ГОСТ 22300—76

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

ЭФИРЫ ЭТИЛОВЫЙ И БУТИЛОВЫЙ УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.292'262—41:006.354+547.292'264—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

ЭФИРЫ ЭТИЛОВЫЙ И БУТИЛОВЫЙ УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

Технические условия

ГОСТ 22300—76

Reagents. Ethyl acetate and buthyl acetate. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 3471 5020 01, 26 3471 0790 08

Дата введения 01.07.77

Настоящий стандарт распространяется на этиловый и бутиловый эфиры уксусной кислоты (этилацетат и бутилацетат), которые представляют собой бесцветные и прозрачные жидкости с характерным запахом. Мало растворимы в воде; с этиловым спиртом и этиловым эфиром смешиваются во всех соотношениях.

Формулы: эмпирическая этилацетата $C_4H_8O_2$,
бутилацетата $C_6H_{12}O_2$;
структурная этилацетата $CH_3—C(=O)—O—C_2H_5$,

бутилацетата $CH_3—C(=O)—O—C_4H_9$.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) этилацетата — 88,11, бутилацетата — 116,16.

Требования настоящего стандарта, кроме требований пп. 2, 3 и 4 табл. 1, являются обязательными.

Допускается изготовление этилового эфира уксусной кислоты по МС ИСО 6353-3—87 (Р. 62) (см. приложение 1) и проведение анализов по МС ИСО 6353-1—82 (см. приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Этиловый и бутиловый эфиры уксусной кислоты должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим регламентам, утвержденным в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям этилацетат и бутилацетат должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Таблица 1

Наименование показателя	Норма				
	Этилацетат			Бутилацетат	
	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3471 5023 09	чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3471 5022 10	чистый (ч.) ОКП 26 3471 5021 00	химически чистый (х. ч.) ОКП 26 3471 0793 05	чистый (ч.) ОКП 26 3471 0791 07
1. Массовая доля этилацетата или бутилацетата ($C_4H_8O_2$ или $C_6H_{12}O_2$), %, не менее	99,7	99,5	99,0	99,5	98,5
2. Температурные пределы перегонки, °С	76,5—77,5	76,0—77,5	75,8—77,5	124—126	124—127
В этих пределах должно отгоняться 95 % объемных долей в интервале, °С	1,0	1,0	Не нормируется	1,5	2,0
3. Плотность при 20 °С, г/см^3	0,900—0,902	0,899—0,902	0,899—0,902	0,880—0,882	0,880—0,883
4. Показатель преломления η_D^{20}	1,3724—1,3730	1,3720—1,3730	1,3720—1,3730	1,3940—1,3947	1,3940—1,3950
5. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,0005	0,0005	0,001	0,001	0,002
6. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,003	0,003	0,003	0,003	0,005
7. Содержание веществ, темнеющих под действием серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п. 3.8		Не нормируется		
8. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,1	0,1	0,05	0,1

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Этилацетат и бутилацетат легко воспламеняются. Температура вспышки в закрытом тигле этилацетата — минус 3 °С, бутилацетата — плюс 29 °С.

Температура самовоспламенения этилацетата 400 °С, бутилацетата 450 °С.

Пары этилацетата и бутилацетата образуют с воздухом взрывоопасные смеси.

Нижний концентрационный предел воспламенения (этилацетата — 2,28 %, бутилацетата — 1,43 % (по объему)).

По классификации взрывоопасных смесей бутилацетат и этилацетат относятся к категории 2, группе Т2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.2. Этиловый и бутиловый эфиры уксусной кислоты относятся к веществам 4-го класса опасности (ГОСТ 12.1.005). Предельно допустимая концентрация эфиров в воздухе рабочей зоны — 200 мг/м^3.

Этилацетат и бутилацетат обладают наркотическим действием, раздражают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, могут вызывать дерматиты и другие заболевания кожи.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты.

При аварии применять фильтрующие противогазы марок А и БКФ.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата в лаборатории следует проводить в вытяжном шкафу, вдали от огня. При загорании для тушения применяют химическую пену, водяной пар и инертные газы.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2а.5. С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами этилацетата и бутилацетата должен быть организован контроль за соблюдением предельно допустимых выбросов, утвержденных в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.

2а.6. Предельно допустимая концентрация в воде объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования этилацетата — 0,2 мг/дм^3, бутилацетата — 0,1 мг/дм^3 («Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнений», утвержденные Минздравом СССР).

