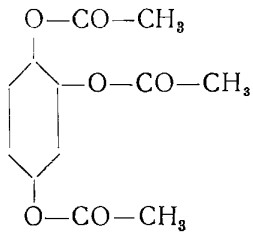
Издание официальное

Управление по стандартизации при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 6408—52
	Реактивы «ПИРОГАЛЛОЛ А» чистый для анализа	Группа Л52

Настоящий стандарт распространяется на «Пирогаллол А» (триацетат 1- 2- 4-триоксибензол), применяемый в газовом анализе для поглощения кислорода. Нерастворим в воде, растворим в горячем этиловом и изопропиловом спиртах.

Эмпирическая формула: $C_{12}H_{12}O_6$.

Структурная формула:



Молекулярный вес (по международным атомным весам 1949 г.) — 252,22.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Внешний вид.

Белый, желтоватый или сероватый мелкокристаллический порошок без видимых механических примесей.

2. Содержание «Пирогаллола А» не менее 97,5%.

3. Температура плавления 94,0—98,0°С (в этом интервале препарат должен плавиться в пределах не более 2°С).

4. Поглотительная способность по отношению к кислороду— должен выдерживать испытание по п. 9.

5. Наибольшие количества допустимых примесей в %%:

Названия примесей	Нормы
а) Содержание свободной уксусной кислоты (CH_3COOH)	0,05
б) Остаток после прокаливания (в виде сульфатов)	0,1

Внесен Министерством химической промышленности СССР	Утвержден Управлением по стандартизации 8/XII 1952 г.	Срок введения 1/III 1953 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

Цена 20 коп.

gost.e-ecolog.ru

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

6. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—50. Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,125 *кг*.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

7. Определение содержания «пирогаллола А»

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 3850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 0,5 н спиртовый раствор.

Раствор едкого кали готовят следующим образом:

33 *г* едкого кали растворяют в 1 *л* этилового спирта. Через 3—5 час. раствор фильтруют и оставляют в покое на 24 часа. На другой день отстоявшуюся жидкость сливают в сухую склянку.

б) *Описание определения*

Около 0,9—1,0 *г* «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,0002 *г*, помещают в колбу для перегонки (с верхней отводной трубкой) емкостью 250 *мл*, прибавляют 30 *мл* этилового спирта и из пипетки, по каплям, при перемешивании, 2,5 *мл* серной кислоты.

Колбу с содержимым погружают в холодную водяную баню так, чтобы вода в бане была на одном уровне с жидкостью в колбе. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена делительная воронка, содержащая 60 *мл* этилового спирта. Затем колбу быстро соединяют с холодильником, к нижнему концу форштосса которого заранее присоединена трубка диаметром 0,5—0,6 *см*, согнутая под углом 120° и погруженная нижним концом в жидкость приемника. Приемником служит круглодонная колба емкостью 250 *мл*, содержащая 50 *мл* спиртового раствора едкого кали (отмеренные при помощи бюретки). На колбе нанесена метка для объема 120 *мл*. Затем воду водяной бани нагревают до температуры 75—80°С. С этого момента начинают прибавлять из делительной воронки по каплям этиловый спирт с такой скоростью, чтобы можно было считать падающие капли. Температуру воды в бане про-

должают повышать так, чтобы в конце перегонки вода в бане нагрелась до кипения. После того, как весь спирт прибавлен (обычно на приливание 60 *мл* спирта затрачивается около 45 мин.), кран капельной воронки закрывают и продолжают отгонку до тех пор, пока объем жидкости в приемнике не достигнет 120 *мл*.

Если в конце перегонки жидкость из приемника начнет засасывать обратно, то приемник можно несколько опустить, чтобы трубка оказалась над поверхностью раствора едкого кали. (Обычно на отгонку уксусно-этилового эфира затрачивается 1 час.)

После окончания отгонки конец трубки, опущенный в жидкость, обмывают 20 *мл* воды и затем находящийся в дистилляте уксусно-этиловый эфир подвергают гидролизу.

Для этого колбу с дистиллятом соединяют с обратным холодильником и погружают ее, до уровня жидкости в ней, в кипящую водяную баню. Содержание колбы нагревают до кипения и кипятят 15 мин. Затем баню удаляют и, не отъединяя колбы от холодильника, закрывают верхний конец трубки холодильника трубкой с натронной известью и оставляют раствор в покое на 5 мин.

После этого колбу отъединяют от холодильника и раствор титруют соляной кислотой в присутствии 3—5 капель раствора фенолфталеина. Параллельно, в тех же условиях (но без «пирогаллола А»), проводят контрольный опыт.

Содержание «пирогаллола А» в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0{,}042036 \cdot 100}{G} = \frac{(v - v_1) \cdot 4{,}2036}{G},$$

где:

v — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование раствора едкого кали в контрольном опыте в *мл*;

v_1 — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование избытка едкого кали, в испытуемом растворе в *мл*;

0,042036 — количество триацетата 1- 2- 4-триоксибензола, соответствующее 1 *мл* точно 0,5 н раствора соляной кислоты, в *г*;

G — навеска «пирогаллола А» в *г*.

