

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АЛЬДЕГИД УКСУСНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9585—77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.727.2 : 006.354 Группа Л21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 9585—77*

АЛЬДЕГИД УКСУСНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical acetaldehyde. Specifications

Взамен
ГОСТ 5.2152—74
и ГОСТ 9585—61

ОКП 24 1732

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 февраля 1977 г. № 513 срок введения установлен
с 01.01.78

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 09.09.85 № 2876 срок действия продлен
до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический уксусный альдегид (технический ацетальдегид), получаемый методом жидкофазной и парофазной гидратации ацетилена и методом окисления этилена на катализаторе, содержащем хлориды металлов, и предназначенный для производства уксусного ангидрида, уксусной кислоты, бутиловых спиртов, бутадиена, альдегидных синтетических смол и других продуктов.

Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня для высшего сорта предусмотрены для высшей категории качества, а для первого сорта — первой категории качества.

Формула CH_3CHO.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 44,05.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Уксусный альдегид должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям уксусный альдегид должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (октябрь 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1982 г., сентябре 1985 г. (ИУС 1—83, 12—85).

© Издательство стандартов, 1987

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Высшего сорта ОКП 24 1732 0120	1-го сорта ОКП 24 1732 0130
1. Цветность, единицы платиново-кобальтовой шкалы, не более	15	30
2. Массовая доля уксусной кислоты, %, не более	0,04	0,1
3. Массовая доля уксусного альдегида, %, не менее	99,7	99,6
4. Массовая доля кротонового альдегида, %, не более	0,07	0,1
5. Массовая доля воды, %, не более	0,15	0,2
6. Массовая доля хлора, %, не более:		
а) в уксусном альдегиде, получаемом из ацетилена	0,0003	
б) в уксусном альдегиде, получаемом из этилена	0,003	0,006
7. Концентрация ртути, мг/дм³, не более	Отсутствие	0,5
8. Содержание ацетилена	Отсутствие	

Примечания:

1. В уксусном альдегиде, получаемом методом окисления этилена, содержание ртути и ацетилена не определяют.

2. В уксусном альдегиде, получаемом методом гидратации ацетилена на катализаторе, не содержащем ртути, ртуть не определяют.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Уксусный альдегид — бесцветная, летучая жидкость с резким запахом, смешивается в любых соотношениях с водой и спиртом, легко растворим в эфире, бензоле, хлороформе.

2а.2. Уксусный альдегид — легковоспламеняющееся вещество, легко окисляется кислородом воздуха.

Температура вспышки в закрытом тигле — минус 40°С, в открытом тигле — минус 45°С, самовоспламенения — 176°С.

Температурные пределы воспламенения: нижний — минус 33°С, верхний — минус 21°С.

Пределы взрываемости паров в смеси с воздухом в объемных долях: нижний — 4,0%, верхний — 55,0%.

Тушить следует распыленной водой, азотом, пеной.

2а.3. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров уксусного альдегида в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м³.

Пары уксусного альдегида действуют наркотически на нервную систему; при концентрации 0,2—0,4 мг/дм³ вызывают раздражение носоглотки и глаз, при более высоких концентрациях — удушье,

резкий кашель, головную боль, бронхит, воспаление легких. Попадая на кожу, вызывает ожоги.

2а.4. При работе с уксусным альдегидом применяют противогазы марок М и БКФ и средства индивидуальной защиты.

2а.5. Все работы с уксусным альдегидом необходимо проводить в помещениях, оборудованных общеобменной механической вентиляцией, а рабочие места должны быть оборудованы местными отсасывающими устройствами.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Уксусный альдегид принимают партиями. Партией считают каждую цистерну. Для проверки качества продукта отбирают 1 $дм^3$.

2.2. Каждая поставляемая партия уксусного альдегида должна сопровождаться документом, удостоверяющим его качество.

Документ должен содержать:

а) наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;

б) наименование продукта и сорт;

в) дату изготовления продукта;

г) номер партии;

д) массу брутто и нетто;

е) обозначение настоящего стандарта;

ж) требования к продукту в зависимости от метода получения и результаты проведенных анализов.

2.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ вновь отобранной пробы. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Пробу для анализа отбирают специальным пробоотборником, установленным на цистерне, трубка которого должна быть опущена до середины. Перед отбором пробы пробоотборник должен быть промыт уксусным альдегидом в количестве не менее 1 $дм^3$.

3.1.2. Пробу отбирают в толстостенную чистую сухую склянку с полиэтиленовой пробкой или в сосуд из нержавеющей стали с завинчивающейся пробкой вместимостью 1 $дм^3$. Перед отбором пробы их продувают азотом, затем заполняют доверху, чтобы не оставалось газового пространства.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.3. На посуду с пробой наклеивают этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы.

3.1.4. Пробу для проведения анализа хранят при температуре от 0 до 10°С.

3.2. В связи с быстрым окислением уксусного альдегида массовую долю уксусной кислоты необходимо определять сразу после отбора пробы.

3.3. Определение цветности

Цветность определяют по ГОСТ 14871—76 по платиново-кобальтовой шкале методом цветовой шкалы или фотометрическим методом со следующими дополнениями. При определении цветности фотометрическим методом измерение оптической плотности проводят на фотоэлектроколориметре типа ФЭК-56 или другого типа.

3.3.1. *Построение градуировочного графика*

Оптическую плотность приготовленных растворов сравнения измеряют по отношению к дистиллированной воде в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм при длине волны 364 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс показатели цветности в единицах шкалы, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Оптическая плотность для растворов сравнения платиново-кобальтовой шкалы, измеренная на фотоэлектроколориметре ФЭК-56, приведена в табл. 2.

3.3.2. *Проведение анализа*

Уксусный альдегид наливают в кювету с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм и измеряют оптическую плотность по отношению к дистиллированной воде при длине волны 364 нм.

Таблица 2

Цветность по платиново-кобальтовой шкале	Оптическая плотность	Цветность по платиново-кобальтовой шкале	Оптическая плотность
5	0,05	40	0,40
10	0,10	50	0,50
15	0,15	60	0,60
20	0,20	70	0,70
25	0,25	80	0,80
30	0,30		

За результат принимают среднее арифметическое двух измерений. По полученному значению оптической плотности, пользуясь гра-

дуировочным графиком, определяют цветность уксусного альдегида в единицах платиново-кобальтовой шкалы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать двух единиц по платиново-кобальтовой шкале.

3.4. Определение массовой доли уксусной кислоты

3.4.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч., раствор концентрации с (KOH) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., раствор концентрации с (NaOH) = = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.).

