

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ****ГОСТ
10749.6—80***

Метод определения сложных эфиров

Ethyl alcohol for industrial use.
Method for determination of estersВзамен
ГОСТ 10749—72
в части разд. 7

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 декабря 1980 г. № 6048 дата введения установлена

01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт распространяется на технический этиловый спирт и устанавливает метод определения сложных эфиров.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы отбирают в соответствии с требованиями НТД на этиловый спирт.

2. ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колба Кн-1—500—24/29 и (или) Кн-1—500—29/32) и К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 по ГОСТ 25336—82.

Трубка с натронной известью.

Бюретки 1—1(2)—25—0,05 и 1—1(2)—10—0,05 по НТД.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы концентрации с (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) и 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (март 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1985 г. (ИУС 12—85)

Бромтимоловый синий (индикатор), спиртовой раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы концентрации $c(\text{HCl}) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.) и $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$ моль/дм³ (0,05 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Определение сложных эфиров в анализируемом спирте, имеющем концентрацию альдегидов менее 0,5 % (5 г/дм³), проводят в нейтрализованной смеси воды и спирта после определения кислот по ГОСТ 10749.5—80.

Если в анализируемом спирте содержится 0,5 % альдегидов и более, к 100 см³ спирта, смешанного со 100 см³ воды, прибавляют кристаллический гидрохлорид гидроксиламина, массу которого (X) в граммах предварительно вычисляют по формуле

$$X = \frac{X_1 \cdot 69,5 \cdot 0,788}{44,0},$$

где X_1 — объемная доля альдегидов в анализируемом спирте, %;

69,5 — молекулярная масса гидрохлорида гидроксиламина;

44,0 — молекулярная масса уксусного альдегида;

0,788 — плотность уксусного альдегида, г/см³.

Выделившуюся соляную кислоту титруют сначала (NaOH) = 0,5 моль/дм³, а затем $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ в присутствии индикатора до появления устойчивой синей окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К нейтрализованной смеси воды и спирта, полученной после определения кислот или приготовленной, как указано в разд. 3, прибавляют 10 см³ раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ и кипятят смесь в колбе, соединенной с обратным холодильником, в течение 1 ч. Смесь охлаждают до комнатной температуры, при этом холодильник закрывают трубкой с натронной известью. По истечении 1 ч снимают трубку и холодильник промывают водой. Избыток гидроксида натрия титруют раство-

ром кислоты в присутствии индикатора до устойчивой желтой окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию сложных эфиров в пересчете на уксусноэтиловый эфир (X_2) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{\left(10 - \frac{V}{2}\right) \cdot 8,8 \cdot 1000}{100},$$

где 10 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на омыление сложных эфиров, см³;

V — объем раствора кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 0,05$ моль/дм³, мг, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия, см³;

8,8 — масса уксусноэтилового эфира, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % относительно средней величины при доверительной вероятности $P = 0,95$. Округление результатов измерения — по СТ СЭВ 543—77 до целого числа.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).