с водой, имеющей температуру 5 °С - 7 °С. Продукт в приборе охлаждают до 10 °С - 13 °С и, не вынимая из стакана, осторожно помешивают, не касаясь дна и стенок пробирки, до появления первых кристаллов кислоты.

В момент кристаллизации кислоты температура резко повышается и, достигнув определенного максимума, остается на этом уровне в течение некоторого времени. За температуру кристаллизации, отмеченную с погрешностью 0,1 °С, принимают высшую точку подъема температуры.

3.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026-86 из объема 95 см^3 (100 г) в кварцевой или платиновой чашке.

Остаток растворяют в 1 см^3 раствора соляной кислоты (ГОСТ 3118-77) с массовой долей 25% и 15 см^3 воды, переносят раствор количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (ГОСТ 1770-74), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор сохраняют для определения массовой доли железа и тяжелых металлов.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.4.1, 3.4.2. (Исключены, Изм. N 2).

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5-74. При этом проводят подготовку к анализу: $50,0 \text{ г}$ ($47,6 \text{ см}^3$) анализируемого продукта помещают в платиновую или кварцевую чашку, прибавляют $0,2 \text{ г}$ углекислого натрия (ГОСТ 83-79) и выпаривают досуха. Остаток после выпаривания растворяют в 15 см^3 воды (при необходимости раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр) и доводят объем раствора до 20 см^3 .

Далее анализ проводят визуально-нефелометрическим методом с использованием затравочного раствора.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 30 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора будет не интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для продукта химически чистый ледяной и химически чистый - $0,05 \text{ мг SO}_4$,

для продукта чистый для анализа - $0,10 \text{ мг SO}_4$.

Допускается проводить определение визуально-нефелометрическим методом без выпаривания с использованием затравочного раствора. При этом $10,0 \text{ г}$ ($9,5 \text{ см}^3$) анализируемого продукта помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 (ГОСТ 25336-82), разбавляют водой до 37 см^3 , прибавляют 3 см^3 раствора желатина, отмеренных пипеткой вместимостью 10 см^3 (ГОСТ 29169-91) и перемешивают. Отдельно в пробирку помещают $0,1 \text{ см}^3$ раствора, содержащего $0,001 \text{ мг SO}_4$, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 1 \text{ моль/дм}^3$, 3 см^3 раствора хлористого бария, отмеренных пипеткой, и встряхивают в течение 1 мин. Затем содержимое пробирки приливают к анализируемому раствору, ополаскивают пробирку небольшим объемом воды в колбу, доводят объем раствора в колбе водой до 50 см^3 и перемешивают.

Наблюдаемая через 1 ч опалесценция анализируемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего в таком же объеме:

для продукта химически чистый ледяной и химически чистый - $0,01 \text{ мг SO}_4$,

для продукта чистый для анализа - $0,02 \text{ мг SO}_4$

и те же объемы растворов соляной кислоты, желатина и хлористого бария.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов определение проводят методом с выпариванием продукта в присутствии углекислого натрия и использованием затравочного раствора.

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7-74 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см^3 с прибавлением 2 см^3 раствора азотной кислоты.

Масса навески продукта - $10,00 \text{ г}$ (соответствует $9,5 \text{ см}^3$).

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для продукта химически чистый ледяной и химически чистый - $0,01 \text{ мг Cl}$,

для продукта чистый для анализа - $0,02 \text{ мг Cl}$

и те же количества реактивов.

3.7. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555-75 2,2'-дипиридиловым методом. При этом используют $20,0 \text{ см}^3$ раствора, полученного по п.3.4 (соответствует $20,00 \text{ г}$ анализируемого продукта), отмеренных пипеткой вместимостью 20 см^3 (ГОСТ 29169-91).

Допускается проводить определение роданидным методом из $20,0 \text{ см}^3$ раствора, приготовленного по п.3.4, или 1,10-фенантролиновым методом без предварительного выпаривания из массы навески анализируемого продукта $20,00 \text{ г}$ (соответствует $19,0 \text{ см}^3$).