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежепрокипяченная.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³, с пришлифованными пробками.

Пипетка 2—1—25 по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. *Проведение анализа*

В коническую колбу помещают 100 см³ дистиллированной воды и охлаждают ее от 1 до 2°С в охлаждающей смеси, приготовленной из льда и хлористого натрия, затем пипеткой вносят 25 см³ охлажденного уксусного альдегида, добавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором щелочи до розовой окраски, устойчивой в течение 5 с. Параллельно проводят контрольное титрование 100 см³ дистиллированной воды с фенолфталеином.

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю уксусной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003 \cdot 100}{25 \cdot 0{,}805},$$

где V — объем раствора щелочи концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора щелочи концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на контрольное титрование, см³;

0,003 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора щелочи концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), г;

25 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0°С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,005%.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение массовой доли уксусного альдегида

Массовую долю уксусного альдегида (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=100-X-X_2-X_3,$$

где X — массовая доля уксусной кислоты, определенная по п. 3.4, %;

X_2 — массовая доля кротонового альдегида, определенная по п. 3.6, %;

X_3 — массовая доля воды, определенная по п. 3.7, %.

3.6. Определение массовой доли кротонового альдегида

3.6.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч. или ч. д. а., 5%-ный раствор.

Натрий серноватистокислый, раствор концентрации с ($Na_2S_2O_3\cdot5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий бромноватокислый (калий-бромид-бромат), раствор концентрации с (1/6 $KBrO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

3.6.2. *Проведение анализа*

В коническую колбу вместимостью 150—200 см³ с притертой пробкой помещают 50 см³ дистиллированной воды, охлажденной в бане со льдом до температуры от 1 до 2°С, вносят охлажденной пипеткой 3 см³ охлажденного уксусного альдегида, добавляют 2 см³ соляной кислоты и, закрыв колбу пробкой, помещают ее в баню со льдом. По истечении 10 мин в колбу из бюретки добавляют 5 см³ раствора бромноватокислого калия и, закрыв колбу, снова помещают ее в ту же баню на 3 мин. Затем в колбу добавляют 2,5 см³ раствора йодистого калия, колбу закрывают и ставят на 5 мин в темное место, после этого выделившийся йод титру-

ют раствором серноватистокислого натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания раствора.

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кротонового альдегида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0035 \cdot 100}{3 \cdot 0{,}805},$$

где V — объем раствора бромноватокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование выделившегося йода, см³;

0,0035 — масса кротонового альдегида, соответствующая 1 см³ раствора бромноватокислого калия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

3 — объем уксусного альдегида, взятый для определения, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0°С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должны превышать 10% относительно меньшей величины.

3.6.1—3.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.7. Определение массовой доли воды

Массовую долю воды в уксусном альдегиде определяют по ГОСТ 14870—77 с дополнениями и уточнениями, указанными ниже.

3.7.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Реактив Фишера с титром 1 мг/см³ с метанолом по обязательному приложению ГОСТ 14870—77.

Пиридин с массовой долей воды не более 0,05%, готовят по обязательному приложению ГОСТ 14870—77 с предварительным высушиванием гидроокисью калия.

Двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162—77.

Колбы по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50 см³, с пришлифованной пробкой.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 или аналитические весы другого типа с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с ценой деления не более 0,0001 г, не ниже 2-го класса точности.

3.7.2. *Проведение анализа*

В сухую колбу помещают 10 см³ пиридина, закрывают пробкой и взвешивают. Охлажденной пипеткой вносят 1—2 см³ охлаж-

денного уксусного альдегида. Колбу быстро закрывают пробкой и через 3—5 мин снова взвешивают с той же погрешностью. По разности результатов взвешивания определяют массу уксусного альдегида, взятую для анализа. Колбу помещают на 5 мин в охлаждающую баню с твердой двуокисью углерода. Затем, не вынимая ее полностью из бани, закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями, в одно отверстие вставляют бюретку, в другое — хлоркальциевую трубку, наполненную осушителем. Пробы быстро титруют реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски, которая удерживается при указанных условиях в течение 10 с. Параллельно проводят контрольное титрование 10 см³ пиридина без охлаждения.

Допускается охлаждать реакционную смесь льдом. При возникновении разногласий в оценке качества необходимо охлаждать твердой двуокисью углерода.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.7.3. При определении массовой доли воды электрометрическим методом титрование проводят при охлаждении.

3.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю воды (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование анализируемого уксусного альдегида, см³;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на контрольное титрование, см³;

T — титр реактива Фишера, г/см³;

m — масса уксусного альдегида, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между средним и крайними значениями не должны превышать 10% относительно вычисляемой величины при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.7.1—3.7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли хлора

3.8.1. Определение массовой доли хлора в уксусном альдегиде, получаемом из ацетилена.

3.8.1.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56м или другого типа.

Колбы 2—50—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³.

Пипетка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 или 20 см³.

Горелка спиртовая.

Ложечка медная вместимостью 2 см³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 н. раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Раствор А, содержащий 0,002 мг хлора в 1 см³, готовят следующим образом: 0,0165 г хлористого натрия, прокаленного при 500°С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде. 10 см³ полученного раствора разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 50 см³.

Окись меди по ГОСТ 16539—79.

Весы равноплечие ВЛР-200 или аналитические весы другого типа с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с ценой деления не более 0,0001 г, не ниже 2-го класса точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8.1.2*а*. *Построение градуировочного графика для фототурбидиметрического метода*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 1; 3; 5; 8; 10; 15 и 20 см³ раствора А, разбавляют водой до 30 см³, прибавляют по 1 см³ азотной кислоты, 2 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивают раствор после добавления каждого реактива, доводят объемы водой до метки и снова перемешивают. Растворы выдерживают 20 мин в темном месте. Одновременно так же готовят контрольный раствор, не содержащий хлора.

Измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору при длине волны 480—490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу хлора, содержащуюся в растворе сравнения, в миллиграммах, по оси ординат — соответствующую ей оптическую плотность.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.8.1.2. *Проведение анализа*

Медную ложечку заполняют на $^1/_3$ окисью меди и прокаливают в верхней части пламени горелки до прекращения окрашивания пламени. Затем 2—3 капли уксусного альдегида наносят на охлажденную до комнатной температуры окись меди и ложечку осторожно вносят в пламя горелки.

При отсутствии хлора в продукте не должно появляться зеленого окрашивания пламени.

