

ГОСТ 18270-72

Группа Л54

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

### КИСЛОТА УКСУСНАЯ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

#### ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

#### SUPER PURE ACETIC ACID. SPECIFICATIONS

ОКП 26 3411 0620 06

Срок действия с 01.01.74  
до 01.01.97\*

\* Ограничение срока действия снято  
по протоколу N 7-95 Межгосударственного Совета  
по стандартизации, метрологии и сертификации  
(ИУС N 11, 1995 год). - Примечание изготовителя базы данных.

#### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 декабря 1972 г. N 2213
3. ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ - 8 лет.
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007-76	1а.1
ГОСТ 61-75	3.2
ГОСТ 83-79	3.4.1
ГОСТ 84-76	3.4.1
ГОСТ 1277-75	3.4.1
ГОСТ 1770-74	3.3.1, 3.4.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 2603-79	3.9.1
ГОСТ 3118-77	3.8.1
ГОСТ 3765-78	3.7.1
ГОСТ 3773-72	3.4.1

ГОСТ 3885-73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4108-72	3.5.1
ГОСТ 4159-79	3.3.1, 3.8.1
ГОСТ 4160-74	3.4.1
ГОСТ 4204-77	3.9.1
ГОСТ 4212-76	3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4217-77	3.6.1
ГОСТ 4232-74	3.3.1, 3.8.1
ГОСТ 4328-77	3.5.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 4517-87	3.5.1, 3.6.1
ГОСТ 4919.1-77	3.8.1
ГОСТ 6709-72	3.3.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 8321-74	3.5.1
ГОСТ 9656-75	3.5.1
ГОСТ 10163-76	3.3.1, 3.8.1
ГОСТ 10652-73	3.5.1
ГОСТ 10485-75	3.6.1
ГОСТ 10930-74	3.9.1
ГОСТ 14261-77	3.6.1
ГОСТ 14262-78	3.7.1
ГОСТ 18300-87	3.4.1, 3.5.1, 3.8.1, 3.9.1
ГОСТ 19627-74	3.4.1
ГОСТ 19908-80	3.5.1, 3.7.1
ГОСТ 20292-74	3.3.1, 3.5.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 20490-75	3.10.1
ГОСТ 23463-79	3.4.1
ГОСТ 24104-88	3.1a
ГОСТ 24363-80	3.9.1

ГОСТ 25336-82	3.3.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 25664-83	3.4.1
ГОСТ 27025-86	3.1а
ГОСТ 27068-86	3.4.1
ТУ 6-09-5384-88	3.6.1

5. Срок действия продлен до 01.01.97 (Постановление Госстандарта СССР от 05.03.88 N 477)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (сентябрь 1990 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в октябре 1983 г., марте 1990 г. (ИУС 2-84, 5-88)

Настоящий стандарт распространяется на уксусную кислоту особой чистоты марки ос.ч. 14-3, представляющую собой бесцветную прозрачную жидкость с резким специфическим запахом.

При температуре ниже плюс 16,7 °С - белая кристаллическая масса.

Формула  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .

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

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1.1. По химическим показателям уксусная кислота особой чистоты должна соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Значение
	ОКП 26 3411 0624 02
1. Массовая доля уксусной кислоты ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), %, не менее	99,9
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	$5 \cdot 10^{-4}$
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	$1 \cdot 10^{-4}$
4. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	$1 \cdot 10^{-4}$
5. Массовая доля сульфитов ( $\text{SO}_3$ ), %, не более	$5 \cdot 10^{-3}$
6. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	$1 \cdot 10^{-6}$

7. Массовая доля железа (Fe), %, не более	$1 \cdot 10^{-6}$
8. Массовая доля марганца (Mn), %, не более	$1 \cdot 10$
9. Массовая доля меди (Cu), %, не более	$1 \cdot 10$
10. Массовая доля никеля (Ni), %, не более	$1 \cdot 10$
11. Массовая доля свинца (Pb), %, не более	$1 \cdot 10$
12. Массовая доля серебра (Ag), %, не более	$1 \cdot 10$
13. Массовая доля титана (Ti), %, не более	$1 \cdot 10$
14. Массовая доля бора (B), %, не более	$1 \cdot 10$
15. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	$3 \cdot 10$
16. Массовая доля фосфора (P), %, не более	$5 \cdot 10$
17. Массовая доля уксусного альдегида ( $\text{CH}_3\text{CHO}$ ), %, не более	$2 \cdot 10$
18. Массовая доля ацетона ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ), %, не более	$1 \cdot 10^{-4}$
19. Массовая доля веществ, восстанавливающих (30 мин) калий марганцовокислый (O), %, не более	$5 \cdot 10^{-4}$

Примечание. При подсчете количества и суммы примесей для установления марки показатели по подпунктам 2; 3; 4; 17 таблицы не учитываются.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 1А. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Уксусная кислота относится к веществам 3-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007-76). Предельно допустимая концентрация паров уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ПДК) составляет  $5 \text{ мг/м}^3$ . Определение паров уксусной кислоты в воздухе проводят йодометрическим методом.

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

1а.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (фильтрующие противогазы марок В и БКФ, специальную одежду, очки ОП-1), а также соблюдать правила личной гигиены.

Не допускается попадание препарата внутрь организма.

Первая помощь при ожогах - обильное промывание водой.

1а.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу.