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый ледяной и химически чистый - $0,004 \text{ мг}$,

для препарата чистый для анализа - $0,02 \text{ мг}$.

При разногласиях в оценке массовой доли железа определение проводят фотоколориметрическим 2,2'-дипиридиловым методом.

3.5-3.7. (Измененная редакция, Изм. N 3).

3.8. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319-76 тиацетамидным визуально-колориметрическим или сероводородным методом.

При этом проводят подготовку к анализу: $33,40 \text{ г}$ ($32,0 \text{ см}^3$) уксусной кислоты квалификации химически чистая ледяная или $20,00 \text{ г}$ ($19,0 \text{ см}^3$) уксусной кислоты квалификации химически чистая и чистая для анализа, отмеренные с точностью до первого десятичного знака, помещают в кварцевую или фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 10 см^3 дистиллированной воды и далее определение проводят по ГОСТ 17319-76.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для продукта химически чистый ледяной - $0,01 \text{ мг Pb}$,

для продукта химически чистый - $0,01 \text{ мг Pb}$,

для продукта чистый для анализа - 0,02 мг Pb

и те же количества реактивов.

Допускается проводить определение из соответствующего объема раствора, приготовленного по п.3.4 после нейтрализации его раствором аммиака.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов определение проводят сероводородным методом.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.9. Определение массовой доли мышьяка

Определение проводят по ГОСТ 10485-75.

При этом подготовку к анализу проводят следующим образом:

10,00 г (9,5 см³) анализируемого продукта, отмеренные с точностью до первого десятичного знака, помещают в колбу прибора для определения содержания мышьяка, прибавляют 30 см³ дистиллированной воды, 20 см³ раствора кислоты, 1 см³ раствора двухлористого олова, перемешивают и далее определение проводят по ГОСТ 10485-75.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромно-ртутной бумажки анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромно-ртутной бумажки раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для продукта химически чистый ледяной - 0,0015 мг As,

для продукта химически чистый - 0,005 мг As,

для продукта чистый для анализа - 0,005 мг As

и те же количества реактивов.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.10. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих двуххромовокислый калий в пересчете на кислород (O)

3.10.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в присутствии марганцовокислого калия;

калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220-75, раствор концентрации $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2-83;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор с массовой долей 20%;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 0,5%;

натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068-86 концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2-83;

бюретка 6-2-2 по ГОСТ 29252-91;

колба Кн-1-500-29/32 по ГОСТ 25336-82;

пипетки 6-2-10 и 2-2-1 по ГОСТ 29169-91;

цилиндр 1-250 по ГОСТ 1770-74.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.10.2. Проведение анализа

10,00 г (9,5 см³) анализируемого продукта, отмеренные с точностью до первого десятичного знака, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см³, прибавляют 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают до 18 °С - 20 °С, прибавляют 1 см³ раствора двуххромовокислого калия и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор в тех же условиях, с теми же количествами реактивов и растворов.

Анализируемый и контрольный растворы оставляют на 30 мин. Затем к обоим растворам прибавляют по 50 см³ дистиллированной воды, перемешивают, охлаждают до 18 °С - 20 °С, прибавляют по 10 см³ раствора йодистого калия, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в темном месте на 10 мин. Пробку, горло и стенки колбы смывают 150 см³ дистиллированной воды и выделившийся йод титруют из микробюретки раствором серноватистоокислого натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания раствора.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.10.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, восстанавливающих двуххромовокислый калий, в пересчете на кислород (X_2), в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0008 \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески продукта, г;

V - объем раствора серноватистоокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 - объем раствора серноватистоокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого продукта, см³;

0,0008 - количество кислорода, соответствующее 1 см³ раствора двуххромовокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001% при доверительной вероятности $F = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.11. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий в пересчете на муравьиную кислоту