При появлении зеленого окрашивания пламени, а также при возникновении разногласий в оценке качества продукта по этому показателю, массовую долю хлора определяют фототурбидиметрическим методом следующим образом.

В мерную колбу вместимостью 50 см³, содержащую 10 см³ воды, охлажденной до температуры не выше 15°С, пипеткой вносят

10—20 см³ уксусного альдегида с температурой 0—10°С и перемешивают. Затем в колбу добавляют 1 см³ азотной кислоты и 2 см³ раствора азотнокислого серебра, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают. Раствор выдерживают 20 мин в темном месте. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий уксусного альдегида.

Оптическую плотность анализируемого раствора определяют как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, построенным по п. 3.8.1.2а, находят массу хлора в анализируемом продукте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{V \cdot \rho \cdot 1000},$$

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

V — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

ρ — плотность уксусного альдегида при 0°С, равная 0,805 г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 20% относительно меньшей величины при доверительной вероятности $P=0,95$. Округление результатов — по СТ СЭВ 543—77 до четвертого десятичного знака.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.8.2. Определение массовой доли хлора в уксусном альдегиде, получаемом из этилена.

3.8.2.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Резервуар-горелка *(а)* из термостойкого стекла с водяной рубашкой и двумя пришлифованными колпачками.

Стекло кварцевое ламповое *(б)* с соплом диаметром 4,7—5 мм, низ стекла сделан в виде воронки, предохраняющей пламя от случайного колебания воздуха во время сожжения.

Сосуд поглотительный *(в)*, в абсорбер которого впаян стеклянный фильтр *2*.

Туманоуловитель *(г)*, в качестве которого используют воронку для фильтрования со стеклянным пористым фильтром *2* диаметром 40 мм.

Пипетка 2—1—20 по ГОСТ 20292—74.

Вакуум-насос для просасывания воздуха.

Зажим винтовой, с помощью которого регулируют давление грушей в резервуаре-горелке.

Потенциометр типа ЛП—58, ЛПМ—60 М, рН-340 или другого типа.

Расходомер для газов любого типа с пределами измерения 0,04—0,25 м³/ч.

Электроды серебряный или серебряная проволока диаметром 0,8 мм и каломельный или хлорсеребряный типа ЭВЛ—1М3, заполненные насыщенным раствором азотнокислого калия.

Мешалка магнитная.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

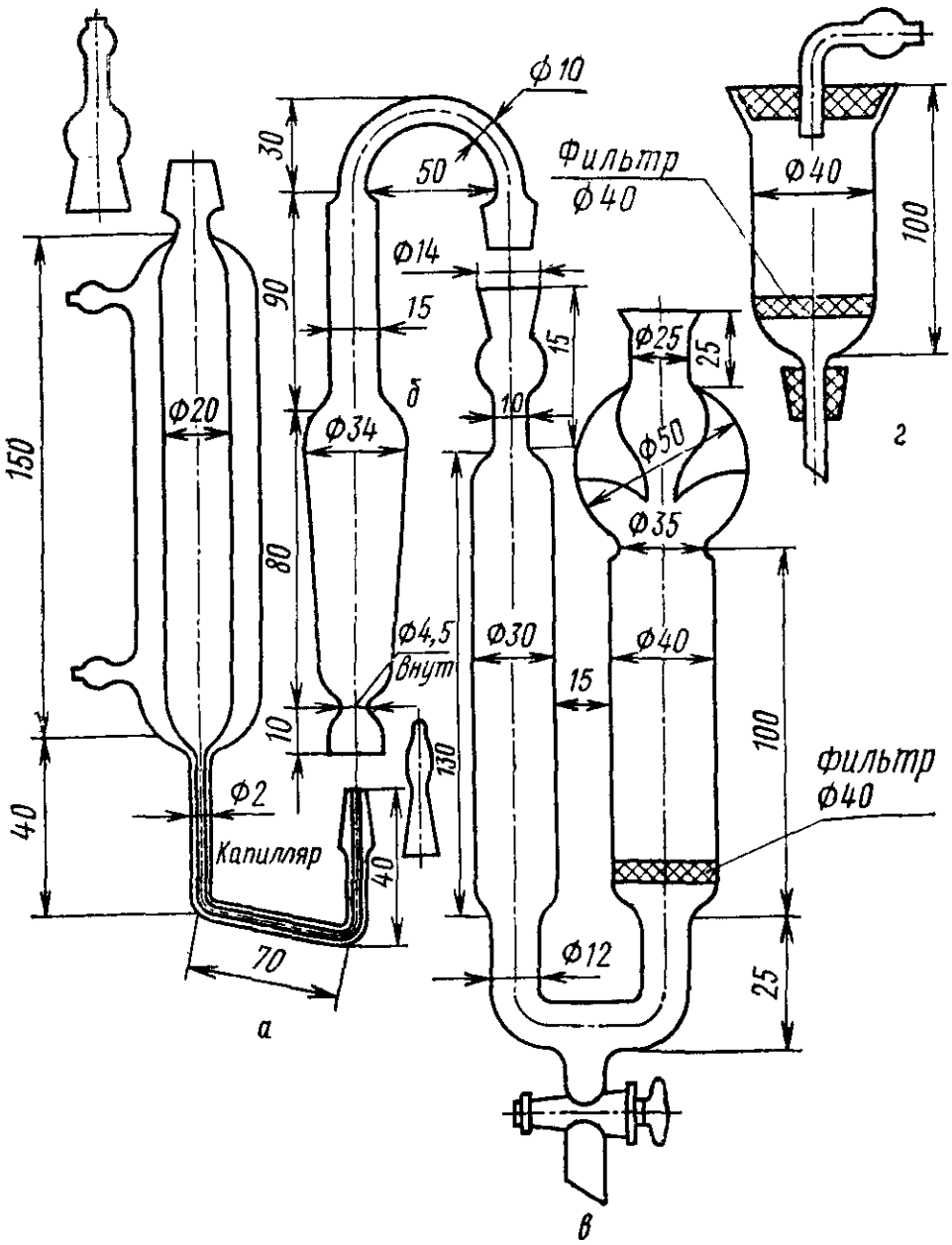
Стакан для титрования вместимостью 100 см³.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455—80.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, х. ч., раствор концентрации с ($^1/_2$ Na_2CO_3)=0,05 моль/дм³ (0,05 н.).



а—резервуар-горелка; *б*—ламповое стекло; *в*—поглотительный сосуд; *г*—туманоуловитель.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, х. ч., 3—5%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч., раствор концентрации с (NaCl) =0,025 моль/дм³ (0,025 н.), готовят растворением 0,1461 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы при 105°С, в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³.