1а.4. Уксусная кислота - легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом.

Температура кипения, °С

118,1

Температура вспышки паров, °С	38
Температура воспламенения, °С	68
Температура самовоспламенения, °С	454
Область воспламенения (по объему):	
нижний предел, %	3,3
верхний предел, %	22
Температурные пределы воспламенения:	
нижний предел, °С	35
верхний предел, °С	76

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

\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ Р 51330.11-99, ГОСТ Р 51330.2-99, ГОСТ Р 51330.5-99 и ГОСТ Р 51330.19-99. - Примечание изготовителя базы данных.

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

1а.5. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

Разд.1а. (Введен дополнительно, Изм. N 1).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки - по ГОСТ 3885-73.

2.2. Массовые доли бора, уксусного альдегида и ацетона изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании используют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг по ГОСТ 24104-80\*.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001. - Примечание изготовителя базы данных.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885-73.

Общая масса средней отобранной пробы не должна быть менее 4 кг.

Для анализа пробу кислоты отбирают в склянки с притертой пробкой, которые предварительно были заполнены реактивной уксусной кислотой и выдержаны в течение суток. Пробу для анализа отбирают с помощью стеклянной трубки с оплавленным нижним концом диаметром 5 мм или с помощью пипетки без применения всасывающих устройств. Перед отбором пробы кислоту выливают, склянки, трубку или пипетку ополаскивают кислотой особой чистоты. Склянки с пробкой обвязывают полиэтиленовой пленкой.

Отбор проб и их анализ должен производиться в специально оборудованных помещениях, приспособленных для работы с веществами особой чистоты.

При отборе проб и проведении анализа все операции с кислотой следует проводить под тягой, не допуская попадания кислоты на кожу и слизистые оболочки.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. Массовые доли уксусной кислоты, нелетучего остатка, хлоридов и сульфатов определяют по ГОСТ 61-75.

Массовую долю уксусной кислоты определяют методом алкалиметрического титрования.

Массовую долю нелетучего остатка определяют выпариванием объема  $190 \text{ см}^3$  (200 г) до  $10 \text{ см}^3$  на закрытой плитке, покрытой асбестом, в боксе или под колпаком из органического стекла, не доводя препарат до кипения. Затем препарат упаривают досуха на водяной бане.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.3. Определение массовой доли сульфитов

3.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

бюретки (1,3)6-2-2(1)-0,01 по ГОСТ 20292-74\*;

---

\* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91-ГОСТ 29229-91, ГОСТ 29251-91-ГОСТ 29253-91, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

колба Кн-2-100-22 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетки 6(7)-2-5(10) и 4(5)-2-1(2) по ГОСТ 20292-74;

цилиндр 1(3)-50 по ГОСТ 1770-74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

йод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации  $c(1/2 \text{ J}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$  (0,01 н.) в растворе йодистого калия с массовой долей 4%, хранят в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х.ч., раствор с массовой долей 4%;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1%, свежеприготовленный.

3.3.2. Проведение анализа

$3,8 \text{ см}^3$  препарата (4,0 г), взятые по объему с погрешностью не более  $0,1 \text{ см}^3$ , смешивают с  $50 \text{ см}^3$  воды, предварительно помещенными в коническую колбу. Затем прибавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода до появления окраски, не исчезающей в течение 5 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если на титрование пойдет не более  $0,5 \text{ см}^3$  раствора йода.

3.4. Определение массовой доли алюминия, железа, марганца, меди, никеля, свинца, серебра, титана, бора

3.4.1. Аппаратура, растворы и реактивы:

спектрограф ИСП-28 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем;

микрофотометр МФ-2 или МФ-4;

спектропроектор ПС-18;

генератор дуги переменного тока ПС-39 или ДГ-2;

ртутный выпрямитель ВАРЗ-120-30;

весы торсионные марки ВТ;

допускается применение других приборов с аналогичными метрологическими характеристиками;

чаша 20(50) по ГОСТ 19908-80\*;

---

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 19908-90, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

цилиндр 2(4)-50 по ГОСТ 1770-74;

угли графитированные для спектрального анализа ос.ч. (электроды угольные) диаметром 6 мм. Верхний электрод, усеченный на конус под углом 45°, нижний электрод (анод) диаметром 6 мм должен иметь цилиндрический канал диаметром 4,5 мм и глубиной 3 мм. Канал сверлят при помощи специальной фрезы;

графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463-79, применяется как основа для приготовления образцов сравнения. Чистоту порошка предварительно проверяют следующим образом: 1 г порошка помещают в агатовую ступку, добавляют 0,05 г хлористого натрия и 2 см<sup>3</sup> этилового спирта. Смесь тщательно размешивают, высушивают в сушильном шкафу при 60 °С и анализируют по пп.3.4.4 и 3.4.5. В спектре должны отсутствовать линии определяемых элементов; допускаются лишь следы аналитических линий железа и алюминия. Этот анализ одновременно является проверкой (контрольным опытом) применяемых электродов, хлористого натрия и этилового спирта;

натрий хлористый ос.ч. 6-4;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, перегнанный в кварцевом приборе;

фотопластинки спектральные типа I, чувствительностью 4 относительных единицы или спектрографические типа ЭС чувствительностью 8-10 единиц;

метол (4-метил-аминофенол сульфат) по ГОСТ 25664-83;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627-74;