3.11.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в присутствии марганцовокислого калия;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор концентрации $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.), свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2-83;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор с массовой долей 16%;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, водный раствор с массовой долей 1%;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 5-водный по ГОСТ 27068-86 раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.) свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2-83;

колба Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336-82;

пипетки 6-2-10, 2-2-50, 4-2-2 по ГОСТ 29169-91;

цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770-74.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.11.2. Проведение анализа

10 г (9,5 см³) анализируемого продукта, отмеренные с точностью до первого десятичного знака, помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³, содержащую 70 см³ воды. К раствору добавляют 15 см³ раствора серной кислоты, 50 см³ раствора марганцовокислого калия и 15 мин нагревают в термостате при 80 °С. Колбу охлаждают 10 мин проточной водой, прибавляют 2 г йодистого калия и оставляют в покое на 5 мин. Выделившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия, добавляют в конце титрования 2 см³ раствора крахмала.

Одновременно готовят контрольный раствор в тех же условиях с теми же количествами реактивов и растворов, как в анализируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.11.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий в пересчете на муравьиную кислоту (X_3), в процентах, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,00023 \cdot 100}{m},$$

где m - масса навески продукта, г;

V_1 - объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном растворе, см³;

V - объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого продукта, см³;

0,00023 - количество муравьиной кислоты, соответствующее 1 см³ раствора марганцовокислого калия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005% при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.12. Определение массовой доли ацетальдегида (CH_3CHO)

Определение проводят по ГОСТ 16457-76 фотометрическим или визуально-колориметрическим методом. При этом собирают прибор для определения ацетальдегида (см. чертеж), состоящий из:

колбы ОГ-2-500-29/32 или КГУ-2-1-500-29/32 по ГОСТ 25336-82;

насадки Н 1 29/32-14/23-14/23 или изгиба И<750° 2К 29/32-14/23 по ГОСТ 25336-82;

воронки ВК-50 ХС по ГОСТ 25336-82;

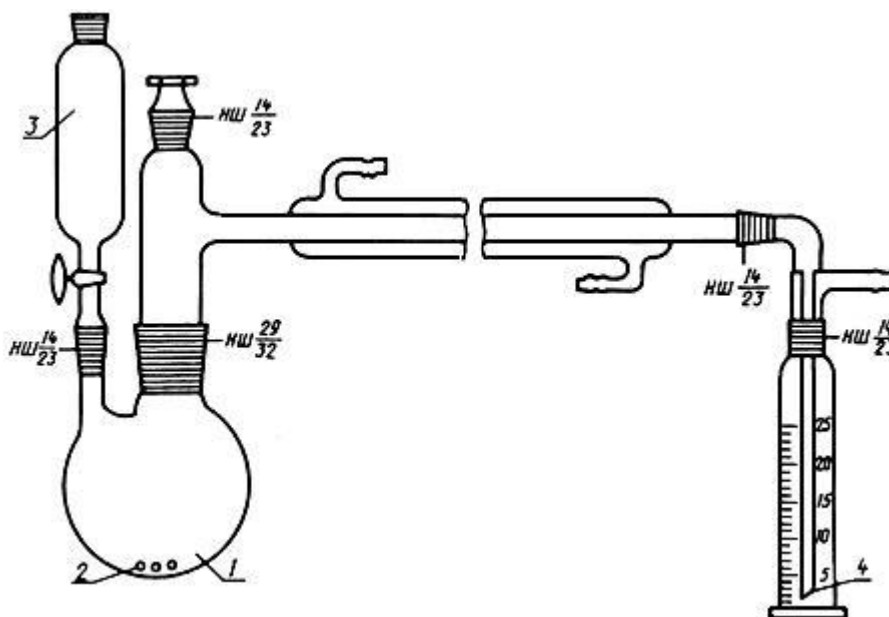
холодильника ХПТ 1-100-14/23 по ГОСТ 25336-82;

цилиндра 2-50 по ГОСТ 1770-74;

алонжа АИО-14/23-14/23-60 по ГОСТ 25336-82, удлинненной стеклянной трубкой;

20,00 г ($19,0 \text{ см}^3$) анализируемого продукта, отмеренных пипеткой вместимостью 25 см^3 (ГОСТ 29169-91) с точностью до первого десятичного знака, помещают в капельную воронку прибора.

