25742.8-85
Изм. 1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕТУЧИХ СОЕДИНЕНИЙ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 25742.8—85

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. С. Безгубенко, Г. Д. Позкгун, И. А. Рыжак, З. И. Сухарева, В. М. Гордиенко

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. министра З. Н. Поляков

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1985 г.

УДК 661.721:546.72.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения летучих соединений железа

Technical methanol-poison. Method for determination of iron volatile compounds

ГОСТ 25742.8—85

(СТ СЭВ 4614—84)

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1985 г. № 1302 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический метанол-яд и устанавливает метод определения летучих соединений железа.

Сущность метода заключается в определении массовой доли летучих соединений железа по разности массовых долей всех соединений железа и нелетучих соединений железа, определенных фотометрическим методом.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4614—84.

1. ПРИБОРЫ, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимальное пропускание при длине волны $\lambda = 500—540$ нм.

Колба К-1—1000—45/40 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1—100—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Холодильник ХШ 2—250—45/40 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4—1—1, 4—1—2, 6—1—5, 6—1—10, 2—1—20, 2—1—50 по ГОСТ 20292—74.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1985

Стакан В-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—500 по ГОСТ 1770—74.

Чашка для выпаривания платиновая или стеклянная ЧВП-1—100 по ГОСТ 25336—82.

Воронка В-100—150 ХС по ГОСТ 25336—82.

Фильтр беззольный «синяя лента», диаметр 15 см.

2,2′-Дипиридил, 0,5 %-ный раствор в 5 %-ном растворе соляной кислоты.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а., 10 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, ч.д.а., 30 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч.д.а., 25 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1 : 1 (по объему), 5 %-ный раствор и раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, ч.д.а., 30 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч.д.а., раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,01 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. *Приготовление раствора железа с известной концентрацией*

Раствор железа с концентрацией 0,01 мг/см³ готовят по ГОСТ 4212—76 с последующим разбавлением 10 см³ полученного раствора раствором серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,01 моль/дм³ в 100 раз.

2.2. *Построение градуировочного графика*

В 11 мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 и 50,0 см³ раствора железа с концентрацией 0,01 мг/см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония, 2 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, через 5 мин прибавляют 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 50 мм по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 522 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—540 нм.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а по оси ординат — оптическую плотность.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. *Определение всех соединений железа*

В круглодонную колбу помещают 500 см³ анализируемого метанола, добавляют 10 см³ перекиси водорода, 5 см³ раствора водного аммиака, присоединяют колбу к обратному холодильнику и погружают в водяную баню с кипящей водой на 15 мин. Содержимое колбы охлаждают и фильтруют через беззольный фильтр, ополоснув колбу дистиллированной водой.

Гидроокись железа растворяют на фильтре 5 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, фильтр промывают 5—10 см³ горячей воды и раствор выпаривают в стакане досуха. Сухой остаток растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают. В зависимости от массовой доли железа в анализируемом метаноле берут точно отмеренный объем 20—50 см³ полученного раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, 5 см³ раствора уксуснокислого аммония, 2 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида. Через 5 мин добавляют 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила, доводят объем водой до метки, тщательно перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность, как указано в п. 2.2, по отношению к контрольному раствору, содержащему все реактивы, прибавляемые в таком же порядке, но не содержащему анализируемый метанол.

При массовой доле железа менее 0,00001 % раствор, полученный после растворения сухого остатка, без разбавления полностью помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют все необходимые для определения железа реактивы в той же последовательности, что и при определении железа с разбавлением раствора, доводят объем водой до метки и измеряют оптическую плотность.

По градуировочному графику определяют массу всех соединений железа.

3.2. *Определение нелетучих соединений железа*

100 см³ анализируемого метанола медленно упаривают в платиновой или стеклянной чашке на водяной бане до 10 см³. Остаток переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, чашку промывают три раза водой порциями по 10 см³, обрабатывают тем же количеством реактивов и в том же порядке, как и при определении всех соединений железа, как указано в п. 3.1.

Допускается не проводить определения нелетучих соединений

железа, если массовая доля всех соединений железа не превышает нормы для массовой доли летучих соединений железа, установленной стандартом на продукт.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю всех соединений железа (X) в пересчете на железо в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot 500 \cdot \rho_4^{20} \cdot 1000},$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора, взятый для определения оптической плотности, см³;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, определенная с помощью денсиметра с ценой деления 0,001 г/см³ по ГОСТ 18995.1—73, г/см³.

4.2. Массовую долю всех соединений железа (X_1) в пересчете на железо в процентах, определенную без разбавления раствора, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{500 \cdot \rho_4^{20} \cdot 1000},$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, определенная с помощью денсиметра с ценой деления 0,001 г/см³ по ГОСТ 18995.1—73, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P \geqslant 0{,}95$ не должны превышать 10 % относительно нормируемой величины.