натрий сульфит 7-водный;

натрий углекислый по ГОСТ 83-79;

натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84-76;

калий бромистый по ГОСТ 4160-74;

проявитель метолгидрохиноновый, готовят из двух растворов следующим образом:

раствор 1 - берут навески метола 2 г, гидрохинона 10 г, 7-водного сульфита натрия 104 г, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

раствор 2 - берут навески углекислого натрия 16 г или 10-водного углекислого натрия 40 г, бромистого калия 2 г, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют. Затем растворы 1 и 2 смешивают в равных объемах;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068-86;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72;

фиксаж быстродействующий; готовят следующим образом: берут навески 5-водного серноватистокислового натрия (тиосульфат натрия) 500 г, хлористого аммония 100 г, навески растворяют в воде, доводят объем раствора до 2 дм<sup>3</sup>, перемешивают и, если раствор мутный, его фильтруют;

алюминий окись для хроматографии, чистый;

железа (III) окись, ос.ч. 2-4;

марганца (IV) окись, ос.ч. 9-2;

меди (II) окись порошок, ос.ч. 9-2;

никеля окись черная, ос.ч. 13-2;

свинца (II) оксид красной модификации, ос.ч. 5-4;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, х.ч.;

титан (IV) окись для волоконной оптики, ос.ч. 7-5;

кислота борная по ГОСТ 9656-75, х.ч.;

бокс из органического стекла;

электроплитка с лабораторным автотрансформатором марки 9А или 2А.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

#### 3.4.2. Приготовление образцов сравнения

Основной образец сравнения содержит по 1% каждой из определяемых примесей (в расчете на металл), его готовят тщательным растиранием в агатовой ступке следующих веществ:

1,650 г порошкового графита (основа);

0,025 г окиси меди;

0,032 г окиси марганца;

0,038 г окиси алюминия;

0,034 г окиси титана;

0,028 г окиси никеля;

0,028 г окиси железа;

0,020 г окиси свинца;

0,031 г азотнокислого серебра;

0,114 г борной кислоты.

Для облегчения растирания смеси добавляют этиловый спирт (по 2 см<sup>3</sup> на каждые 2 г). Спирт удаляют высушиванием приготовленного образца сравнения в сушильном шкафу при 60 °С. Последующие образцы сравнения с



убывающей в 10 раз массовой долей примеси до  $1 \cdot 10^{-4}$  % готовят последовательным растиранием одной весовой части каждого предыдущего образца сравнения с 9 частями основы.

Промежуточные образцы сравнения готовят также с массовой долей  $3,33 \cdot 10^{-2}$  % каждой примеси.

Перед анализом к каждому образцу сравнения добавляют хлористый натрий (в расчете 0,02 г хлористого натрия на 1 г образца сравнения) и тщательно растирают.

#### 3.4.3. Подготовка пробы к анализу

47,5 см<sup>3</sup> препарата (50 г), отмеренные цилиндром с погрешностью не более 1% по объему, помещают в кварцевую чашу (порциями примерно по 10 см<sup>3</sup>), прибавляют 0,025 г порошкового графита и выпаривают досуха на электроплитке с графитовой прокладкой, тщательно оберегая пробу от пыли. К сухому остатку (концентрату примесей) добавляют 1 мг хлористого натрия и подвергают его спектральному анализу.

#### 3.4.4. Условия анализа

Напряжение - 220 В.

Сила тока в дуге - 9-10 А.

Ширина щели - 0,015 мм.

Время экспозиции - 1 мин.

Высота диафрагмы на средней линзе конденсорной системы - 5 мм.

#### 3.4.5. Проведение анализа

Сухой остаток (концентрат примесей) помещают в канал нижнего электрода. Между вертикально поставленными электродами зажигают дугу, питаемую постоянным током.

На одной и той же фотопластинке в одинаковых условиях фотографируют по три раза спектры сухих концентратов примесей и образцов сравнения. Каждый раз ставят новую пару электродов. Перед зажиганием дуги щель при анализе открывают.

#### 3.4.6. Обработка результатов анализа

Фотопластинку со снятыми спектрами проявляют, промывают проточной водой, фиксируют, снова тщательно промывают в воде и высушивают на воздухе (можно при помощи вентилятора).

Сухую фотопластинку после просмотра на спектрофотопроекторе фотометрируют на микрофотометре, пользуясь логарифмической шкалой и измеряя почернение линий определяемых элементов ( $S_{\text{пр}}$ ) (по подходящей ступени ослабителя) и соседнего фона ( $S_{\text{ф}}$ ).

Аналитические линии:

Ti - 336,72 нм, 323,45 нм, 308,8 нм;

Ag - 328,07 нм;

Cu - 324,75 нм; 327,4 нм;

Ni - 305,08 нм;

Fe - 302,06 нм;

Pb - 283,31 нм;

Al - 308,22 нм;

Mn - 280,11 нм;

B - 249,78 нм.

Вычисляют средние арифметические значения величины разности почернений  $\Delta S = S_{\text{пр}} - S_{\text{фон}}$  для каждого определяемого элемента в концентрате примесей и стандартных образцах.

По полученным данным строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента. На оси абсцисс откладывают логарифмы концентрации примесей ( $\lg C$ ) в образце сравнения, на оси ординат - средние величины  $\Delta S$ .