2а.7. Метод определения этилацетата и бутилацетата в воздухе основан на реакции взаимодействия сложных эфиров органических кислот с гидроксиламином и последующем колориметрическом определении полученных гидроксамовых кислот с солями железа (III) по красно-фиолетовому окрашиванию. («Методические указания на колориметрическое определение сложных эфиров одноосновных органических кислот в воздухе», утвержденные Минздравом СССР).

2а.5—2а.7. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю нелетучего остатка изготовитель определяет периодически в каждой 15-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 1,5 кг. Объем этилацетата или бутилацетата, необходимый для анализа, отбирают пипеткой или цилиндром с погрешностью не более 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Определение массовой доли этилацетата или бутилацетата

Массовую долю этилацетата или бутилацетата определяют по разности, вычитая из 100 % сумму органических примесей и воды в процентах.

При использовании в качестве неподвижной фазы полиэтиленгликоля массовую долю этилацетата вычисляют с учетом массовой доли этилового спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. Определение массовой доли органических примесей

Массовую долю органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии на набивных сорбционных колонках с регистрацией сигналов разделенных компонентов детектором ионизации в пламени.

Количественную обработку проводят методом «внутреннего эталона».

Общие требования к проведению хроматографического анализа, градуировка прибора и обработка результатов анализа — по ГОСТ 21533.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.1.1. Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонки длиной 2 и 3 м и внутренним диаметром 3 или 0,25—0,5 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Шкаф сушильный.

Газ-носитель: азот технический газообразный высшего сорта по ГОСТ 9293 или гелий газообразный очищенный.

Водород технический по ГОСТ 3022 или водород, полученный по системе газоснабжения СГС-2.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Неподвижная жидкая фаза: полиэтиленгликоль (ПЭГ-300) для этилацетата и жидкость кремнийорганическая ПФМС-4 по ГОСТ 15866 для бутилацетата или динониловый эфир фталевой кислоты для хроматографии.

Твердый носитель: хроматон-*N*, порохром с размером частиц в интервале 0,15—0,32 мм.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Спирт пропиловый нормальный, х. ч.

Эфир изобутиловый уксусной кислоты.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.1.2. Подготовка к анализу

Полиэтиленгликоль (ПЭГ-300) и кремнийорганическую жидкость ПФМС-4 в количестве 10 % или динониловый эфир фталевой кислоты в количестве 20 % массы твердого носителя растворяют в хлороформе. Объем хлороформа должен быть таким, чтобы весь твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. При помешивании в раствор засыпают предварительно высушенный при 210 °С в сушильном шкафу до постоянной массы и взвешенный твердый носитель. Избыток хлороформа удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном помешивании, а затем — в сушильном шкафу при 80 °С в течение 2—3 ч.

Заполнение хроматографической колонки проводят по ГОСТ 21533.

Включение и пуск хроматографа осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1.3 Проведение анализа

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона».

В качестве «внутреннего эталона» при анализе этилацетата с использованием в качестве неподвижной жидкой фазы ПЭГ-300 применяют нормальный пропиловый спирт, а при использовании динонилового эфира фталевой кислоты — бутанол-1.

«Внутренний эталон» добавляют в препарат в количестве 0,02 %—0,5 % объема анализируемой пробы.

В качестве «внутреннего эталона» для анализа бутилацетата используют изобутиловый спирт, который добавляют в препарат в количестве 0,01 %—0,2 % объема анализируемой пробы.

Массовую долю органических примесей определяют при условиях, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Условия анализа	Неподвижная жидкая фаза	
	ПЭГ-300 или ПФМС-4	Динониловый эфир фталевой кислоты
Температура колонки, °С:		
для этилацетата	55—60	85—90
для бутилацетата	80—85	90—100
Температура испарителя, °С:		
для этилацетата	140—145	130—135
для бутилацетата	160—170	135—145
Длина колонки, м:		
для этилацетата	3	3
для бутилацетата	2	3
Расход азота (газа-носителя), $см^3$/мин	40—50	30—35
Расход водорода, $см^3$/мин	25—30	30
Расход воздуха, $см^3$/мин	250—300	300

Продолжение табл. 2

Условия анализа	Неподвижная жидкая фаза	
	ПЭГ-300 или ПФМС-4	Динониловый эфир фталевой кислоты
Шкала регистратора, А	$1 \cdot 10^{-9}$	$1 \cdot 10^{-9}$
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	540—600	540—600
Объем анализируемой пробы, $мм^3$:		
для этилацетата	3—5	1—2
для бутилацетата	1—2	0,5—1
Продолжительность анализа, мин	25—30	25—30

При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят при помощи микрошприца соответствующий объем анализируемой пробы.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания для этилацетата указаны в табл. 3, для бутилацетата — в табл. 4.

Таблица 3

Наименование компонента	Относительное время удерживания с неподвижной жидкой фазой	
	ПЭГ-300	динониловым эфиром фталевой кислоты
1. Этиловый эфир	0,09	0,18
2. Этиловый эфир муравьиной кислоты	0,12	0,23
3. Этиловый спирт	—	0,24
4. Метиловый эфир уксусной кислоты	0,16	0,25
5. Этиловый эфир уксусной кислоты	0,22	0,47
6. Этиловый эфир пропионовой кислоты	0,40	0,63
7. Пропиловый эфир уксусной кислоты	0,59	0,73
8. Бутанол-1	—	1,00
9. Нормальный пропиловый спирт	1,00	—

При использовании в качестве неподвижной жидкой фазы полиэтиленгликоля массовую долю этилового спирта определяют по п. 3.2.2.

Таблица 4

Наименование компонента	Относительное время удерживания с неподвижной жидкой фазой	
	ПФМС-4	динониловым эфиром фталевой кислоты
1. Изопропиловый эфир муравьиной кислоты	0,86	0,42
2. Изобутиловый спирт	1,00	1,00
3. Неидентифицированный компонент	1,11	0,45
4. Бутанол-1	1,24	1,30
5. Неидентифицированный компонент	1,85	0,65
6. Бутиловый эфир муравьиной кислоты	1,99	1,50
7. Вторичный бутиловый эфир уксусной кислоты	2,33	1,69
8. Бутиловый эфир уксусной кислоты	3,10	2,03
9. Неидентифицированный компонент	4,45	3,00
10. Изоамиловый эфир уксусной кислоты	4,86	3,54
11. Амиловый эфир уксусной кислоты	5,45	3,98
12. Неидентифицированный компонент	10,00	4,80
13. Изоамиловый эфир муравьиной кислоты	—	1,96

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2.1.4. Обработка результатов

Обработку результатов анализа проводят по ГОСТ 21533.

Допускается определять площадь пиков с помощью электронного интегратора.

При этом, учитывая, что коэффициенты чувствительности пламенно-ионизационного детектора для примесей и «вещества-эталона» незначительно отличаются друг от друга, их в расчет не принимают.

При расчете площадей пиков, выходящих после основного компонента, за нулевую линию принимают продолжение пика основного компонента.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать: для этилацетата всех квалификаций и бутилацетата квалификации х. ч. — 0,02 %, а для бутилацетата квалификации ч. — 0,05 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2. Определение массовой доли воды и этилового спирта

Массовую долю воды определяют методом газожидкостной хроматографии на набивных колонках с регистрацией сигналов разделенных компонентов детектором по теплопроводности.

Количественную обработку проводят путем построения градуировочного графика.

Общие требования к проведению хроматографического анализа — по ГОСТ 21533.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2.2.1. Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с детектором по теплопроводности.

Колонки длиной 2 и 3 м и внутренним диаметром 3 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Шкаф сушильный.

Газ-носитель: гелий газообразный очищенный или водород технический по ГОСТ 3022.

Твердый носитель: полисорб — адсорбент для хроматографии с размером частиц 0,25—0,5 мм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2.2.2. Подготовка к анализу

Колонку заполняют полисорбом и стабилизируют в токе газа-носителя в течение 4—5 ч при 120 °С.

Включение и пуск хроматографа осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

3.2.2.3. Проведение анализа

Массовую долю воды и этилового спирта определяют методом «абсолютной градуировки».

Препарат анализируют при следующих условиях:

длина колонки 2—3 м;

температура колонки 100 °С;

температура испарителя 140 °С —170 °С;

скорость газа-носителя 45—65 см^3/мин;

ток моста катарометра при шкале самописца 10 мВ — 200—250 мА, при шкале самописца 1 мВ — 100—150 мА;

объем анализируемой пробы 5—10 мм^3.

При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят анализируемую пробу.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания указаны в табл. 5.