Серебро азотнокислое, раствор концентрации с ($AgNO_3$) = =0,025 моль/дм³ (0,025 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 35%-ный раствор.

Бромфеноловый синий (индикатор), 0,1%-ный водный раствор. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8.2.2. *Подготовка к анализу*

На штативе укрепляют:

резервуар-горелку, верхний колпачок горелки соединяют с резиновой грушей, с помощью которой регулируют давление для подачи уксусного альдегида в капилляр горелки;

поглотительный сосуд на таком уровне, чтобы удобно было слить раствор в сосуд для титрования;

туманоуловитель, который соединяют с абсорбером резиновой пробкой.

К поглотительному сосуду присоединяют ламповое стекло с помощью шлифа.

В капилляр горелки вставляют фитиль из волокон асбеста так, чтобы диоксан не вытекал свободно из горелки и высота пламени была около 20 мм. Затем горелку устанавливают так, чтобы верхняя часть фитиля находилась примерно на 4—5 мм ниже воронки лампового стекла и пламя проходило бы точно по центру сопла.

Прибор присоединяют к вакуум-насосу через туманоуловитель с помощью тройника. Свободный конец тройника соединяют с П-образной стеклянной трубкой, на которую надеты две резиновые пробки по диаметру обоих колен поглотительного сосуда. Резиновые трубки, отходящие от тройника, закрывают винтовыми зажимами.

3.8.2.3. *Проведение анализа*

В абсорбер, тщательно вымытый дистиллированной водой, наливают 10 см³ поглотительного раствора, в качестве которого применяют раствор углекислого натрия с добавлением 1 см³ раствора перекиси водорода. К абсорберу присоединяют туманоуловитель.

В туманоуловитель наливают 3—4 см³ дистиллированной воды и закрывают его резиновой пробкой со стеклянной изогнутой трубкой, присоединенной к вакуум-насосу через тройник.

Капилляр горелки заполняют диоксаном для того, чтобы отрегулировать пламя в начале сожжения. Отверстие капилляра с фитилем из асбестового шнура плотно закрывают пришлифованным

колпачком. Затем через воронку вводят в резервуар-горелку охлажденной пипеткой 20 см³ охлажденного уксусного альдегида. Воронку споласкивают диоксаном во избежание потерь уксусного альдегида.

Включают охлаждающую воду. Верхнее отверстие резервуара-горелки закрывают пришлифованным колпачком с отводом для подачи давления. Включают вакуум-насос. Винтовым зажимом устанавливают равномерное просасывание воздуха через абсорбер со скоростью приблизительно 4 дм³/мин (скорость воздуха измеряют расходомером).

Зажигают горелку. К диоксановому пламени подводят ламповое стекло, вращая его на шлифе так, чтобы пламя проходило точно по центру сопла, при этом диоксановое пламя принимает конусообразную форму и ярко-голубой цвет. Продолжительность горения уксусного альдегида около 1,5 ч.

По окончании горения отводят ламповое стекло, закрывают капилляр колпачком, прекращают подачу воды в рубашку резервуара. Верхний колпачок снимают с резервуара-горелки и промывают последний 2—3 см³ диоксана, затем снова подводят ламповое стекло, закрывают резервуар колпачком и дожигают диоксан. По окончании сожжения, не отключая вакуум-насоса, снимают ламповое стекло и пробку с туманоуловителя. Затем небольшими порциями воды промывают туманоуловитель с пробкой.

Вакуум-насос переключают на П-образную трубку, подсоединяют ее к узкой части поглотительного сосуда и отсасывают в узкую часть всю жидкость из абсорбера. Затем П-образную трубку отсоединяют, а жидкость сливают через кран поглотительного сосуда в стакан для титрования. После вторичного промывания туманоуловителя его отсоединяют от абсорбера и трижды промывают сам абсорбер, каждый раз сливая жидкость в тот же стакан. Общий объем жидкости должен быть примерно 50 см³.

К раствору в стакане для титрования добавляют 1—2 капли бромфенолового синего и по каплям азотную кислоту до кислой реакции (изменение окраски раствора из сине-фиолетовой в желтую). Затем опускают в раствор электроды и при перемешивании магнитной мешалкой титруют раствором азотнокислого серебра.

3.8.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора в уксусном альдегиде (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot 0{,}886}{V_1 \cdot 0{,}805 \cdot 10},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,886 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм³, г;

V_1 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность ацетальдегида при 0°С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должны превышать 15% относительно меньшей величины. Чувствительность метода 0,0003%.

3.8.2.3; 3.8.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9. Определение концентрации ртути

3.9.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Йод, раствор концентрации с $(^1/_2J_2)$=0,1 моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83.

Раствор А, готовят следующим образом: 100 см³ раствора йода разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³.

Медь хлорная по ГОСТ 4167—74, 7%-ный раствор или

медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 10%-ный раствор.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 429—76, насыщенный раствор (на 1 см³ этого раствора при титровании расходуют приблизительно 25 см³ раствора йода).

Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156—76, 8%-ный раствор.

Раствор Б, готовят непосредственно перед выполнением анализа следующим способом: в мерный цилиндр к одному объему раствора хлорной меди или сернокислой меди прибавляют постепенно при помешивании два объема раствора сернистокислого натрия, а затем приливают 1,5 объема раствора двууглекислого натрия.

Ртуть йодная, раствор, содержащий 0,1 мг ртути в 1 см³, готовят следующим образом: 0,1133 г йодной ртути растворяют в мерной колбе вместимостью 0,5 дм³ в растворе А.

Раствор В, готовят разбавлением раствора, содержащего 0,1 мг ртути в 1 см³, раствором А в 100 раз.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 5 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.9.2. *Проведение анализа*

В фарфоровую чашку помещают 50 см³ уксусного альдегида, охлажденного до 0°С, добавляют 10 см³ раствора йода; после перемешивания стеклянной палочкой чашку с содержимым постепенно нагревают на водяной бане до полного исчезновения запаха уксусного альдегида. После этого содержимое чашки растворяют в 10 см³ холодной воды и сливают в мерный цилиндр вместимостью 25 см³. Чашку ополаскивают 5—10 см³ воды, сливая ее в тот же цилиндр, и доводят объем раствора водой до 25 см³.

Если при ополаскивании на чашке остается темный ободок, то его следует растворить в нескольких миллилитрах этилового спирта, раствор слить в тот же цилиндр и после этого довести объем раствора водой до 25 см³.