Массовую долю каждой определяемой примеси в препарате находят графически по градуировочным графикам (с учетом коэффициента обогащения - 2000).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, относительное расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не должно превышать допускаемого расхождения, равного 100%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 50\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. N 2).

### 3.5. Определение массовой доли бора

#### 3.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

бюретки 1-2-50-0,1 и 7-2-10 или 6-2-5 по ГОСТ 20292-74;

пипетки 4(5)-2-1(2); 6(7)-2-10(25) и 8-2-0,2 по ГОСТ 20292-74;

пробирка ПП-6-КШ5/13 и пробка М-КШ-5/13 по ГОСТ 19908-80;

тигель кварцевый конической формы вместимостью 3,5 см<sup>3</sup>;

цилиндр 2(4)-50 по ГОСТ 1770-74;

чаша 100 по ГОСТ 19908-80;

барий хлористый по ГОСТ 4108-72, х.ч., раствор с массовой долей 10%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, очищенная от бора и уголекислоты следующим образом: воду подщелачивают, прибавляя 0,05 г уголекислого калия на каждые 200-500 см<sup>3</sup> и дважды перегоняют в кварцевом приборе. Затем эту воду очищают от уголекислоты в кварцевом приборе, как указано в ГОСТ 4517-87;

калий уголекислый марки ос.ч. 11-2, содержащий бора не более  $2 \cdot 10^{-5}$

%; кислота борная по ГОСТ 9656-75, х.ч.;

кислота уксусная, особой чистоты, по настоящему стандарту, раствор концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;

Д (-) маннит по ГОСТ 8321-74, ч.д.а., содержащий не более  $1 \cdot 10^{-4}$  % бора, раствор с массовой долей 1%. При отсутствии реактива такой чистоты маннит ч.д.а. перекристаллизовывают из воды, очищенной от бора;

метилловый красный (индикатор), раствор в этиловом спирте с массовой долей индикатора 0,2%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, х.ч., растворы концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) и  $c(\text{NaOH})=0,5$  моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.), не содержащие углекислоту; готовят следующим образом: 100 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленного по ГОСТ 4517-87, помещают в кварцевую колбу с притертой пробкой. К раствору по каплям прибавляют приблизительно 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария (проба на полноту осаждения). Колбу закрывают пробкой и выдерживают в течение 12 ч, после чего осторожно (не взмучивая раствора) отбирают сифоном в другую такую же кварцевую колбу 50 см<sup>3</sup> приготовленного прозрачного раствора, прибавляют 50 см<sup>3</sup> воды (очищенной от бора и углекислоты), закрывают притертой пробкой и хорошо перемешивают;

раствор, содержащий бор, готовят по ГОСТ 4212-76.

Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий  $1 \cdot 10^{-4}$  мг В в 1 см<sup>3</sup>;

реактив, полученный сочетанием аш-кислоты и резорцина (аш-резорцин), раствор с массовой долей 0,01%, выдержавший испытание на пригодность для определения и, кроме того, позволяющий в условиях определения обнаруживать  $1 \cdot 10^{-5}$  мг В;

раствор аш-резорцина с массовой долей 0,003%; готовят следующим образом: в кварцевую пробирку с притертой пробкой помещают 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б,  $V$  см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты бюреткой с погрешностью не более 0,01 см<sup>3</sup>, перемешивают и прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и 1 см<sup>3</sup> раствора аш-резорцина с массовой долей 0,01%.

Полученный раствор применяют в свежеприготовленном виде.

Для установления объема  $V$  см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты проводят следующий отдельный опыт: в пробирку помещают с погрешностью не более 0,01 см<sup>3</sup> из бюретки 1 см<sup>3</sup> применяемого раствора гидроокиси натрия, 0,1 см<sup>3</sup> раствора метилового красного и титруют из бюретки (7-2-10 или 6-2-5) раствором уксусной кислоты до оранжевой окраски, используя в конце титрования стеклянную палочку для перенесения долей капель.

Объем раствора уксусной кислоты, израсходованный на титрование, отмечают с погрешностью не более 0,01 см<sup>3</sup> и обозначают буквой  $V$ ;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт, раствор с массовой долей 60%;

соль динатриевая этилендиамина - N, N, N', N' - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73, ч., раствор с массовой долей 5%, готовят на воде, очищенной от бора и углекислоты.

Примечание. Воду и все применяемые растворы и реактивы хранят в кварцевых колбах с притертыми пробками.

(Измененна

я редакция, Изм. N 1, 2).

### 3.5.2. Проведение анализа

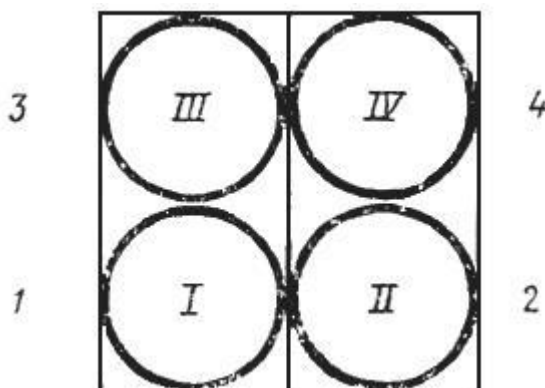
38 см<sup>3</sup> препарата (40 г), взятые по объему с погрешностью не более 1 см<sup>3</sup>, помещают в кварцевую чашу, прибавляют 0,3 см<sup>3</sup> раствора маннита и 10 см<sup>3</sup> воды, хорошо перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток растворяют в 3 см<sup>3</sup> воды, прибавляемых порциями, и количественно переносят в кварцевый тигель.

