

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения хлора

Methanol poison, technical.
Method of chlorine determination

ГОСТ

25742.6—83

(СТ СЭВ 3810—82)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на технический метанол-яд и устанавливает фотометрический метод определения хлора.

Сущность метода заключается во взаимодействии хлоридов с азотнокислым серебром с образованием труднорастворимого хлорида серебра с последующим измерением степени помутнения раствора на фотоэлектроколориметре.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3810—82 в части фотометрического метода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**1.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы**

Колориметр фотоэлектрический, лабораторный, с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с $\lambda = 490$ нм; рабочая длина кювет 50 мм.

Весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200 г или ВЛЭ-200 г.

Баня водяная.

Электроплитка.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—250—29/32 ТХС, П-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХШ-1—300(400)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

39

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, х. ч., раствор с массовой долей 20 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью не менее 1,4 г/см³.

Рабочий раствор с концентрацией хлора 0,01 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212—76 с последующим разбавлением в 100 раз.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

1.2. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 100 см³ анализируемого метанола и 1 см³ раствора углекислого натрия. Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и ставят на кипящую водяную баню на 20—25 мин. Затем снимают холодильник и упаривают раствор до 3—5 см³, добавляют 25—30 см³ дистиллированной воды, 1 см³ азотной кислоты и кипятят на электроплитке 10 мин для удаления двуокси углерода.

Одновременно готовят раствор с известной концентрацией хлора. Для этого в другую коническую колбу или стакан помещают 25—30 см³ дистиллированной воды, 1 см³ раствора углекислого натрия, 3 см³ рабочего раствора с концентрацией хлора 0,01 мг/см³, 1 см³ азотной кислоты и кипятят 10 мин.

Остывшие растворы переносят в мерные колбы, добавляют по 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят водой до метки, хорошо перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с синим (или нейтральным) светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве контрольного раствора используют дистиллированную воду.

1.3. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{D \cdot V_c \cdot 0,01 \cdot 100}{D_c \cdot V \cdot 10 \cdot 10 \cdot \rho_4^{20}}$$

где D — оптическая плотность анализируемого раствора;

V_c — объем раствора с известной концентрацией хлора, взятый для анализа, см³;

0,01 — концентрация хлора в рабочем растворе, мг/см³;

D_c — оптическая плотность раствора с известной концентрацией хлора;

V — объем анализируемой пробы, см³;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00002 %.

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

Результат округляют до той степени точности, с которой задана норма.

1.1—1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 2. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**РАЗРАБОТЧИКИ**

И. А. Рыжак, А. Б. Сухомлинов, Н. С. Безгубенко, З. И. Сухарева, Г. Д. Позигун

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.11.83 № 5609**3. СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ СТ СЭВ 3810—82****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	1.1
ГОСТ 1277—75	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 4212—76	1.1
ГОСТ 4461—77	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 25794.3—83	1.1

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 4—93)**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)**