Раствор в цилиндре перемешивают стеклянной палочкой и 1 см³ его переносят пипеткой в сухую чистую пробирку, прибавляют туда же пипеткой 0,8 см³ раствора Б, взбалтывают 1 мин, дают отстояться в течение 20 мин и сравнивают окраску полученного осадка со шкалой сравнения. Перед сравнением пробирки с растворами сравнения взбалтывают 1 мин и дают отстояться в течение 20 мин.

Шкалу сравнения готовят через каждые 6—8 ч работы следующим образом: в сухие чистые пробирки наливают пипеткой 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 см³ раствора В, доводят в каждой пробирке раствором А объем до 1 см³, а затем во все пробирки вносят пипеткой по 0,8 см³ раствора Б и перемешивают.

Для контрольной пробы в одну из пробирок наливают только 1 см³ раствора А и 0,8 см³ раствора Б.

Приготовленная шкала сравнения содержит: 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0006; 0,0008 и 0,0010 мг/см³ ртути.

В контрольной пробе осадок должен быть белого цвета.

3.9.3. *Обработка результатов*

Концентрацию ртути в уксусном альдегиде (X_5) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot 25 \cdot 1000}{50},$$

где C — концентрация ртути по показаниям шкалы сравнения, мг/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,05 мг/дм³. Концентрацию ртути менее 0,05 мг/дм³ считают отсутствием.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.10. Определение содержания ацетилена

3.10.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

Медь азотнокислая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Аммиак по ГОСТ 3760—79, водный раствор плотностью 0,91 г/см³.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 5 см³.

Раствор 1, готовят следующим образом: 60 г солянокислого гидроксиламина растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

Раствор 2, готовят следующим образом: в мерной колбе вместимостью 1 дм³ растворяют 20 г азотнокислой меди в 300 см³ воды, добавляют 100 см³ раствора аммиака и доливают водой до метки.

3.10.2. *Проведение анализа*

В чистую пробирку вносят пипеткой по 5 см³ раствора 1 и 2, тщательно перемешивают и охлаждают 2—3 мин в ледяной воде. После этого осторожно по внутренней стенке (не перемешивая) приливают 1 см³ анализируемого уксусного альдегида.

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если в течение 6 мин на границе раздела раствора и уксусного альдегида не появляется розовое или красное кольцо.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Уксусный альдегид транспортируют в специальных железнодорожных или автомобильных цистернах грузоотправителя. Цистерны должны быть изготовлены из стали марок 03Х13АГ19 (чс-36) или 07Х13АГ20 (чс-46) и рассчитаны на давление не менее $2{,}94 \cdot 10^5$ Па (3 кгс/см²). Модель цистерны 15—1568. Степень заполнения цистерн — 90%.

Допускается для транспортирования уксусного альдегида использовать находящиеся в эксплуатации цистерны из стали марок 12Х18Н10Т и 12Х18Н9Т.

Цистерны должны иметь предохранительный клапан и теплоизоляцию или тент. Допускается по согласованию с потребителем транспортировать уксусный альдегид 1-го сорта в цистернах из углеродистой стали.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. После заполнения продуктом цистерну поддувают азотом до избыточного давления в пределах $5{,}88 \cdot 10^4$—$2{,}94 \cdot 10^5$ Па (0,6—3 кгс/см²), затем пломбируют.

4.3. На цистернах несмываемой краской наносят обозначения: «Огнеопасно», «Ацетальдегид» и трафарет приписки.

Уксусный альдегид по классификации опасных грузов в соответствии с ГОСТ 19433—81 относится к классу 3, подклассу 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Уксусный альдегид из железнодорожных и автодорожных цистерн сливают под давлением азота.

4.5. Уксусный альдегид хранят в резервуарах, изготовленных из стали марок 03Х13АГ19 (чс-36) или 07Х13АГ120 (чс-46) под азотной подушкой при давлении не более $2{,}94 \cdot 10^5$ Па (3 кгс/см²) и температуре не выше 40°С. Емкости для хранения должны быть снабжены предохранительным клапаном, выдерживать давление пара уксусного альдегида при 50°С и размещаться вне здания.

Допускается использовать для хранения уксусного альдегида,

находящиеся в эксплуатации резервуары, изготовленные из стали марок 12Х18Н10Т и 12Х18Н9Т.

Допускается хранить уксусный альдегид 1-го сорта в резервуарах из углеродистой стали.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6. Потребитель должен возвращать цистерны запломбированными, под избыточным давлением азота $5{,}88 \cdot 10^4$—$2{,}94 \cdot 10^5$ Па (0,6—3,0 кгс/см^2); объемная доля кислорода в котором должна быть не более 1%.

4.7. Объемная доля кислорода в азоте, применяемом для создания азотной подушки при хранении уксусного альдегида в хранилищах, цистернах, посуде для проб, должна быть не более 1%.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества уксусного альдегида требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

5.2. Гарантийный срок хранения продукта со дня изготовления 3 мес — для высшего сорта, 1 мес — для 1-го сорта.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

Группа Л21

Изменение № 3 ГОСТ 9585—77 Альдегид уксусный технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.01.88 № 35

Дата введения 01.06.88

Пункт 1.2. Таблицу 1 дополнить примечанием — 3: «3. В пределах гарантийного срока хранения для уксусного альдегида при транспортировании в

(Продолжение см. с. 226)

цистернах из углеродистой стали допускается изменение цветности в продукте высшего сорта не более чем до 50 единиц платиново-кобальтовой шкалы, для 1-го сорта — не более 100».

Пункт 2.1 дополнить абзацем: «При транспортировании уксусного альдегида по трубопроводу партией считают количество продукта, переданное за сутки. Порядок приемки, анализа партии, оформления и выдачи документа о качестве, а также его реквизиты устанавливают по согласованию между изготовителем и потребителем».

(Продолжение см. с. 227)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9585—77)

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.4: «2.4. Допускается совмещать предъявительские и приемо-сдаточные испытания».

Пункт 3.3.2. Таблица 2. Графу «Цветность по платиново-кобальтовой шкале» дополнить значениями: 90, 100; графу «Оптическая плотность» дополнить значениями: 0,90, 1,00.

Пункт 3.8.1.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83».

(Продолжение см. с. 228)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9585—77)

Пункт 4.1 после слова «тент» изложить в новой редакции: «Допускается по согласованию с потребителем транспортировать уксусный альдегид в цистернах из углеродистой стали»;

дополнить абзацем: «Уксусный альдегид транспортируют также по трубопроводу».