Для приготовления раствора сравнения в такой же кварцевый тигель помещают  $0,3 \text{ см}^3$  раствора маннита и  $0,4 \text{ см}^3$  разбавленного раствора, содержащего бор, доводят объем раствора водой до  $3 \text{ см}^3$  и перемешивают. Затем анализируемый и раствор сравнения выпаривают на водяной бане досуха. Каждый сухой остаток в тигле растворяют в  $0,15 \text{ см}^3$  воды, прибавляемых из пипетки вместимостью  $0,2 \text{ см}^3$  и хорошо перемешивают, прибавляют к каждому  $0,16 \text{ см}^3$  раствора аш-резорцина с массовой долей  $0,003\%$  и осторожно перемешивают. Растворы из тиглей переливают в бесцветные прозрачные плоскодонные кварцевые пробирки (диаметром  $10 \text{ мм}$ , высотой  $30 \text{ мм}$ ) с притертыми пробками, закрывают пробирки пробками и выдерживают приблизительно  $17 \text{ ч}$  при температуре  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  или в течение  $3 \text{ ч}$  в сушильном шкафу при температуре  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  и сопоставляют окраски анализируемого и раствора сравнения в проходящем свете на фоне молочного стекла.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если розовый оттенок окраски анализируемого раствора не будет интенсивнее розового оттенка окраски раствора сравнения.

Пригодность применяемых реактивов проверяют в контрольном опыте следующим образом: так же, как и раствор сравнения, готовят два раствора: при этом в один раствор вводят  $0,2 \text{ см}^3$  разбавленного раствора, содержащего бор, а в другой раствор бор не вводят. Реактивы считают пригодными, если розовая окраска раствора, содержащего  $2 \cdot 10^{-5} \text{ мг}$  бора, будет значительно интенсивнее розовой окраски раствора, не содержащего бор.

Если после растворения сухого остатка анализируемого раствора в воде (до прибавления аш-резорцина) полученный раствор имеет прицветку, то определение проводят следующим образом: в анализируемый и раствор сравнения добавляют еще по  $0,15 \text{ см}^3$  воды, хорошо перемешивают и отбирают из каждого тигля пипеткой в другой такой же тигель  $0,15 \text{ см}^3$  раствора, при этом оставшиеся в пипетках объемы растворов помещают в те же тигли, откуда отбирали растворы, и прибавляют к каждому из них  $0,16 \text{ см}^3$  воды, а к отобраным порциям (по  $0,15 \text{ см}^3$ ) анализируемого и раствора сравнения прибавляют  $0,16 \text{ см}^3$  раствора реактива с массовой долей  $0,003\%$  и осторожно перемешивают. Затем содержимое тиглей переливают в кварцевые пробирки диаметром  $10 \text{ мм}$ , высотой  $30 \text{ мм}$  с притертыми пробками, выдерживают в течение  $17 \text{ ч}$  при комнатной температуре или в течение  $3 \text{ ч}$  в сушильном шкафу при температуре  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ . Окраски анализируемого и раствора сравнения сопоставляют в компараторе с применением вторых половин этих растворов, не содержащих реактива (чертеж).



В отверстие 1 помещают пробирку I с половиной анализируемого раствора, содержащего реактив.

В отверстие 2 помещают пробирку II с половиной раствора сравнения, содержащего реактив.

В отверстие 3 помещают пробирку III, содержащую оставшуюся половину раствора сравнения ( $0,15 \text{ см}^3$ ), не содержащего реактив, и  $0,16 \text{ см}^3$  воды.

В отверстие 4 помещают пробирку IV, содержащую оставшуюся половину анализируемого раствора ( $0,15 \text{ см}^3$ ), не содержащего реактив, и  $0,16 \text{ см}^3$  воды. Затем сопоставляют суммарную окраску растворов в пробирках I и III с

суммарной окраской растворов в пробирках II и IV в проходящем свете на фоне молочного стекла.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если суммарная розовая окраска растворов в пробирках I и III не будет интенсивнее суммарной розовой окраски растворов в пробирках II и IV.

При сопоставлении окрасок выдвигают переднюю стенку компаратора так, чтобы нижняя граница этой стенки находилась на уровне растворов, содержащихся в пробирках. Задняя стенка при этом должна быть полностью опущена и на ее фоне проводят сопоставление суммарных окрасок растворов в пробирках.

Окраски можно также сопоставлять в прямоугольных кюветах от фотоколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 0,3 см. Для этого в каждую из пробирок прибавляют 0,3 см<sup>3</sup> воды и содержимое пробирок переливают в указанные кюветы, пронумерованные так же, как пробирки. Окраски растворов в кюветах сопоставляют в проходящем свете на фоне молочного стекла по ширине кювет (т.е. при длине колориметрируемого слоя в каждой кювете, равной 18-20 мм). Кюветы в компараторе располагают так же, как и пробирки.

Примечание. Компаратор изготовляют склеиванием пластинок со стенками толщиной 3 мм из плексигласа молочного цвета. Компаратор имеет выдвижные переднюю и заднюю стенки и перегородку, перпендикулярно расположенную к стенкам.