Таблица 5

Наименование компонента	Относительное время удерживания для	
	этилацетата	бутилацетата
1. Воздух	1,0	1,0
2. Вода	2,1	2,1
3. Этиловый спирт	3,8	—
4. Бутанол-1	—	14,0
5. Этилацетат	19,0	—
6. Бутилацетат	—	40

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2.2.4. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят 4—6 растворов на основе этилацетата или бутилацетата с массовой долей воды или этилового спирта не более 0,03 %, содержащих точно известные массовые доли воды или этилового спирта (от 0,03 % до 0,3 %). Снимают хроматограммы анализируемого этилацетата или бутилацетата и 4—6 растворов для построения градуировочных графиков при условиях, указанных в п. 3.2.2.3. Измеряют площади пиков воды или этилового спирта и вычисляют массовую долю воды или этилового спирта (X) в процентах в анализируемом этилацетате или бутилацетате по формуле

$$X = \frac{X_1 S_{исх}}{(S_i - S_{исх})},$$

где X_1 — массовая доля воды или этилового спирта, введенная в растворы для построения градуировочных графиков, %;

$S_{исх}$ — площадь пика воды или этилового спирта в анализируемом этилацетате, мм^2;

S_i — площадь пика воды или этилового спирта в растворах для построения градуировочных графиков, мм^2.

Массовую долю воды или этилового спирта (X_i) в процентах в растворах для построения градуировочных графиков вычисляют по формуле

$$X_i = X + X_1,$$

где X — массовая доля воды или этилового спирта в исходном этилацетате или бутилацетате, %;

X_1 — массовая доля воды или этилового спирта, введенная в растворы для построения градуировочных графиков, %.

Далее строят градуировочные графики по приготовленным растворам, откладывая по оси абсцисс массовые доли воды или этилового спирта (X_i), а по оси ординат — соответствующие им площади пиков (S_i).

Градуировочные графики проверяют ежемесячно и при изменении условий анализа.

3.2.2.5. Обработка результатов

Снимают хроматограммы анализируемого этилацетата или бутилацетата и измеряют площади пиков воды или этилового спирта.

Допускается массовую долю воды или этилового спирта вычислять, используя вместо площади высоту пиков по ГОСТ 21533 (п. 4.2а).

По полученным градуировочным графикам находят массовую долю воды или этилового спирта в анализируемом этилацетате или бутилацетате.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 0,01 %.

Допускается массовую долю воды определять реактивом Фишера по ГОСТ 14870 (способ 1).

При разногласиях в оценке массовой доли воды анализ проводят методом газожидкостной хроматографии.

3.2.2.4, 3.2.2.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. Температурные пределы перегонки определяют по ГОСТ 18995.7 в приборе с наклонным холодильником.

3.4. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1.

3.5. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

3.6. Определение массовой доли нелетучих веществ

Определение проводят по ГОСТ 27026 из навески 200,0 г препарата (220 см^3 этилацетата или 227 см^3 бутилацетата) в платиновой, кварцевой или фарфоровой чашке.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать в этилацетате:

для препарата химически чистый — 1 мг,

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг;

в бутилацетате:

для препарата химически чистый — 2 мг,

для препарата чистый — 4 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа: ± 35 % — для этилацетата химически чистый и чистый для анализа; ± 25 % — для этилацетата чистый и бутилацетата химически чистый; ± 10 % — для бутилацетата чистый при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

3.7.1. Посуда, реактивы и растворы

Колба Кн-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 5 см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта, нейтрализованный по фенолфталеину.

Фенолфталеин (индикатор) по НД, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.7.2. Проведение анализа

25 см^3 спирта помещают в коническую колбу, прибавляют цилиндром 30 см^3 препарата, 2 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V K 0,0006 \cdot 100}{30 \rho},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации 0,01 моль/дм^3;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г;

30 — объем препарата, см^3;

ρ — плотность препарата, равная 0,90 г/см^3 — для этилацетата и 0,88 г/см^3 — для бутилацетата.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,0006 % — для этилацетата и 0,0003 % — для бутилацетата при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа для этилацетата ± 0,0005 % и для бутилацетата ± 0,0003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8. Определение содержания веществ, темнеющих под действием серной кислоты

3.8.1. Посуда, реактивы и растворы

Пробирки П-1 или П-2 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Термометр с пределом измерения 100 °С и ценой деления 1 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации c ($^1/_2$ J_2) = 0,0005 моль/дм^3 (0,0005 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,033 моль/дм^3 (0,033 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., выдерживающая пробу Савалля.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.8.2. Проведение анализа