Пункт 4.5. Третий абзац. Исключить слова: «1-го сорта».

(ИУС № 4 1988 г.)

Изменение № 4 ГОСТ 9585—77 Альдегид уксусный технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3769

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Показатели 6а, 7 и соответствующие нормы исключить;

дополнить показателем — 9:

Наименование показателя	Норма	
	Высшего сорта ОКП 24 1732 0120	1-го сорта ОКП 24 1732 0130
9. Массовая доля органических примесей, %, не более:		
этилена	Не нормируется	Не нормируется
пропилена	»	»
хлористого метила	»	»
хлористого этила	»	»
уксусного альдегида	»	»
кротонового альдегида	»	»
паральдегида	»	»

примечание 1. Исключить слова: «ртути и»;

примечание 2 исключить;

дополнить примечаниями — 4—7: «4. В уксусном альдегиде, получаемом методом окисления этилена и методом гидратации ацетилена с применением ртутного катализатора и предназначенном для производства уксусного ангидрида и уксусной кислоты, по согласованию с потребителем допускается значение цветности на месте производства не более 100 единиц платиново-кобальтовой шкалы.

5. В уксусном альдегиде 1-го сорта, получаемом методом окисления этилена и предназначенном для производства уксусного ангидрида и уксусной кислоты, норма для массовой доли кротонового альдегида должна быть не более 0,07.

6. Массовую долю органических примесей не нормируют до 01.01.93. Определение обязательно.

7. В уксусном альдегиде, получаемом методом окисления этилена, определяют все примеси, в уксусном альдегиде, получаемом методом гидратации ацетилена,— паральдегид».

Пункт 2а.1 дополнить абзацем: «Кумулятивными свойствами не обладает».

Пункт 2а.2 дополнить абзацем: «Меры первой помощи: свежий воздух, тепло, покой. При попадании на кожу, слизистые оболочки — обильное промывание водой, при попадании в желудочно-кишечный тракт — зондовое промывание».

Раздел 2а дополнить пунктами — 2а.6—2а.12: «2а6. Средства пожаротушения: воздушно-механическая пена на основе пенообразователей ПО-1Д, ПО-ЗАИ, «САМПО» с оптимальной интенсивностью подачи пены 0,3 $дм^3 \cdot м^{-2} \cdot с^{-1}$, песок, вода, кошма и другие средства.

2а.7. Уксусный альдегид при высоких температурах, а также в воздушной среде и в сточных водах токсичных соединений не образует.

2а.8. Контроль довзрывоопасной концентрации осуществляют с помощью автоматического стационарного газоанализатора типа СТХ-6. Контроль воздуш-

(Продолжение см. с. 220)

ной среды производственных помещений за соблюдением ПДК осуществляют химическим или хроматографическим методом.

2а.9. Все работы с уксусным альдегидом проводят при соблюдении санитарных норм и правил по технике безопасности, принятых при работе с легковоспламеняющимися химическими веществами (ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.004—85), применяя индивидуальные средства защиты согласно типовым нормам, утвержденным Госкомтруда СССР и Президиумом ВЦСПС.

2а.10. В производственных помещениях должны быть предусмотрены следующие меры предосторожности: герметизация оборудования, аппаратов, процессов слива и налива; вентиляция; запрещение применения открытого огня (ГОСТ 12.4.026—76). Рабочие места должны быть оборудованы местными отсасывающими устройствами.

Электрооборудование и освещение должно быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

2а.11. При сливо-наливных операциях необходимо соблюдать правила защиты от статического электричества в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности (ГОСТ 12.1.018—86).

2а.12. Уксусный альдегид относится к группе IVа совместного хранения материалов и веществ по ГОСТ 12.1.004—85 (приложение 9)».

Пункт 2.1. Первый абзац. Исключить слова: «Для проверки качества продукта отбирают 1 дм³»; дополнить словами: «Допускается у изготовителя проводить отбор проб из резервуара-хранилища товарного продукта. При этом документ о качестве выдается на каждую цистерну, заполненную из этого резервуара-хранилища»;

второй абзац. Заменить слова: «количество продукта, переданное за сутки» на «любое количество продукта»; «а также его реквизиты» на «его реквизиты и размер партии».

Пункт 2.2. Перечисление *д*. Исключить слова: «брутто и».

Пункт 2.4 исключить.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.5: «2.5. Содержание ацетилена в уксусном альдегиде, получаемом методом гидратации ацетилена, определяют по требованию потребителя».

Пункт 3.1.1 после слов «на цистерне» дополнить словами: «и резервуаре-хранилище»; исключить слова: «в количестве не менее 1 дм³».

Пункт 3.1.2 изложить в новой редакции: «3.1.2. Перед отбором проб стеклянные бутылки или сосуды из нержавеющей стали с завинчивающейся пробкой или термосы продувают азотом, затем заполняют доверху, чтобы не оставалось газового пространства. Объем пробы должен быть не менее 0,5 дм³. Пробы хранят при температуре 0—5 °С».

Пункт 3 1.4 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2*а*: «3.2а. При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г, ВЛР-1 кг, ВЛКТ-500 г и ВЛЭ-1 кг.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.3. Заменить слова: «ФЭК-56 или другого типа» на КФК-2.

Пункт 3.3.1. Исключить обозначение: ФЭК-56.

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 3.6.1. Второй абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

третий абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,05 (2 раза);

четвертый абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»;

дополнить абзацами: «Колба по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³ с пришлифованной пробкой.

(Продолжение см. с. 221)

Пипетки исполнения 2 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2, 5 и 10 см³».

Пункт 3.6.2. Заменить значения: 50 см³ на 60 см³; «от 1 до 2 °С» на «от минус 1 до 0 °С»; 3 см³ на 10 см³;

дополнить абзацем: «Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.6.3 изложить в новой редакции:

«3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кротонового альдегида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}00175 \cdot 100}{10 \cdot 0{,}805},$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование выделившегося йода, см³;

0,00175 — массовая концентрация кротонового альдегида, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), г/см³;

10 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0 °С, г/см³.

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

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.6.4: «3.6.4. Допускается определять массовую долю кротонового альдегида хроматографическим методом по п. 3.11.

При возникновении разногласий определения проводят по пп. 3.6.1—3.6.3».