При разногласиях в оценке массовой доли бора определение проводят по п.3.4.

### 3.6. Определение массовой доли мышьяка

#### 3.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

колба 2-100-2 по ГОСТ 20292-74;

пипетки 4(5)-2-1(2) и 6(7)-2-25 по ГОСТ 20292-74;

цилиндр 2(4)-50 по ГОСТ 1770-74;

бумага бромнортутная, готовят по ГОСТ 4517-87;

бумага, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, готовят по ГОСТ 4517-87;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, вторично перегнанная из стеклянного прибора с добавкой 0,1 г азотнокислого калия на каждый 1 дм<sup>3</sup> перегоняемой воды;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217-77, х.ч.;

кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261-77;

олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36-78, раствор с массовой долей 10%; готовят следующим образом: 10 г 2-водного двухлористого олова растворяют в 12,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают;

раствор, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> As; готовят по ГОСТ 4212-76 соответствующим разбавлением приготовленного раствора водой, готовят раствор, содержащий  $1 \cdot 10^{-4}$  мг As в 1 см<sup>3</sup>;

разбавленный раствор должен быть свежеприготовленным;

цинк гранулированный х.ч., не содержащий мышьяка;

прибор для определения мышьяка по ГОСТ 10485-75, методом с применением бромнортутной бумаги.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 3.6.2. Проведение анализа

31,5 см<sup>3</sup> препарата (33 г), взятые по объему с погрешностью не более 1 см<sup>3</sup>, помещают в колбу прибора для определения мышьяка.

При этом трубка 1 прибора имеет внутренний диаметр 2 мм, а внешний 4-5 мм. Вместо зажимного устройства сверху трубку закрывают бромнортутной бумагой, на которую наложена фильтровальная бумага, и закрепляют резинкой.

Затем в колбу прибора прибавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водного двухлористого олова, 10 г цинка (по возможности гранулы одинаковой величины).

Колбу сразу же закрывают пробкой с насадкой и раствор перемешивают. Затем колбу помещают в кювету с двухсантиметровым слоем воды, имеющей температуру 70 °С, и оставляют на 1,5 ч без поддержания температуры.

Одновременно готовят растворы сравнения, содержащие в 50 см<sup>3</sup> воды 0; 5·10<sup>-5</sup>; 1·10<sup>-4</sup> и 1,5·10<sup>-4</sup> мг As, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> 2-водного двухлористого олова.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски такой же бумаги от одновременно приготовленного в тех же условиях раствора сравнения, содержащего 50 см<sup>3</sup> воды; 1·10<sup>-4</sup> мг As, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора 2-водного двухлористого олова и 10

г цинка.

### 3.7. Определение массовой доли фосфора

#### 3.7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

спектрофотометр СФ-4а или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

пипетки 4(5)-2-1(2), 6(7)-2-5(10) и 6(7)-2-25 по ГОСТ 20292-74;

пробирка ПП-6-КШ-5/13 по ГОСТ 19908-80;

цилиндр 2(4)-50 по ГОСТ 1770-74;

чаша 100 по ГОСТ 19908-80;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78, х.ч., отфильтрованный раствор с массовой долей 3% хранят в полиэтиленовой посуде в темном месте;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, дополнительно перегнанная в кварцевом приборе с добавкой 0,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты на каждый кубический дециметр перегоняемой воды;

калий сурьма (III) оксид, тартрат 0,5-водный (калий антимолил винноокислый), раствор с массовой долей 0,7%;

аскорбиновая кислота, свежеприготовленный раствор с массовой долей 5,4%;

кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262-78, раствор концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=5$  моль/дм<sup>3</sup> (5 н.); натрий серноокислый 10-водный по ГОСТ 4171-76, х.ч., раствор с массовой долей 0,1%;

смесь реактивов, готовят в день применения следующим образом: смешивают 12,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 2,5 см<sup>3</sup> раствора

виннокислого антимонила калия;

раствор, содержащий  $1 \text{ мг/см}^3$  фосфор, готовят по ГОСТ 4212-76; более разбавленные растворы применяют свежеприготовленными.

(Измененная редакция, Изм. N 1,

2).

### 3.7.2. Построение градуировочного графика

Готовят три раствора сравнения и контрольный раствор.

Для этого в три кварцевые пробирки помещают в каждую  $3 \text{ см}^3$  раствора, содержащего соответственно  $1 \cdot 10^{-4}$ ;  $2,5 \cdot 10^{-4}$ ;  $5 \cdot 10^{-4}$  мг фосфора, а в четвертую пробирку помещают  $3 \text{ см}^3$  воды.

В каждую пробирку прибавляют по  $0,3 \text{ см}^3$  смеси реактивов и перемешивают; через 5 мин растворы переливают в прямоугольные кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 1 см и измеряют оптические плотности растворов сравнения по отношению к контрольному раствору при длине волны  $\lambda = 880 \text{ нм}$ .

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы фосфора в миллиграммах, а по оси ординат - соответствующие им оптические плотности, средние из трех параллельных определений

### 3.7.3. Проведение анализа

$47,5 \text{ см}^3$  препарата (50 г), взятые по объему с погрешностью не более  $1 \text{ см}^3$ , помещают в кварцевую чашу, добавляют  $0,1 \text{ см}^3$  раствора 10-водного сернокислого натрия и раствор выпаривают досуха на водяной бане, установленной в боксе из органического стекла. К остатку добавляют  $3 \text{ см}^3$  воды и  $0,3 \text{ см}^3$  смеси реактивов, перемешивают и переливают в прямоугольную кювету с толщиной поглощающего свет слоя 1 см и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к одновременно приготовленному контрольному раствору.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если найденная по градуировочному графику масса фосфора не превышает  $2,5 \cdot 10^{-4}$  мг фосфора.

При необходимости проверяют пригодность применяемых реактивов и условий выполнения определения следующим образом: готовят контрольный раствор, не содержащий анализируемый препарат, и проводят его через весь ход анализа. Оптическая плотность этого контрольного раствора, измеренная по отношению к контрольному раствору, приготовленному по подпункту 3.7.2, должна быть значительно меньшей (в два и более раз), чем оптическая плотность стандартного раствора, содержащего  $2,5 \cdot 10^{-4}$  мг фосфора.

В этом случае оптическую плотность анализируемого раствора определяют по отношению к одновременно приготовленному контрольному раствору, проведенному через весь ход анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного  $1 \cdot 10^{-7} \%$ .

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 15\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. N 1,



2).

### 3.8. Определение массовой доли уксусного альдегида

#### 3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

фотоколориметр типа ФЭК-Н-57 или ФЭК-М, или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

бюретка 1(2)-2-5-0,02 по ГОСТ 20292-74;

воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336-82;

каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336-82;

колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

колба КГУ-2-2-500-29/34 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пипетки 4(5)-2-1(2), 6(7)-2-10 и 6(7)-2-25 по ГОСТ 20292-74;

пробирки П-4-25-14/23 по ГОСТ 1770-74;

цилиндры 2-25(50) и 1(3)-500 по ГОСТ 1770-74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в стеклянном приборе;

йод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации  $c(1/2 J_2)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> в растворе йодистого калия с массовой долей 4%; хранят в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой;

калий йодистый по ГОСТ 4232-74;

калий дисульфит;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 0,5%; готовят по ГОСТ 4919.1-77;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, х.ч., раствор с массовой долей 33%;

раствор, содержащий уксусный альдегид, готовят по ГОСТ 4212-76;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт, раствор с массовой долей 50%, не содержащий альдегидов;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1%;

фуксин основной для фуксинсернистой кислоты;

раствор фуксинсернистый, готовят следующим образом: 1 г основного фуксина (крупные кристаллы) растворяют при нагревании в 500 см<sup>3</sup> воды на водяной бане. Если необходимо, раствор фильтруют, охлаждают и помещают в мерную колбу. К прозрачному раствору прибавляют 5 г дисульфита калия, непосредственно перед применением растворенного в 100 см<sup>3</sup> воды, через 20 мин прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и доводят объем раствора водой до метки. После этого раствор выдерживают в темном месте не менее суток (лучше несколько суток). Для проверки пригодности приготовленного раствора перед применением 5,0 см<sup>3</sup> этого раствора титруют раствором йода в присутствии крахмала. Реактив пригоден для применения, если на титрование пойдет не более 4 см<sup>3</sup> раствора йод



а.

### 3.8.2. Построение градуировочного графика

Готовят три раствора сравнения и контрольный раствор следующим образом: в три пробирки помещают соответственно 0,05; 0,1 и 0,2 мг уксусного альдегида, в четвертую пробирку уксусный альдегид не вводят. Затем одновременно объем раствора в каждой пробирке доводят водой до 23 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> фуксинсернистого реактива, хорошо перемешивают и выдерживают в течение 20 мин, после этого немедленно переливают содержимое пробирок в кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 3 см и измеряют при длине волны  $\lambda_{\text{макс}} = 530\text{-}540$  нм оптические плотности стандартных растворов по отношению к контрольному раствору и оптическую плотность контрольного раствора по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы уксусного альдегида в миллиграммах, а по оси ординат - соответствующие им величины оптических плотностей, средние из трех определений.

Реактивы считают пригодными, если оптическая плотность раствора сравнения, содержащего 0,05 мг уксусного альдегида, в 1,5 раза (или более) превышает оптическую плотность контрольного раствора.

### 3.8.3. Проведение анализа

47,5 см<sup>3</sup> препарата (50 г), взятые по объему с погрешностью не более 1 см<sup>3</sup>, помещают в круглодонную колбу. В колбу помещают несколько стеклянных капилляров, заплавленных с одного конца, прибавляют две капли раствора фенолфталеина и закрывают колбу пробкой, через которую предварительно пропускают конец трубки холодильника с брызгоуловителем и конец капельной воронки с раствором гидроокиси натрия. Другой конец трубки холодильника слегка погружают в цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>, содержащий 5 см<sup>3</sup> воды. Через капельную воронку медленно приливают в колбу с анализируемым препаратом раствор гидроокиси натрия до розовой окраски (приблизительно 101 см<sup>3</sup>). Кран капельной воронки закрывают и при нагревании колбы отгоняют 10 см<sup>3</sup> жидкости в цилиндр, закрывают его притертой пробкой, перемешивают, и доводят объем раствора водой до 23 см<sup>3</sup> и проводят испытание, как указано при построении градуировочного графика, т.е. прибавляют 1 см<sup>3</sup> фуксинсернистого реактива, перемешивают, выдерживают в течение 20 мин и фотометрируют.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса уксусного альдегида, найденная по градуировочному графику, не будет превышать 0,1 мг.

