ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ДИМЕТИЛГЛИОКСИМ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 5828—77

(СТ СЭВ 1752—79)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.441'211 : 006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

ДИМЕТИЛГЛИОКСИМ

Технические условия

Reagents. Dimethylglioxime. Specifications

ГОСТ 5828—77*

[СТ СЭВ 1752—79]

Взамен ГОСТ 5828—67

ОКП 26 3811 0470 07

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июня 1977 г. № 1499 срок введения установлен с 01.07. 1978 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен до 01.01. 1989 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — диметилглиоксим (диоксим бутандиона-2,3), представляющий собой кристаллический порошок от белого цвета до белого с желтоватым оттенком, почти нерастворимый в холодной воде, малорастворимый в горячей воде, легкорастворимый в этиловом спирте и эфире.

Формулы: эмпирическая $C_4H_8N_2O_2$

структурная $CH_3—C=NOH$

$$\begin{array}{c} CH_3—C=NOH \\ | \\ CH_3—C=NOH \end{array}$$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 116,12.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1752—79.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Диметилглиоксим должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям диметилглиоксим должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (март 1981 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1980 г. (ИУС 9—1980 г.).

© Издательство стандартов, 1981

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3811 0472 05	Чистый (ч.) ОКП 26 3811 0471 06
1. Массовая доля диметилглиоксима ($C_4H_8N_2O_2$), %, не менее	98,5	97,0
2. Температура плавления, °С (препарат должен плавиться в интервале 1°С)	239—242	237—242
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,025	0,080
4. Массовая доля нерастворимых в этиловом спирте веществ, %, не более	0,02	0,05
5. Испытание на чувствительность к Ni (по оптической плотности раствора, содержащего 0,01 мг Ni в 25 см³), не менее	0,08	Не нормируется

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 60 г.

3.2. Определение массовой доли диметилглиоксима

3.2.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор готовят по ГОСТ 4517—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Тигель стеклянный фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

Никель сернокислый 7-водный по ГОСТ 4465—74, раствор готовят следующим образом: 26,5 г 7-водного сернокислого никеля ($NiSO_4 \cdot 7H_2O$) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью

1000 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А).

25 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 500 см³, прибавляют 200 см³ воды, 5 см³ раствора аммиака, 2 см³ уксусной кислоты и перемешивают (раствор В). Если раствор мутный, его фильтруют через плотный беззольный фильтр.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 0,2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 20 см³ этилового спирта при слабом нагревании на водяной бане. Затем к раствору при помешивании осторожно прибавляют весь раствор В, нагретый до кипения, и оставляют в покое. Через 2 ч раствор фильтруют через фильтрующий стеклянный тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Осадок на фильтре промывают 30—40 см³ воды, содержащими две капли раствора аммиака, и сушат в сушильном шкафу при 120°С до постоянной массы.

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю диметилглиоксима (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0{,}80384 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса высушенного осадка диметилглиоксимата никеля, г;

0,80384 — коэффициент пересчета массы диметилглиоксимата никеля на массу диметилглиоксима;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3%.

3.3. Определение температуры плавления проводят по ГОСТ 18995.4—73. При этом капилляр с препаратом вносят в прибор, нагретый до 220°С. Скорость нагревания в пределах последних 10—15°С—3°С/мин.

3.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов проводят по СТ СЭВ 434—77 из навески 4 г препарата, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г в фарфоровом тигле.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Определение массовой доли нерастворимых в этиловом спирте веществ

3.5.1. *Реактивы и посуда*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Тигель стеклянный фильтрующий по ГОСТ 9775—69, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

3.5.2. *Проведение анализа*

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в стакан вместимостью 500 см³, прибавляют 250 см³ этилового спирта и растворяют при нагревании на водяной бане. Раствор должен быть прозрачным.

Затем раствор фильтруют через фильтрующий стеклянный тигель, промытый 50 см³ спирта, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, промывают остаток на фильтре 50 см³ этилового спирта и сушат в сушильном шкафу при 105°С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю нерастворимых в этиловом спирте веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески препарата, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно вычисляемой величины.

Допускается заканчивать определение методом сравнения массы остатка.

При этом препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1,0 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли нерастворимых в этиловом спирте веществ обработку результатов проводят по формуле.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.6. Определение чувствительности к никелю

3.6.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Спектрофотометр типа СФ-4А.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор, готовят по ГОСТ 4517—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Иод по ГОСТ 4159—79, 1%-ный раствор в этиловом спирте.

Раствор, содержащий Ni; готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг Ni в 1 см³. Разбавленный раствор должен быть свежеприготовленным.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3.6.2. *Проведение анализа*

0,25 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стаканчик вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ этилового спирта при нагревании на горячей водяной бане.

По охлаждении раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят объем раствора до метки этиловым спиртом и перемешивают.

В три мерные колбы вместимостью по 25 см³ вносят 1, 2, 3 см³ раствора никеля, содержащих соответственно 0,01; 0,02 и 0,03 мг Ni, прибавляют по 15 см³ воды, перемешивают, прибавляют по каплям раствор йода до неисчезающей желтой окраски (около 0,5 см³). Затем при тщательном перемешивании прибавляют раствор аммиака до исчезновения желтой окраски и еще по 1,25 см³ его избытка, по 1,25 см³ раствора анализируемого препарата, перемешивают, доводят объемы растворов водой до метки и снова перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность приготовленных растворов по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 470 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание никеля, а на оси ординат — значения оптических плотностей.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если оптическая плотность раствора, содержащего 0,01 мг Ni в 25 см³ будет не менее 0,08, а градуировочный график будет иметь вид прямой линии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4, 2—5, 2—6, 2—7, 2—9.

Группа фасовки: I, II, III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие качества диметилглиоксима требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — шесть месяцев со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Диметилглиоксим в виде пыли может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респираторы, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией; анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Редактор *Н. А. Аргунова*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *В. А. Рякайте*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 02.06.81 Подп. в печ. 01.09.81 0,5 п. л. 0,38 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д 557, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 2677