Пункт 3.7.1. Третий абзац дополнить словами: «и ГОСТ 8050—85. Допускается применять в качестве охлаждающей смеси лед»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка 1—2—25 или 3—2—25 по ГОСТ 20292—74»;

последний абзац исключить;

дополнить абзацем: «Пипетки 2—1—10, или 2—2—10, 2—1—5, или 2—2—5 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 3.7.2 изложить в новой редакции: «3.7.2. *Проведение анализа*

В сухую колбу помещают 10 см³ пиридина. Охлажденной пипеткой вносят 5,0 см³ охлажденного уксусного альдегида, закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями, в одно из которых вставлена хлоркальциевая трубка с осушителем, а второе закрыто герметично. Колбу помещают на 5 мин в баню с охлаждающей смесью с температурой от 0 до 2 °С. Затем, не вынимая колбу полностью из бани, вставляют носик бюретки в отверстие пробки и быстро титруют реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски, которая удерживается при указанных условиях в течение 10 с. Параллельно проводят контрольное титрование 10 см³ пиридина в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.7.4. Формулу изложить в новой редакции:

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{5 \cdot 0{,}805};$$

экспликация. Последний абзац исключить;

дополнить абзацами: «5 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0 °С, г/см³».

Пункты 3.8.1—3.8.1.3 исключить.

(Продолжение см. с. 222)

Пункт 3.8.2.1. Восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, х. ч., раствор с массовой долей 3—5 %»;

предпоследний абзац. Заменить слова: «35 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

последний абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 3.8.2.3 дополнить абзацем: «Параллельно проводят контрольное определение в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.8.2.4. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}886}{20 \cdot 0{,}805 \cdot 10},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм^3, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

20 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см^3;

0,886 — массовая концентрация хлора, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм^3, г/см^3».

Пункты 3.9, 3.9.1—3.9.3 исключить.

Пункт 3.10.1. Четвертый абзац. Исключить слова: «водный раствор плотностью 0,91 г/см^3».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.11—3.11.4:

«3.11. Определение массовой доли органических примесей

Массовую долю органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии. Обработка результатов — методом внутренней нормализации.

3.11.1. *Аппаратура, материалы, посуда, реактивы*

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором любого типа.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м для полиэтиленгликольадипината и 2 м для 1, 2, 3-трис- (бета-цианэтокси)пропана, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц типа МШ-1 или МШ-10.

Лупа измерительная по ГОСТ 6309—87 или ГОСТ 25706—83.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндр вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770—74.

Баня водяная.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Носитель твердый: сферохром-3 или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий разделение компонентов с частицами размером 0,16—0,25 мм.

Фаза неподвижная: полиэтиленгликольадипинат для хроматографии или 1, 2, 3-трис- (бета-цианэтокси)пропан.

Газ-носитель: гелий или азот по ГОСТ 9293—74, о. с. ч или высший сорт. Водород технический по ГОСТ 3022—80, марка А или Б.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов, очищенный, обеспечивающий получение стабильной нулевой линии при чувствительности ИМТ-0,5 не ниже $2 \cdot 10^{-10}$ А.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, высший сорт.

Ацетон по ГОСТ 2603—79 или ГОСТ 2768—84, высший и 1-й сорт.

3.11.2. *Подготовка к анализу*

3.11.2.1. *Приготовление сорбента*

Сорбент готовят из расчета 15 % 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтокси)пропана или 20 % полиэтиленгликольадипината от массы твердого носителя. Неподвижную (жидкую) фазу растворяют в хлороформе или ацетоне. Растворитель испаряют на воздухе или водяной бане до сыпучего состояния.

(Продолжение см. с. 223)

3.11.2.2. Колонку заполняют сорбентом при постукивании или с применением вибратора. Концы колонки после заполнения закрывают стекловатой.

Заполненную колонку закрепляют в термостате хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 20—25 ч при 100—120 °С.

3.11.3. *Проведение анализа*

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с инструкцией к прибору.

Анализ проводят при условиях:

температура термостата, °С:

80—85 (для колонки с полиэтиленгликольадипинатом),

65—70 (для колонки с 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтокси)пропаном);

температура испарителя	110—120 °С;
расход газа-носителя	(1,6 ± 0,2) дм³/ч;
объем пробы	1—2 мм³.

Подбирают чувствительность регистрирующего устройства (масштаб записи пиков) и объем пробы. При массовой доле примеси 0,02 % высота пика должна быть не менее 50 мм.

Ориентировочное время удерживания компонентов приведено в табл. 3.

Таблица 3

Компонент	В колонке с 1, 2, 3 трис-(бета-цианэтокси) пропаном, с	В колонке с полиэтиленгликольадипинатом, с
Этилен	19	29
Пропилен	25	37
Хлористый метил	36	54
Хлористый этил	55	83
Уксусный альдегид	112	180
Кротоновый альдегид	616	570
Паральдегид	770	690

Хроматограмма искусственной смеси приведена на черт. 1 и 2.

3.11.4. *Обработка результатов*

Площадь пика (S) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S = h \cdot b,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм.

Высоту пика измеряют с помощью линейки, ширину — с помощью микроскопа или лупы. Результаты измерения высоты пика записывают с точностью до 0,5 мм, ширины — с точностью до 0,1 мм.

Массовую долю примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot M_i \cdot 100}{\Sigma K_i \cdot S_i \cdot M_i + S_{ац} M_{ац}},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси, принимают равным 1,0 для всех примесей и 1,4 для кротонового альдегида по отношению к уксусному альдегиду;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