4.3. Массовую долю нелетучих соединений железа (X_2) в пересчете на железо в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot 100 \cdot \rho_4^{20} \cdot 1000},$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора, взятый для определения оптической плотности, см³;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, определенная с помощью денсиметра с ценой деления 0,001 г/см³ по ГОСТ 18995.1—73, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P \geqslant 0{,}95$ не должны превышать 10 % относительно нормируемой величины.

4.4. Массовую долю летучих соединений железа (X_3) в пересчете на железо в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = X - X_2,$$

где X — массовая доля всех соединений железа в анализируемом метаноле, %;

X_2 — массовая доля нелетучих соединений железа в анализируемом метаноле, %.

4.5. Массовую долю летучих соединений железа (X_4) в пересчете на железо в процентах вычисляют по формуле (без разбавления раствора)

$$X_4 = X_1 - X_2,$$

где X_1 — массовая доля всех соединений железа в анализируемом метаноле, определенная без разбавления раствора, %;

X_2 — массовая доля нелетучих соединений железа в анализируемом метаноле, %.

Изменение № 1 ГОСТ 25742.8—85 Метанол-яд технический. Метод определения летучих соединений железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 18.03.92 № 220

Дата введения 01.09.92

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 4614—84).**

Вводная часть. Третий абзац исключить.

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический, лабораторный с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с λ=500—540 нм; кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 50 мм»;

дополнить абзацами (после первого): «Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г

Баня водяная.

Электроплитка»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Колба К-1—1000—29/32 (45/40) ТС по ГОСТ 25336—82»;

(Продолжение см. с. 132)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25742.8—85)

четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «Холодильник ХШ-1—300(400)—29/32 ХС, ХШ-2—250—45/40 ХС по ГОСТ 25336—82

Пипетка 2—1(2)—20(50), 4—1(2)—1(2), 6—1(2)—5(10) по ГОСТ 20292—74»;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770—74

Чашка ЧВП-1—100 по ГОСТ 25336—82 или чашка ПЛ 115—4 по ГОСТ 6563—75»;

десятый, одиннадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Фильтр обеззоленный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.

2,2'-Дипиридил, раствор с массовой долей 0,5 % в растворе соляной кислоты с массовой долей 5 %»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517—87»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Пероксид водорода по ГОСТ 10929—76, х. ч или ч. д. а., раствор с массовой долей 30 %»;

четырнадцатый абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., плотностью 1,19 г/см^3, разбавленная 1:1 (по объему);

(Продолжение см. с. 133)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25742.8—85)

раствор с массовой долей 5 %; раствор молярной концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»;

семнадцатый абзац после слова «раствор» изложить в новой редакции: «молярной концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

дополнить абзацами: «Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—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».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции (кроме наименования): «Раствор железа массовой концентрации 0,01 мг/см³ готовят из двойной сернокислой соли закиси железа и аммония по ГОСТ 4212—76 с последующим разбавлением 10 см³ полученного раствора раствором серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}01$ моль/дм³ в 100 раз».

Пункт 2.2. Первый абзац изложить в новой редакции. «В 10 мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 и 50,0 см³ раствора железа массовой концентрации 0,01 мг/см³, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³, 5 см³ раствора уксусно-кислого аммония, 2 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, через 5 мин прибавляют 5 см³ раствора 2,2'-дипиридила, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа. Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на спектрофотометре при длине волны 522 нм или на фотоэлектроколориметре при длине волны 500—540 нм».

(Продолжение см. с. 134)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25742.8—85)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1*а* (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025-86».

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «В круглодонную колбу помещают 500 $см^3$ анализируемого метанола, добавляют 10 $см^3$ пероксида водорода, 5 $см^3$ раствора водного аммиака, присоединяют колбу к обратному холодильнику и нагревают на водяной бане 15 мин. Содержимое колбы охлаждают и фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», ополоснув колбу дистиллированной водой»;

второй абзац. Заменить слова: «Гидроокись железа» на «Гидроксид железа»; «концентрации» на «молярной концентрации»;

третий абзац. Заменить слова: «точно отмеренный объем 20—50 $см^3$» на «пипеткой 20 или 50 $см^3$»; «концентрации» на «молярной концентрации»;

последний абзац дополнить словами: «в миллиграммах».

Пункты 4.1—4.3. Формулы. Экспликации. Заменить слово: «денсиметра» на «ареометра».

Пункты 4.2, 4.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $2 \cdot 10^{-4}$ %».

Пункт 4.2 дополнить абзацами: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

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

Пункт 4.3 дополнить абзацами: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±18 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

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

(ИУС № 6 1992 г.)

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 19.05.85 Подп. в печ. 14.06.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,30 уч.-изд. л.
Тир. 12 000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

...дательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 645