8. Определение температуры плавления

Небольшое количество тонкорастертого препарата помещают в стеклянный капилляр с внутренним диаметром около

1 *мм* и длиной 45—50 *мм*. Наполненный капилляр 5—6 раз бросают в стеклянную трубку высотой 800 *мм* и диаметром 10 *мм*, поставленную вертикально на часовое стекло, до уплотнения вещества в слой высотой 2—3 *мм*. Круглодонную колбу емкостью 250—300 *мл* наполняют на две трети объема серной кислотой (по ГОСТ 4204—48) или вазелиновым маслом и вставляют в нее пробирку диаметром около 15 *мм* так, чтобы расстояние между дном колбы и пробиркой было 10—15 *мм*. В пробирку наливают серную кислоту или вазелиновое масло слоем до уровня кислоты в колбе. Пробирку закрывают пробкой с боковым прорезом и вставляют в нее укороченный термометр (ГОСТ 2045—43) с ценой деления 0,5°С.

Содержимое колбы нагревают до температуры 75—80°С, после чего прикрепляют к термометру капилляр так, чтобы слой препарата в капилляре был на высоте середины ртутного резервуара термометра (термометр и капилляр не должны касаться дна и стенок пробирки). Затем продолжают нагревание прибора так, чтобы температура жидкости повышалась на 1°С в минуту.

Началом плавления считают момент появления в капилляре мениска, а концом — момент полного расплавления препарата.

Примечание. Если столбик ртути, в случае неукороченного термометра, во время определения будет выступать над пробкой, то к показанию термометра прибавляют поправку (Δt) на высоту выступающего над пробкой столбика ртути. Поправку (Δt) вычисляют по формуле:

$$\Delta t = 0{,}00016 \cdot h(t - t_1),$$

где:

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в делениях шкалы термометра;

t — наблюдаемая температура плавления в °С;

t_1 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °С.

9. Определение поглотительной способности по отношению к кислороду

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 21%-ный водный раствор.

Концентрацию раствора едкого кали определяют титрованием по ГОСТ 4203—48, без учета поташа (раствор хранят в хорошо закрытой склянке).

б) *Описание определения*

Поглотительную способность определяют при помощи газоанализатора (тип ГХПЗ по ГОСТ 6329—52) по количеству поглощенного из воздуха кислорода при комнатной температуре.

24 *г* испытуемого «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,1 *г*, помещают в коническую колбу емкостью 250 *мл* и растворяют в 160 *мл* раствора едкого кали.

Колбу плотно закрывают корковой пробкой и взбалтывают до полного растворения «пирогаллола А» (растворение «пирогаллола А» сопровождается разогреванием). Полученный темнокоричневый раствор охлаждают до комнатной температуры и помещают в поглотительный сосуд газоанализатора.

Для испытания поглотительной способности с испытуемым раствором «пирогаллола А» производят анализ 50 проб воздуха. Объем пробы воздуха для каждого анализа 100 *мл*. При анализе каждой пробы отсчитывают число прокачиваний воздуха, при котором наступает полное поглощение кислорода.

Полное поглощение кислорода должно давать уменьшение объема воздуха от 20,6% (нижний предел) до 21% (верхний предел).

Препарат считают соответствующим стандарту, если при анализе 30-й пробы воздуха число прокачиваний через испытуемый раствор не превышает 6, а при анализе 50-й пробы воздуха не превышает 9.

Примечания:

1. Воздух в помещении, где производят испытание, не должен быть загрязнен посторонними газами и парами.

2. Общая продолжительность 6 прокачиваний воздуха через испытуемый раствор должна составлять 2—5 мин., причем при каждом прокачивании жидкость в поглотительном сосуде должна подниматься до метки на шейке сосуда.

10. Определение содержания свободной уксусной кислоты

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 0,01 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

б) *Описание определения*

1 *г* «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в коническую колбу (с притертой пробкой) емкостью 100 *мл* и встряхивают с 20 *мл* воды в течение 5 мин.

Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр и промывают его 10 *мл* воды, присоединяя промывные воды к основному фильтрату. К полученному раствору прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором едкого натра до появления неисчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания, которое наблюдают сравнивая его с окрашиванием контрольной пробы, содержащей 1 *г* «пирогаллола А» и приготовленной таким же образом, как и испытуемая проба. Содержание свободной уксусной кислоты в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{v \cdot 0{,}0006005 \cdot 100}{G} = \frac{0{,}06005 \quad v}{G},$$

где:

v — объем точно 0,01 н раствора едкого натра, пошедший на титрование, в *мл*;

G — навеска «пирогаллола А» в *г*;

0,0006005 — количество уксусной кислоты, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора едкого натра, в *г*.

11. Определение остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835.

б) *Описание определения*

5 *г* «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают во взвешенный тигель, смачивают 1 *мл* серной кислоты и нагревают на песочной бане до прекращения выделения паров серной кислоты, а затем прокаливают до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более 5 *мг*.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

12. «Пирогаллол А» упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—50. Вид упаковки Б-8. Вес нетто: 0,25; 0,5; 1,0 *кг*. К каждой банке прилагают инструкцию по «пирогаллола А».

gost.e-ecolog.ru

Л75824 Стандартгиз. Подп. к печ. 20/XII 1952 г. 0,375 п. л. Тир. 6000

Тип. «Московский печатник». Зак. 2851