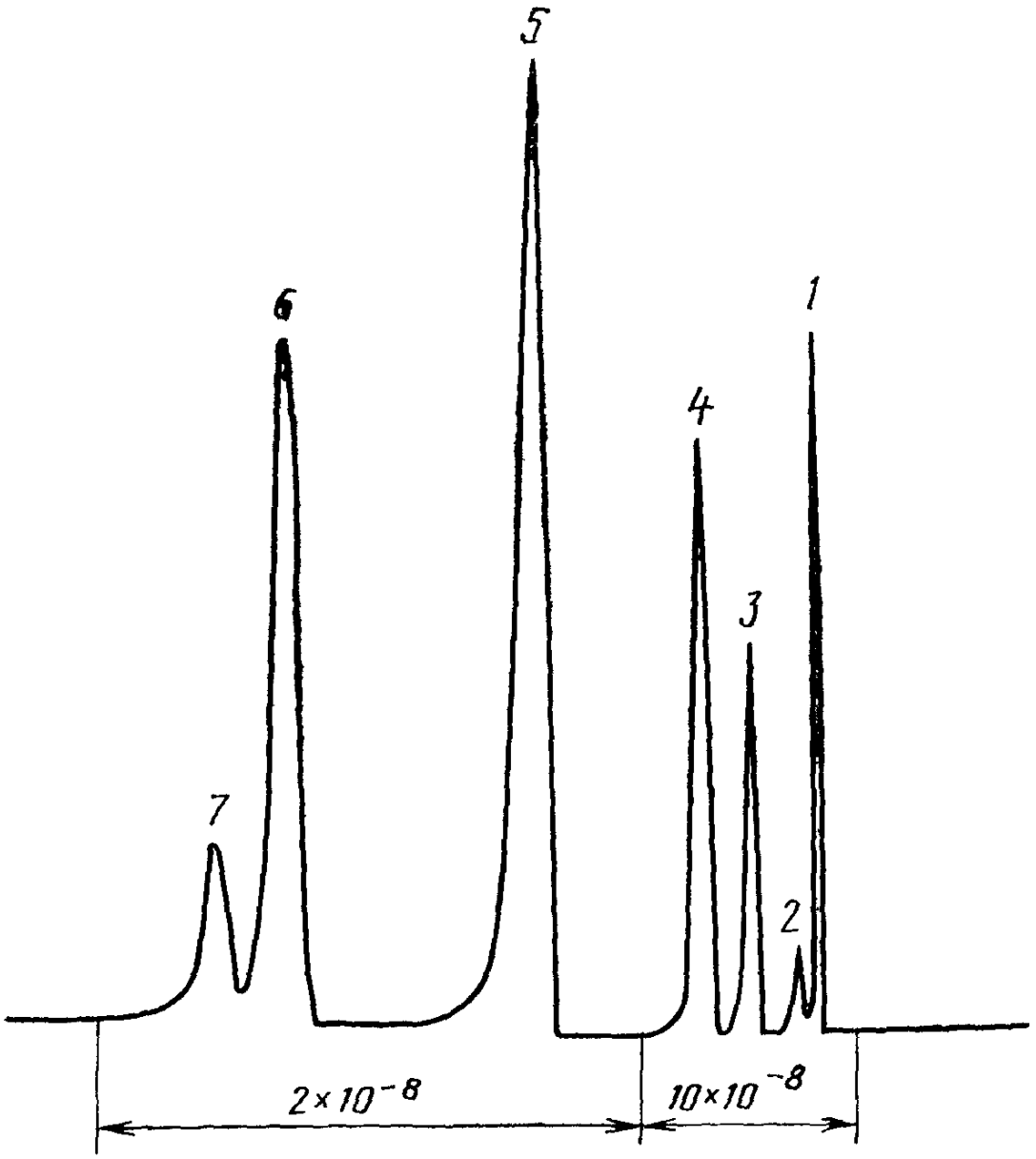
$S_{ац}$ — площадь пика ацетальдегида, мм²;

M_i — коэффициент масштаба записи примеси;

$M_{ац}$ — коэффициент масштаба записи ацетальдегида.

(Продолжение см. с. 224)

Хроматограмма искусственной смеси на колонке с 1, 2, 3- трис-(бета-цианэтокси)-пропаном

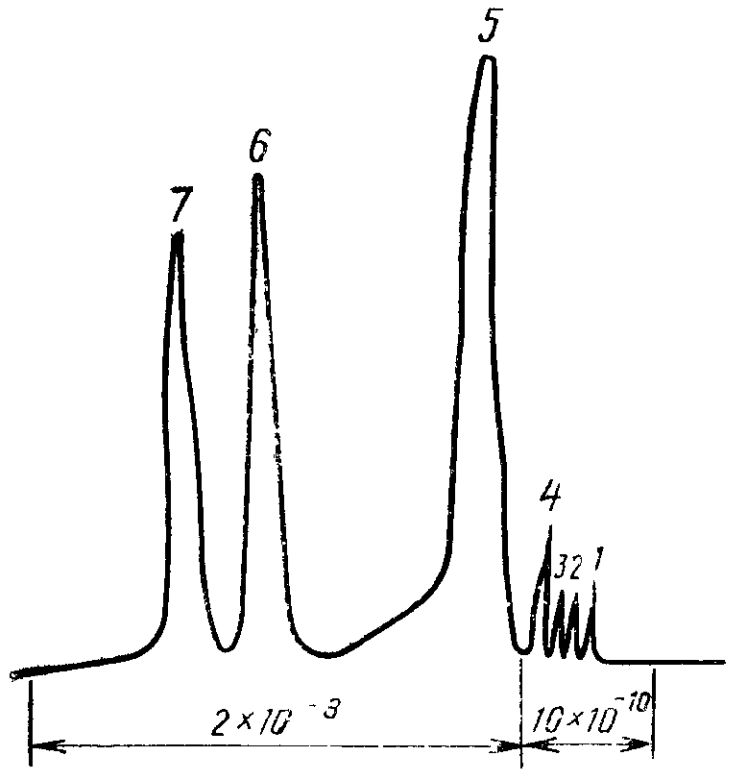


1 — этилен; *2* — пропилен; *3* — хлористый метил; *4* — хлористый этил; *5* — уксусный альдегид; *6* — кротоновый альдегид; 7 — паральдегид

Черт. 1

(Продолжение см. с. 225)

Хроматограмма искусственной смеси на колонке с полиэтиленгликольадипинатом



1 — этилен; *2* — пропилен; *3* — хлористый метил; *4* — хлористый этил; *5* — уксусный альдегид; *6* — кротоновый альдегид; *7* — паральдегид

Черт 2

(Продолжение см. с. 226)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9585—77)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительные расхождения между которыми не превышают допускаемое расхождение, равное 15 % для кротонового альдегида и 20 % для паральдегида.

Результат анализа округляют до второго десятичного знака».

Пункт 4.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Уксусный альдегид транспортируют в специальных железнодорожных цистернах модели 15—1568, изготовленных из стали марок 03Х13АГ19 (чс — 36) или 07Х13АГ20 (чс-46) и автомобилях-цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида»;

дополнить абзацем: «Степень (уровень) заполнения цистерн рассчитывают с учетом полного использования их вместимости, а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования».

Пункт 4.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «Уксусный альдегид по классификации опасных грузов в соответствии с ГОСТ 19433—88 относится к классу 3, подклассу 3.1, классификационный шифр 3111, серийный номер ООН 1089».

(ИУС № 3 1990 г.)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 05.12.86 Подп. в печ. 27.01.87 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,13 уч.-изд. л. Тираж 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5617.

gost.e-ecolog.ru