Определение допускается заканчивать визуально. В этом случае сопоставляют окраски анализируемого раствора, раствора сравнения и контрольного раствора в проходящем свете на фоне молочного стекла.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора сравнения и окраска раствора сравнения будет интенсивнее окраски контрольного раствора.

При разногласиях в оценке массовой доли уксусного альдегида анализ заканчивают фотометрически.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 0,2·10

-4 %.

3.8.1-3.8.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 3.9. Определение массовой доли ацетона

### 3.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы:

фотоколориметр типа ФЭК-М или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками;

бюретка 1-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74;

воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336-82;

каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336-82;

колба Кн-2-50-18 (22,34) по ГОСТ 25336-82;

колба КГУ-2-2-250-29/34 по ГОСТ 25336-82;

пипетки 4(5)-2-1(2), 6(7)-2-5(10) и 6(7)-2-25 по ГОСТ 20292-74;

холодильник ХПТ-3 по ГОСТ 25336-82;

цилиндры 1(3)-25 и 1(2)-10 по ГОСТ 1770-74;

ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

калия гидроксид по ГОСТ 24363-80, х.ч., раствор с массовой долей 10%;

кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч., раствор с массовой долей 60%;

натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77, х.ч., раствор с массовой долей 33%;

раствор, содержащий ацетон, готовят по ГОСТ 4212-76, соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,02 мг ацетона;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт;

фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1%;

фурфурол по ГОСТ 10930-74, ч.д.а., свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,25 %.

### 3.9.2. Построение градуировочного графика

Готовят три раствора сравнения и контрольный раствор.

Для этого в три конические колбы помещают, соответственно, 0,01; 0,02; 0,04 мг ацетона, в четвертую колбу ацетон не помещают.

В каждую колбу приливают по 3,5 см<sup>3</sup> воды, 0,5 см<sup>3</sup> раствора фурфурола и 1 см<sup>3</sup> раствора калия гидроксиды, перемешивают и выдерживают 40 мин. Затем добавляют при перемешивании 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, содержимое колбочек немедленно переливают в кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5 см и измеряют на фотоколориметре при длине волны  $\lambda_{\text{макс}} = 420-453$  нм оптические плотности растворов сравнения по отношению к контрольному раствору, а оптическую плотность контрольного раствора по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенные в растворы сравнения массы ацетона в миллиграммах, а по оси ординат - соответствующие им оптические плотности растворов, средние из трех параллельных определений.

### 3.9.3. Проведение анализа

38 см<sup>3</sup> препарата (40 г), взятые по объему с погрешностью не более 1 см<sup>3</sup>, помещают в круглодонную колбу. В колбу вносят несколько стеклянных капилляров, заплавленных с одного конца, прибавляют две капли раствора фенолфталеина и закрывают колбу пробкой, через которую предварительно пропускают конец трубки холодильника с брызгоуловителем и конец капельной воронки с раствором гидроксиды натрия. Другой конец трубки холодильника

должен быть погружен в цилиндр, содержащий 1 см<sup>3</sup> воды. Через капельную воронку медленно приливают в колбу с анализируемым препаратом раствор гидроокиси натрия до слабо-розовой окраски (примерно 82 см<sup>3</sup>). Затем при нагревании отгоняют точно 6 см<sup>3</sup> жидкости. Из приемника для определения берут аликвотную часть в 3,5 см<sup>3</sup> раствора (соответствует навеске препарата, равной 20 г), прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора фурфурола, 1 см<sup>3</sup> раствора калия гидроокиси, перемешивают и выдерживают 40 мин, прибавляют при перемешивании 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и немедленно измеряют оптическую плотность раствора в тех же условиях, как при построении градуировочного графика.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если найденная по градуировочному графику масса ацетона не будет превышать 0,02 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного  $0,2 \cdot 10^{-4}$  %.

3.9.1-3.9.3. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.10. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих (30 мин) марганцовокислый калий (О)

3.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы

колба Кн-2-50-18(22, 34) по ГОСТ 25336-82;

пипетки 4(5)-2-1(2) и 6(7)-2-10 по ГОСТ 20292-74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в присутствии марганцовокислого калия, прибавляемого до заметно розовой окраски перегоняемой воды;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, раствор концентрации  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.), хранят в склянке из оранжевого стекла.

3.10.2. Проведение анализа

9,5 см<sup>3</sup> препарата (10 г), взятые по объему с погрешностью не более 0,1 см<sup>3</sup>, помещают в коническую колбу, прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 0,3 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 30 мин при наблюдении на фоне молочного стекла в проходящем свете сохранится розовая окраска анализируемого раствора.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885-73.

Вид и тип тары: 3-1, 3-5, 8-1, 8-2 (с полиэтиленовым колпаком или пробкой, обвязанной полиэтиленовой пленкой).

Группа фасовки: V, VI, VII не более 10 кг.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта: в закрытых железнодорожных вагонах, контейнерах, трюмах судов, крытых автомашинах.

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских отапливаемых помещениях при температуре не ниже 18 °С.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата - 2 года со дня изготовления.

Разд.5. (Введен дополнительно, Изм. N 1).

Электронный текст документа  
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
М.: Издательство стандартов, 1988