МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
17444—
2016**

РЕАКТИВЫ

Методы определения основного вещества азотсодержащих органических соединений и солей органических кислот

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 ноября 2016 г. № 1669-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17444—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 17444—76

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения основного вещества азотсодержащих органических соединений и солей органических кислот

Reagents. Methods for determination of main substance of nitrogen containing organic compounds and salts of organic acids

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на химические органические реактивы и устанавливает следующие методы определения основного вещества азотсодержащих соединений и солей органических кислот:

- метод титрования в неводной среде — при анализе слабых оснований (амины, соли органических кислот, соли органических оснований, аминокислоты, аминоспирты);
- метод диазотирования — при анализе ароматических аминов и других азотсодержащих соединений после их предварительного восстановления до аминов;
- метод Къельдаля — при анализе различных классов азотсодержащих соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4160 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5815 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5819 Реактивы. Анилин. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10455 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия

ГОСТ 12601 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 16922—71 Красители органические, полупродукты, текстильно-вспомогательные вещества. Методы испытаний

ГОСТ 18300[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104[3)] Весы лабораторные. Общие технические требования

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.3 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru) указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы II класса точности по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

3.2 Массу навески анализируемого реактива m, г, вычисляют по формуле

$$m = \frac{MC(25 \pm 5) \cdot 100}{X \cdot 1000}, \quad (1)$$

где M — молярная масса эквивалента анализируемого реактива, г/моль;

C — молярная концентрация применяемого титрованного раствора, моль/дм^3;

(25 ± 5) — приблизительный объем раствора, необходимый для титрования навески, см^3;

X — норма массовой доли основного вещества, %.

Результат взвешивания пробы анализируемого реактива записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Определение допускается проводить из меньшей навески с применением бюретки 1—1(2)—2—5(10)—0,02 по ГОСТ 29251.

3.3 Для приготовления применяемых растворов, при отсутствии других указаний, пробы реактивов взвешивают или отбирают по объему с погрешностью не более 1 %.

3.4 Для приготовления растворов реактивов, применяемых для анализа, используют реактивы квалификаций химически чистый и чистый для анализа, если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

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

4 Метод титрования в неводной среде

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в способности органических соединений, обладающих слабыми основными свойствами в водной среде, проявлять сильные основные свойства в среде органических растворителей.

Определение проводят визуально (в присутствии индикатора) или потенциометрически.

4.2 Реактивы и оборудование

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Кислота хлорная, уксуснокислый раствор молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.3.

Кристаллический фиолетовый (индикатор), раствор в уксусной кислоте с массовой долей 0,5 %.

Метиловый фиолетовый (индикатор), раствор в уксусной кислоте с массовой долей 0,2 %.

Кальций хлористый обезвоженный, или ангидрон.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455.

Ртуть (II) уксуснокислая, раствор в уксусной кислоте с массовой долей от 2 % до 5%.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с пределом допускаемой основной погрешности ± 0,05 pH.

Электроды — стеклянный и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Бюретка 1—1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-1—100—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1—50(100) ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1—300—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Для растворения навески анализируемого реактива применяют ледяную уксусную кислоту. Допускается применять уксусный ангидрид, смесь ледяной уксусной кислоты и уксусного ангидрида, ацетон, хлороформ, четыреххлористый углерод, диоксан, бензол и другие растворители и смеси. Применяемый растворитель должен быть указан в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

Не допускается применять смеси уксусного ангидрида с гидроксилсодержащими растворителями.

Все применяемые растворители должны быть максимально обезвожены.

При анализе легко ацетилирующихся первичных и вторичных аминов не допускается присутствие уксусного ангидрида, поэтому применяемая для растворения навески реактива уксусная кислота должна быть проверена на содержание примеси уксусного ангидрида по ГОСТ 25794.3. Массовая доля уксусного ангидрида должна быть не более 0,001 %. При его массовой доле в уксусной кислоте от 0,002 % до 0,03 % такая кислота может быть использована после специальной обработки (в соответствии с приложением А).

В качестве титрованного раствора применяют уксуснокислый раствор хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3, коэффициент поправки которого определяют по ГОСТ 25794.3.

Допускается применять раствор хлорной кислоты в метилэтилкетоне или диоксане молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3. Диоксан должен быть предварительно проверен на соответствие ГОСТ 10455 по массовой доле перекисных соединений.

Если определяют коэффициент поправки и применяют раствор при разных температурах, то вводят температурную поправку. Для этого объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование анализируемого раствора в кубических сантиметрах, умножают на $(1 - \Delta t \cdot 0{,}001)$, если титрование проводят при более высокой температуре, или на $(1 + \Delta t \cdot 0{,}001)$, если титруют при более низкой температуре, чем та, при которой определяют коэффициент поправки; Δt — разность температур в градусах Цельсия.

При титровании очень слабых оснований вспомогательный электрод заполняют раствором электролита в органическом растворителе (метиловый спирт, уксусный ангидрид и т. д.).

При титровании бюретка, наполненная титрованным раствором хлорной кислоты, должна быть закрыта поглотительной трубкой, наполненной ангидроном или хлористым кальцием.