5 см^3 препарата вносят в пробирку вместимостью 20—25 см^3 и помещают в холодную водяную баню температурой не выше 5 °С. Затем добавляют 5 см^3 серной кислоты небольшими порциями

при перемешивании так, чтобы температура в пробирке не превышала 40 °С и сразу же наблюдают окраску.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если для препарата х. ч. анализируемый раствор будет бесцветным, а для препарата ч. д. а. окраска анализируемого раствора по розовому оттенку не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно и содержащего 5,9 $см^3$ воды, 4 $см^3$ раствора йода и 0,1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Реактив упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

На потребительскую тару наносят надпись «Легковоспламеняющаяся жидкость» или символ, соответствующий знаку опасности по ГОСТ 19433.

На транспортную тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 для этилового эфира уксусной кислоты: класс 3, подкласс 3.2, черт. 3, классификационный шифр 3212, серийный номер ООН 1173 и для бутилового эфира уксусной кислоты: класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3313, серийный номер ООН 1123, манипуляционные знаки по ГОСТ 14192 «Хрупкое. Осторожно» и «Беречь от нагрева».

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке предприятия-изготовителя в помещении для огнеопасных веществ.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие этилацетата и бутилацетата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения этилацетата — три года, бутилацетата — два года со дня изготовления.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-3—87
«Реактивы для химического анализа.
Часть 3.
Технические условия. Вторая серия»

Р. 62 Этилацетат $CH_3COOC_2H_5$

Относительная молекулярная масса: 88,11.

Р. 62.1. Технические требования

Окраска в единицах Хазена	10
Плотность при 20 °С, г/см^3	0,898—0,902
Массовая доля этилацетата ($CH_3CO_2C_2H_5$), %, не менее	99,5
Массовая доля этанола (C_2H_5OH), %, не более	0,1
Массовая доля метанола (CH_3OH), %, не более	0,1
Массовая доля метилацетата ($CH_3CO_2CH_3$), %, не более	0,1
Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,002
Кислотность (в миллимолях H^+), не более	0,08/100 г
Испытание на легко карбонизируемые вещества	Проведение испытания
Массовая доля воды, %, не более	0,1

Р. 62.2. Проведение испытаний

Р. 62.2.1. Окраска в единицах Хазена

Следуют указаниям ОМ 36*.

Р. 62.2.2. Плотность

Следуют указаниям ОМ 24.1*.

Р. 62.2.3. Определение массовых долей этанола, метанола и метилацетата

Следуют указаниям ОМ 34*, учитывая следующие условия:

Стационарная фаза	Порапак QS 0,15—0,18 мм (80—100 меш ASTM)
Длина колонки	3 м
Внутренний диаметр колонки	2 мм
Материал, из которого изготовлена колонка	Нержавеющая сталь
Температура колонки	Увеличивается от 90 °С до 240 °С (6 °С/мин)
Температура испарителя	250 °С
Температура колонки	250 °С
Тип детектора	Детектор по теплопроводности
Газ-носитель	Гелий
Скорость потока	20 см^3/мин
Объем анализируемой пробы	3 мм^3

Р. 62.2.4. Определение массовой доли нелетучих веществ

Берут 50 г (55,5 см^3) анализируемого препарата и следуют указаниям ОМ 14*. Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р. 62.2.5. Определение кислотности

К 20 см^3 метанола добавляют 0,1 см^3 фенолфталеина (2,5 г фенолфталеина растворяют в 250 см^3 95 %-ного (по объему) этанола) и титрованный раствор гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 в количестве, необходимом для получения розовой окраски. Охлаждают в ледяной бане и добавляют 20 г (22,2 см^3) препарата. При необходимости проводят титрование раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 до появления розовой окраски.

Объем титрованного раствора гидроокиси натрия не должен превышать 1,6 см^3.

Р. 62.2.6. Испытание на легко карбонизируемые вещества

Охлаждают 5 см^3 раствора серной кислоты (95 ± 0,5) % до 10 °С и медленно, при непрерывном встряхивании, добавляют 5 см^3 препарата.

Через 5 мин интенсивность окраски полученного раствора не должна превышать интенсивности окраски раствора йода c ($^1/_2$ J_2) = $5 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3.

Р. 62.2.7. Определение массовой доли воды

Берут 10 г (11,1 см^3) препарата и следуют указаниям ОМ 12, в качестве растворителя используют 20 см^3 метанола.