Прибор для определения ацетальдегида (схема)



1 - колба перегонная; 2 - капилляры или пемза; 3 - воронка капельная; 4 - приемник

В колбу дистилляционного прибора вместимостью 500 см^3 вносят несколько стеклянных капилляров, заплавленных с одного конца, и приливают около 40 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 30% (ГОСТ 4328-77). Количество миллилитров гидроокиси натрия, необходимого для нейтрализации 20 г продукта, предварительно устанавливают в отдельном опыте соответствующим титрованием в присутствии универсальной индикаторной бумаги до pH 7.

Колбу с содержимым закрывают пробкой, через которую пропускают конец трубки холодильника с брызгоуловителем и конец капельной воронки. Другой конец трубки холодильника при этом должен быть слегка погружен в воду (5 см³), содержащуюся в цилиндре с метками на 5 и 15 см³. Из капельной воронки сливают продукт в колбу, затем через воронку вводят в колбу прибора 2-3 капли спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1%, приготовленного по ГОСТ 4919.1-77. При необходимости нейтрализуют содержимое колбы продуктом или раствором гидроксида натрия, прибавляя его по каплям до слабо-розовой окраски. Кран капельной воронки закрывают и при нагревании отгоняют 10 см³ жидкости в приемник, закрывая его притертой пробкой, перемешивают, доводят объем раствора водой до 23 см³ и далее определение проводят по ГОСТ 16457-76.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса ацетальдегида не будет превышать:

для продукта химически чистый ледяной - 0,2 мг,

для продукта химически чистый - 0,4 мг,

для продукта чистый для анализа - 0,6 мг.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.13. Определение массовой доли уксусного ангидрида

3.13.1. Реактивы, растворы и посуда

Анилин по ГОСТ 5819-78, свежеперегнанный, раствор с массовой долей 0,5% в уксусной кислоте, х.ч. ледяной без ангидрида, годен для применения в течение 15-20 суток при хранении в темной склянке с притертой пробкой;

кристаллический фиолетовый (индикатор), раствор с массовой долей 0,5% в уксусной кислоте, х.ч. ледяной без ангидрида;

кислота уксусная, х.ч. ледяная без ангидрида;

кислота хлорная, уксуснокислый раствор концентрации $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.3-83;

бюретка 7-2-10 по ГОСТ 29252-91;

колба Кн-1-100-14/23 по ГОСТ 25336-82;

пипетки 2-2-25 (или 2-2-50 или 2-2-5), 2-2-10 по ГОСТ 29169-91.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.13.2. Проведение анализа

25 см³ продукта помещают в сухую коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора анилина, закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают 10 мин. Затем добавляют одну каплю раствора кристаллического фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски в зеленую. Одновременно готовят контрольный раствор в тех же условиях, с теми же количествами реактивов и растворов.

Если при обратном титровании изменение окраски анализируемого раствора наступает от нескольких капель раствора хлорной кислоты, что указывает на массовую долю уксусного ангидрида в анализируемом продукте больше 0,03%, то следует в контрольный раствор ввести дополнительное количество анилина и снова дать выдержку 10 мин.

Если в анализируемом продукте массовая доля уксусного ангидрида менее 0,005%, для определения берут 50 см³ продукта, если массовая доля более 0,05%, берут 5 см³ или 10 см³ продукта.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.13.3. Обработка результатов

Массовую долю уксусного ангидрида (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0102 \cdot 100}{25 \cdot 1,0498},$$

где V - объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном растворе, см³;

V_1 - объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого продукта, см³;

0,0102 - количество уксусного ангидрида, соответствующее 1 см³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

1,0498 - плотность уксусной кислоты, г/см³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.14. Проба на разбавление

10 см³ продукта разбавляют 30 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709-72) и перемешивают.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если раствор в течение 1 ч остается прозрачным.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка и маркировка - в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 3-1, 3-2, 3-5, 3-8, 8-1, 8-2, 8-5, 9-1, 10-1.

Группа фасовки: V, VI, VII.

Для упаковки тары с уксусной кислотой применяют древесную стружку, пропитанную растворами хлористого кальция, хлористого магния или сернокислого аммония, а также шлаковату или другой негорючий уплотняющий материал.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4.2. На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433-88 (класс 8, подкласс 8.1, черт.8 - основной, черт.3 - дополнительный, классификационный шифр 8142, серийный номер ООН 2789).

4.3. Продукт перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок огнеопасных грузов.

4.4. Продукт хранят в закрытой таре в помещениях, специально приспособленных для хранения огнеопасных веществ, защищенных от действия прямых солнечных лучей и атмосферных осадков.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие уксусной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта - один год со дня изготовления.

Разд.5. (Измененная редакция, Изм. N 3).

Разд.6. (Исключен, Изм. N 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ Обязательное

СООТВЕТСТВИЕ ТРЕБОВАНИЙ ГОСТ 61-75 СТ СЭВ 5375-85

| ГОСТ 61-75 | | СТ СЭВ 5375-85 | |
|------------------|--|------------------|--|
| Пункт | Содержание требований | Пункт | Содержание требований |
| Разд.1 Табл.1 | Отсутствуют нормы для квалификации чистый | Разд.2 Табл.1 | Установлены нормы для квалификации чистый |
| п.2 | Массовая доля уксусной кислоты, %, не менее для квалификаций: х.ч. ледяная 99,8 х.ч. 99,5 ч.д.а. 99,5 | п.2 | Содержание уксусной кислоты, %, не менее для квалификаций: х.ч. ледяная 99,8 (99,5) х.ч. 99,5 (99,0) ч.д.а. 99 (98) |
| п.5 | Массовая доля сульфатов, %, не более для квалификации х.ч. ледяная 0,0001 | п.5 | Содержание сульфатов, %, не более для квалификации х.ч. ледяная 0,0002 |
| п.7 | Массовая доля железа, %, не более для квалификаций: х.ч. ледяная 0,00002 х.ч. 0,00002 | п.8 | Содержание железа, %, не более для квалификаций: х.ч. ледяная 0,00002 (0,00005) х.ч. 0,00002 (0,00005) |
| п.8 | Массовая доля тяжелых металлов, %, не более для квалификаций: х.ч. ледяная 0,00003 х.ч. 0,00005 | п.7 | Содержание тяжелых металлов, %, не более для квалификаций: х.ч. ледяная 0,00005 х.ч. 0,00005 (0,00008) |
| п.11 | Массовая доля веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, %, не более для квалификации х.ч. ледяная 0,003 | п.9 | Содержание веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, %, не более для квалификации х.ч. ледяная 0,003 (0,005) |
| Разд.3 п.3.8 | Определение проводится из навески продукта. Допускается определение массовой доли тяжелых металлов из раствора, полученного при определении массовой доли нелетучего остатка | Разд.3 п.3.9 | Определение проводится из раствора, полученного при определении нелетучего остатка |
| Разд.2а | "Требования безопасности" | | Отсутствует |
| Разд.5 | "Гарантии изготовителя" | | Отсутствует |

Уксусную кислоту с нормами, приведенными в скобках, допускается выпускать до 01.01.95.

Электронный текст документа
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:

официальное издание
М.: Стандартинформ, 2008