При необходимости навеску анализируемого реактива растворяют при нагревании на водяной бане с использованием обратного холодильника, снабженного хлоркальциевой трубкой для предохранения от попадания влаги. После растворения навески раствор охлаждают.

Содержание галогеноводородных солей органических оснований определяют после предварительной обработки навески анализируемого реактива уксуснокислым раствором уксуснокислой ртути (II).

Содержание третичных аминов в присутствии первичных или вторичных определяют после ацетилирования смеси уксусным ангидридом.

Вся посуда, применяемая для анализа, должна быть максимально обезвожена: колбы с пришлифованными пробками и стаканчики для взвешивания высушивают в термостате; бюретки тщательно моют, затем ополаскивают летучим органическим растворителем (этиловым спиртом, ацетоном, этиловым эфиром) и высушивают в токе сухого воздуха.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Визуальное титрование

Навеску анализируемого реактива помещают в колбу, растворяют в 25—50 $см^3$ уксусной кислоты (или другого растворителя), прибавляют одну-две капли раствора кристаллического фиолетового или метилового фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора в чисто-зеленую (цвет раствора при титровании должен меняться от фиолетового к синему, от синего к зеленому; концом титрования считают переход от сине-зеленого к чисто-зеленому).

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов.

4.4.2 Потенциометрическое титрование

Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в 25—50 $см^3$ уксусной кислоты (или другого растворителя).

Электроды обмывают водой, ополаскивают спиртом, осушают фильтровальной бумагой, погружают в анализируемый раствор, присоединяют к иономеру, после чего раствор титруют при перемешивании магнитной мешалкой раствором хлорной кислоты, прибавляя в начале титрования по 1 $см^3$ титрованного раствора, в конце — по 0,05 $см^3$. После того как будет отмечен скачок потенциала, продолжают титрование и делают еще два-три измерения.

Расход раствора хлорной кислоты, соответствующий точке эквивалентности, определяют расчетным путем — методом второй производной или графически — по кривой титрования.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов.

4.5 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества в анализируемом реактиве X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно c ($HClO_4$) = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_1 — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно c ($HClO_4$) = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 $см^3$ уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации точно c ($HClO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$, г/$см^3$;

m — масса навески анализируемого реактива, г.

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

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа — ± 0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

5 Метод диазотирования

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в превращении аминов в диазосоединения при действии азотистокислого натрия в присутствии минеральной кислоты. Определение проводят визуально или потенциометрически. При визуальном титровании используют индикатор — йодкрахмальную бумагу.

5.2 Реактивы и оборудование

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, растворы молярной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 и 0,5 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Порошок цинковый марки ПЦ-2 по ГОСТ 12601.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с пределом допускаемой основной погрешности ± 0,05 pH.

Электрод гладкий платиновый; хранят в дистиллированной воде и перед каждым титрованием выдерживают в окислительном пламени газовой горелки в течение 1 мин, затем промывают концентрированной серной кислотой и ополаскивают водой.

Электрод хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Бюретка 1—1(2)—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50(500) по ГОСТ 1770.

5.3 Подготовка к анализу

В качестве растворителя навески аминов используют раствор соляной кислоты. Допускается применять раствор серной кислоты и уксусную кислоту. Применяемый растворитель, его объем и концентрация должны быть указаны в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

Навески первичных аминов, содержащих сульфогруппу, растворяют в воде в присутствии щелочных реагентов (гидроокись натрия, углекислый натрий, кислый углекислый натрий, аммиак), затем разбавляют водой до нужного объема и подкисляют соляной кислотой, приливая кислоту тонкой струей при интенсивном перемешивании раствора.

В зависимости от устойчивости образующихся в процессе реакции диазосоединений определение может быть проведено при комнатной температуре, при охлаждении или при нагревании, в присутствии катализатора — бромистого калия или без него, что должно быть указано в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

В качестве титрованного раствора применяют раствор азотистокислого натрия молярной концентрации c ($NaNO_2$) = 0,1 или 0,5 моль/дм^3.

При определении основного вещества нитро- и нитрозосоединений их перед диазотированием восстанавливают до аминов цинковым порошком в солянокислом или уксуснокислом растворе (5.4.2).

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Диазотирование без восстановления

5.4.1.1 Визуальное титрование

Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в растворителе. Затем приливают 300—400 см^3 воды, 20—30 см^3 соляной кислоты, прибавляют 2 г бромистого калия (при анализе медленно диазотирующихся аминов) и, соблюдая выбранный температурный режим, титруют раствором азотистокислого натрия, прибавляя сразу (в течение 5—6 мин) приблизительно 90 % всего раствора азотистокислого натрия, необходимого для титрования.

Конец титрования определяют по йодкрахмальной бумаге, для этого после прибавления раствора азотистокислого натрия наносят тонкой стеклянной палочкой каплю титруемого раствора на полоску йодкрахмальной бумаги. Если в центре капли сразу же не появится фиолетовое пятно, то продолжают прибавлять раствор азотистокислого натрия по каплям и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой. Титрование продолжают до тех пор, пока капля, нанесенная на йодкрахмальную бумагу, не даст сразу же фиолетовую окраску. После этого раствор оставляют в покое на 5 мин и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой. Вторичное появление фиолетового пятна указывает на конец реакции. При отсутствии пятна при вторичной пробе добавляют еще раствор азотистокислого натрия и снова проверяют реакцию с йодкрахмальной бумагой.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов, прибавляемых в том же порядке.