---

* Общие методы анализа (ОМ) — по МС ИСО 6353-1—82.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82
«Реактивы для химического анализа.
Часть 1.
Общие методы испытаний» (ОМ)

5.12. Определение массовой доли воды (ОМ 12)

Следуют указаниям ГОСТ 14870*.

5.14. Определение остатка после выпаривания (ОМ 14)

Пробу анализируемого препарата известной массы выпаривают на водяной кипящей бане, используя предварительно взвешенную чашку для выпаривания (платиновую, стеклянную или кварцевую) вместимостью примерно 150 см^3. Остаток сушат до постоянной массы при температуре (105 ± 2) °С в соответствии с методикой для каждого конкретного продукта.

Следуют указаниям также ГОСТ 8981*.

5.24.1. Пикнометрический метод (ОМ 24.1)

5.24.1.1. Методика

Высушенный пикнометр (объем 25—50 см^3) взвешивают с точностью до 0,2 мг. Пикнометр заполняют свежепрокипяченной (остывшей) водой и определяют взвешиванием массу воды при (20 ± 0,1) °С (m_2). Пикнометр освобождают от воды, высушивают, заполняют анализируемым веществом и определяют аналогичным способом массу вещества при (20 ± 0,1) °С (m_1).

5.24.1.2. Обработка результатов

Плотность испытуемого вещества, выраженную в граммах на кубический сантиметр и рассчитываемую с точностью до третьего десятичного знака после запятой, определяют по формуле

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \rho_в,$$

где m_1 — масса навески испытуемого вещества, г;

m_2 — масса навески воды, г;

$\rho_в$ — плотность воды при 20 °С (0,9982 г/см^3);

A — поправка к массе при взвешивании на воздухе; $A = \rho_а V$, где $\rho_а$ — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 г/см^3); V — объем пикнометра, см^3.

5.34. Газовая хроматография (ОМ 34) — по ГОСТ 21533.

5.36. Определение цвета в единицах Хазена (ОМ 36)

Следуют указаниям ГОСТ 8981*.

Примечание*. Следуют указаниям ГОСТ 14870 до применения в виде государственного стандарта международного стандарта ИСО 760—78, ГОСТ 8981 — международных стандартов ИСО 759—81 и ИСО 2211—73.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 31.12.76 № 2966**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5.1070—71, ГОСТ 5.1145—71**

4. **Стандарт предусматривает прямое применение раздела 62 (Р.62) международного стандарта ИСО 6353-3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия» и международного стандарта ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2а.2
ГОСТ 17.2.3.02—78	2а.5
ГОСТ 427—75	3.2.1.1; 3.2.2.1
ГОСТ 1770—74	3.7.1
ГОСТ 3022—80	3.2.1.1; 3.2.2.1
ГОСТ 3885—73	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4159—79	3.8.1
ГОСТ 4204—77	3.8.1
ГОСТ 4328—77	3.7.1
ГОСТ 4919.1—77	3.7.1
ГОСТ 6006—78	3.2.1.1
ГОСТ 6016—77	3.2.1.1
ГОСТ 6709—72	3.2.2.1; 3.8.1
ГОСТ 8981—78	Приложение 2
ГОСТ 9293—74	3.2.1.1
ГОСТ 14192—96	4.1
ГОСТ 14870—77	3.2.2.5; приложение 2
ГОСТ 15866—70	3.2.1.1
ГОСТ 18300—87	3.2.2.1; 3.7.1
ГОСТ 18995.1—73	3.4
ГОСТ 18995.2—73	3.5
ГОСТ 18995.7—73	3.3
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 20015—88	3.2.1.1
ГОСТ 20490—75	3.8.1
ГОСТ 21533—76	3.2.1; 3.2.1.2; 3.2.1.4; 3.2.2; 3.2.2.5; приложение 2
ГОСТ 25336—82	3.7.1; 3.8.1
ГОСТ 25706—83	3.2.1.1; 3.2.2.1
ГОСТ 25794.1—83	3.7.1
ГОСТ 25794.2—83	3.8.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27026—86	3.6

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 30.09.91 № 1568**

7. **ИЗДАНИЕ (декабрь 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., октябре 1986 г., сентябре 1991 г. (ИУС 2—82, 1—87, 12—91)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 09.01.2003. Подписано в печать 06.02.2003. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,50.
Тираж 160 экз. С 9621. Зак. 90.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru