



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНЫХ КИСЛОТ

ГОСТ 25742.2—83
(СТ СЭВ 2965—81)

Издание официальное

Б337—97

ИНК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ

GOST
СТ СЭВ

ГОСТ 25742.2-83, Метанол-яд технический. Метод определения свободных кислот
Methanol poison, technical . Method for free acids determination

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения свободных кислот

Methanol poison, technical.
Method of free acids determination

ГОСТ
25742.2—83

(СТ СЭВ 2965—81)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает метод определения свободных кислот в техническом метаноле-яде в пересчете на муравьиную кислоту.

Сущность метода заключается в титровании разбавленной и не содержащей углекислоты пробы метанола раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2965—81.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пипетка градуированная вместимостью 1 см³.

Цилиндр 3—100 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Колба Ки-1—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Холодильник типа ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Трубка с натронной известью.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Вода дистиллированная свободная от углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в 100 см³ этилового спирта и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. 100 см³ анализируемого продукта, имеющего температуру 20 °С, помещают в колбу, добавляют 100 см³ дистиллированной воды и опускают несколько стеклянных шариков или кусочков неглазурованного фарфора. Содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 10 мин, затем холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой, снабженной трубкой с натронной известью, и охлаждают.

После охлаждения трубку с натронной известью отсоединяют, добавляют 0,5 см³ фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без добавления метанола.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями



3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую долю свободных кислот (X) в пересчете на муравьиную кислоту в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00046 \cdot 100}{100 \cdot \rho}$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого метанола, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

0,00046 — масса муравьиной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

ρ — плотность метанола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 6 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

И.А. Рыжак, канд. хим. наук; А.Б. Сухомлинов, канд. хим. наук; Н.С. Безгубенко; З.И. Сухарева; Г.Д. Позигун

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.04.83 № 1966

3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 2965—81 и МС ИСО 1387—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1	ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 4328—77	1	ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 4517—87	1	ГОСТ 25336—82	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 10—89)

Редактор Л.И. Нахимова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор М.С. Кабашева
Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.12.97. Подписано в печать 05.01.98. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,30.
Тираж 76 экз. С/Д 2767. Зак. 528.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14,
Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6



ИЗМЕНЕНИЯ, ВНЕСЕННЫЕ В МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л29

Изменение № 2 ГОСТ 25742.2—83 Метанол-яд технический. Метод определения свободных кислот

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 414

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 2965—81).

Вводная часть. Последний абзац исключить;
дополнить абзацем:

«Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

Стандарт дополнить наименованием (перед разд. 1) — «Способ 1».

Раздел 1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Цилиндр 3—100—2 по ГОСТ 1770—74»;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 6)

«Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 3.1. Формула. Экспликация. Заменить слово: «концентрации» на «молярной концентрации» (3 раза).

Стандарт дополнить наименованием (после п. 3.1) «Способ 2»; дополнить разделами — 4 — 9:

«Способ 2

Определение щелочности или кислотности по фенолфталеину — по ИСО 1387—82 (4.6).

4. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Метод устанавливает определение в метаноле массовой доли кислоты не менее 0,0008 % в пересчете на муравьиную кислоту.

5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Разбавление анализируемого метанола водой, не содержащей диоксида углерода.

Кислотность или щелочность анализируемого метанола определяют по фенолфталеину. Если при этом установлено, что метанол имеет кислую среду, то определение кислотности необходимо проводить титрованием стандартным титрованным раствором гидроксида натрия.

6. РЕАКТИВЫ

6.1. Для анализа используют воду, не содержащую диоксида углерода, свежеприготовленную.

6.1.1. *Приготовление воды, не содержащей диоксида углерода*

Дистиллированную воду кипятят и охлаждают в колбе, закрыв пробкой, снабженной предохранительной трубкой с натронной известью.

6.2. Натрия гидроксид, стандартный титрованный раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

6.3. Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор массовой концентрации 5 г/дм³ готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина растворяют в 100 см³ раствора этилового спирта объемной концентрации 95 % и добавляют раствор гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски.

7. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная ниже.

Колба коническая вместимостью 500 см³ из боросиликатного стекла с пришлифованной пробкой, снабженной предохранительной трубкой с натронной известью.

Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

(Продолжение см. с. 7)

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1. Анализируемая проба

Берут $(100 \pm 0,1)$ см³ анализируемого метанола.

8.2. Проведение анализа

100 см³ воды помещают в коническую колбу, добавляют 0,5 см³ раствора фенолфталеина и прибавляют одну или две капли раствора гидроксида натрия до бледно-розовой окраски. Добавляют $(100 \pm 0,1)$ см³ анализируемой пробы и 0,5 см³ раствора фенолфталеина, устанавливают является ли раствор щелочным. Если он кислый, то титруют раствором гидроксида натрия, закрывая колбу пробкой и встряхивая ее содержимое после каждого добавления гидроксида натрия, до появления розовой окраски, устойчивой в течение 15 с.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Щелочной продукт

Указывают, что продукт является щелочным по фенолфталеину при окрашивании пробы в розовый цвет.

9.2. Кислый продукт

(Продолжение см. с. 8)

Массовую долю кислот (X) в пересчете на муравьиную кислоту (НСООН) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,0046 \cdot V}{\rho},$$

где V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование анализируемого метанола, см^3 ;

ρ — плотность анализируемого метанола при $20\text{ }^\circ\text{C}$ определяют по ГОСТ 2222—95 (п. 6.4), $\text{г}/\text{см}^3$;

0,0046 — масса муравьиной кислоты, соответствующая $1,00\text{ см}^3$ раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно $0,1\text{ моль}/\text{дм}^3$, г.

Примечание. Если концентрация используемого стандартного титрованного раствора отличается от оговоренной в перечне реагентов, необходимо ввести соответствующую поправку».

(ИУС № 9 2000 г.)