5.4.1.2 Потенциометрическое титрование

Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в растворителе. Затем приливают 300—400 см^3 воды, 20—30 см^3 соляной кислоты и прибавляют 2 г бромистого калия (при анализе медленно диазотирующихся аминов). В раствор погружают электроды, используя в качестве измерительного — гладкий платиновый, в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный (или насыщенный каломельный), присоединяют их к иономеру и титруют, соблюдая выбранный температурный режим, раствором азотистокислого натрия при перемешивании раствора магнитной мешалкой. При этом в анализируемый раствор в течение 5—6 мин прибавляют при перемешивании около 90 % всего раствора азотистокислого натрия, необходимого для титрования, и через 5 мин измеряют значение потенциала. Затем раствор азотистокислого натрия прибавляют порциями по 0,5 см^3, а вблизи точки эквивалентности — по 0,2 см^3, отмечая каждый раз показания прибора через 2 мин после прибавления раствора азотистокислого натрия. После того, как будет отмечен скачок потенциала, продолжают титрование и делают еще два-три измерения.

Расход раствора азотистокислого натрия, соответствующий точке эквивалентности, определяют расчетным путем — методом второй производной или графически — по кривой титрования.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов, прибавляемых в том же порядке.

5.4.2 Диазотирование с предварительным восстановлением до аминов

Навеску анализируемого реактива помещают в колбу и прибавляют (в вытяжном шкафу) 25 см^3 соляной кислоты. Затем постепенно небольшими порциями прибавляют 4—6 г цинкового порошка, закрывая колбу пробкой с воздушным холодильником в перерывах между прибавлениями цинкового порошка и осторожно перемешивая содержимое колбы вращательным движением. Частицы реактива, прилипшие к стенкам колбы, смывают небольшим объемом соляной кислоты — суммарный объем кислоты, необходимый для восстановления азотсодержащих соединений и для диазотирования образовавшегося амина, должен быть в 2,5—3 раза больше стехиометрически рассчитанного для обеих реакций.

Затем раствор фильтруют в стакан, осадок на фильтре промывают водой, собирая промывные воды в тот же стакан. Далее определение заканчивают по 5.4.1.1 или по 5.4.1.2.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт с такими же количествами реактивов.

Если анализируемый реактив плохо растворим или не растворим в соляной кислоте, допускается растворять его в другом растворителе, который должен быть указан в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив. Затем прибавляют необходимое количество соляной кислоты и проводят восстановление с последующим диазотированием.

5.5 Обработка результатов

Массовую долю основного вещества в анализируемом реактиве X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1)m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c ($NaNO_2$) = 0,1 или 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c ($NaNO_2$) 0,1 или 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 см^3 раствора азотистокислого натрия молярной концентрации точно c ($NaNO_2$) = 0,1 или 0,5 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески анализируемого реактива, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа — ± 0,3 % при доверительной вероятности P = 0,95.

6 Метод Кьельдаля

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в разложении азотсодержащего вещества и превращении азота в аммиак, который затем количественно определяют титрованием соляной кислотой.

6.2 Определение проводят по ГОСТ 16922—71, раздел 5.

При этом массовую долю основного вещества X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1)m_1 \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

где V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации точно c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески анализируемого реактива, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа — ± 0,5 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Приложение А
(обязательное)

Обработка уксусной кислоты с массовой долей уксусного ангидрида от 0,002 % до 0,030 %

А.1 Реактивы и растворы

Анилин по ГОСТ 5819, свежеперегнанный, раствор в уксусной кислоте с массовой долей 0,5 %. Годен для применения в течение 15—20 сут при хранении в темной склянке с пришлифованной пробкой.

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

Кислота хлорная, уксуснокислый раствор молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.3.

А.2 Проведение обработки

Уксусную кислоту обрабатывают в течение 1 ч раствором анилина в уксусной кислоте с массовой долей 0,5 %.

Объем раствора анилина, необходимый для обработки 100 см^3 уксусной кислоты V, см^3, вычисляют по формуле

$$V = \frac{X \cdot 93{,}13 \cdot 100}{102{,}09 \cdot 0{,}5}, \qquad (А.1)$$

где 93,13 — относительная молекулярная масса анилина;

102,09 — относительная молекулярная масса уксусного ангидрида;

X — массовая доля уксусного ангидрида в уксусной кислоте, определяемая по ГОСТ 25794.3, %.

К вычисленному объему добавляют избыток раствора анилина (0,8—4,0 см^3) с таким расчетом, чтобы на титрование 25 см^3 обработанной кислоты (контрольная проба) расходовалось не менее 0,1 см^3 и не более 0,5 см^3 уксуснокислого раствора хлорной кислоты молярной концентрации c ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм^3.

УДК 54—41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение азотсодержащих органических соединений, определение солей органических кислот

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 12.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru