

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

МЕТАНОЛ-ЯД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 6995—77

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.261-41:006.354 Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Реактивы

МЕТАНОЛ-ЯД

Технические условия

Reagents. Methanol-poison.
Specifications

ГОСТ 6995—77*

Взамен ГОСТ 6995—67

ОКП 26 3211 0590 09

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 1 июня 1977 г. № 1407 срок введения установлен

с 01.01.79

Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 835 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на метанол-яд, который представляет собой бесцветную жидкость с запахом и вкусом, напоминающим этиловый спирт

Формула CH_3OH.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 32,04.

Допускается изготовление метанола-яда по ИСО 6353-2—83 (Р 18) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (январь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1984 г., июле 1992 г. (ИУС 2—85, 10—92).*

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1997

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Метанол-яд должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1 2 По физико-химическим показателям метанол-яд должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл 1

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х ч)	Чистый для анализа (ч д а)	Чистый (ч)
	ОКП 26 3211 0593 06	ОКП 26 3211 0592 07	ОКП 26 3211 0591 08
1 Внешний вид	Прозрачная бесцветная жидкость		
2 Массовая доля метанола (CH_3OH), %, не менее	99,5	99,5	99,0
3 Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0005	0,0005	0,0010
4 Массовая доля кислот в пересчете на муравьиную кислоту, %, не более	0,001	0,001	0,002
5 Массовая доля щелочей в пересчете на NH_3, %, не более	0,0002	0,0003	0,0005
6 Массовая доля альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон, %, не более	0,001	0,002	0,004
7 Массовая доля железа, %, не более	0,00001	0,00005	0,00020
8 Массовая доля общей серы, %, не более	0,0005	0,0005	0,0008
9 Массовая доля веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, в пересчете на кислород, %, не более	0,0005	0,0005	0,0005
10 Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п 3 11		
11 Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,05	0,10
12 Смешиваемость с водой	Должен выдерживать испытание по п 3 13		

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Метанол-яд сильно действует на нервную и сосудистую систему. При попадании метанола в организм (через легкие, кожу, желудок) типичны поражения зрительного нерва и сетчатки глаз Тяжелое отравление, сопровождающееся слепотой, может быть вызвано 5—10 г метанола. Смертельная доза — 30 г. Пары метилового спирта сильно раздражают оболочки дыхательных путей и глаз.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2а.2. Предельно допустимая концентрация метанола в воздухе рабочей зоны 5 мг/м^3. Метанол относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005—88. ПДК в воде хозяйственно-питьевого назначения 3,0 мг/дм^3 (показатель вредности — санитарно-токсикологический).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.3. При проведении всех видов работ с метанолом необходимо строго соблюдать общие санитарные правила по хранению и применению метанола, утвержденные Министерством здравоохранения СССР.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2а.4. Метанол — легковоспламеняющаяся жидкость. Температура кипения 64,7 °С, температура вспышки 6 °С, температура воспламенения 13 °С, температура самовоспламенения 440 °С, концентрационные пределы воспламенения: нижний 6,98 % (по объему), верхний 35,5 % (по объему); температурные пределы воспламенения: нижний 5 °С, верхний 39 °С; минимальное взрывоопасное содержание кислорода (МВСК) 10,48 % (по объему).

Категория и группа взрывоопасной смеси 11А-12.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2а.5. При работе с метанолом необходимо применять средства индивидуальной защиты от попадания препарата на кожные покровы и слизистые оболочки, а также соблюдать правила личной гигиены.

2а.6. Все рабочие помещения, в которых проводятся работы с метанолом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией, анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2а.5, 2а.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2а.7. При попадании метанола на кожу необходимо немедленно промыть это место теплой водой с мылом.

2а.8. Все работы с метанолом следует проводить вдали от огня.

Средства пожаротушения: распыленная вода, пена, порошок ПСБ (крупные проливы), углекислота, вода (малые очаги).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 1,4 кг (1,8 дм^3). Метанол-яд для анализа отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение внешнего вида

Определение проводят по ГОСТ 14871—76. Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого метанола не будет отличаться от окраски дистиллированной воды.

3.3. Определение массовой доли метанола

Метод заключается в газохроматографическом разделении примесей и основного компонента, их регистрации с помощью пламенно-ионизационного детектора и обработке результатов по методу «внутренней нормализации» с учетом градуировочных коэффициентов.

Массовую долю метанола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_{\text{воды}}),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей определяемых газохроматографически, %;

$X_{\text{воды}}$ — массовая доля воды, определяемая по п. 3.12, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3.1. *Определение массовой доли органических примесей*

3.3.1.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая набивная составная общей длиной 6,5 м, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Интегратор электронный или лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 и линейка металлическая по ГОСТ 427—75 или планиметр.

Носитель твердый с минимальными адсорбционными свойствами с частицами размером 0,2—0,315 мм: хромосорб PAW, целит 545 или динохром Н.

Фаза жидкая неподвижная: полиэтиленгликоль 400, полиэтиленгликоль 1500, сорбит пищевой, твин — 60.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74, высший сорт.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

3.3.1.2. *Подготовка к анализу*

Для разделения примесей используют составную колонку: колонка № 1 длиной 4,5 м содержит 20 % сорбита и 5 % твина-60 на хромосорбе PAW; колонка № 2 длиной 2 м содержит 20 % полиэтиленгликоля 400 на целите 545.

Пищевой сорбит массой 20 г и твин-60 массой 0,5 г растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды. В раствор насыпают 100 г твердого носителя, раствор выпаривают на водяной бане досуха при 80—90 °С при постоянном перемешивании. Полученный наполнитель окончательно высушивают в сушильном шкафу при 80—90 °С в течение 2—3 ч и заполняют им колонку № 1.

20 г полиэтиленгликоля 400 растворяют в 300 см^3 ацетона, в раствор насыпают 100 г твердого носителя и выпаривают раствор на водяной бане досуха при 40—50 °С при постоянном перемешивании. Затем заполняют колонку № 2.

Заполненные колонки помещают в термостат хроматографа в порядке их нумерации. Колонки стабилизируют в течение 16 ч при 95 °С в слабом токе азота, не присоединяя к детектору.

3.3.1.1—3.3.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3.1.3. *Проведение анализа*

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

Условия работы хроматографа

Температура колонки, °С	80—90
Температура испарителя, °С	140—160
Расход азота (газа-носителя), $см^3$/мин	30—35
Входное сопротивление, Ом	10^{-8}, 10^{-12}
Шкала регистратора, мВ	10
Время анализа, мин	60

При установившемся режиме в испаритель хроматографа микрошприцем вводят 2 $мм^3$ анализируемой пробы.

Последовательность выхода компонентов из колонки, относительное время удерживания и градуировочные коэффициенты приведены в табл. 2.

Таблица 2

Компонент	Относительное время удерживания	Градуировочный коэффициент
Метан	0,19	1,00
Диметиловый эфир	0,23	2,88
Метилаль	0,31	2,63
Метиловый эфир муравьиной кислоты	0,37	3,75
Акролеин+метилэтилкетон	0,40	1,95
Изомасляный альдегид	0,48	1,75
Неидентифицированный	0,54	1,75
Вторичный бутиловый спирт	0,69	1,80
Этиловый спирт	0,80	2,66
Метиловый спирт	1,00	3,34

3.3.1.4. *Обработка результатов*

Массовые доли компонентов определяют методом внутренней нормализации с учетом градуировочных коэффициентов. Запись пиков примесей проводят с входным сопротивлением 10^{-12} Ом, запись пика метанола проводят при переключении на входное сопротивление 10^{-8} Ом.

Массовую долю каждого компонента (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{h_i \cdot \tau_i \cdot 100 \cdot K_i}{\Sigma (h_i \ \tau_i) \cdot K_i},$$

где h_i — высота пика, мм;

τ_i — время удерживания i-го компонента, мм;

K_i — градуировочный коэффициент для i-го компонента.

Градуировочные коэффициенты определяют по искусственным смесям, близким по количественному составу к анализируемой пробе по ГОСТ 21533—76.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.3.1.3, 3.3.1.4 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86 из навески массой 200 г (250 $см^3$). Выпаривание проводят на водяной бане.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа составляет ±30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Определение массовой доли кислот в пересчете на муравьиную кислоту

3.5.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 6—2—2 или 7—2—3 по НТД.

Колба Кн-1—250—19/26 по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 3 (4)—2—1 по НТД.

Цилиндр 1 (3)—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/$дм^3$ (0,01 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.5.2. *Проведение анализа*

25 см^3 воды помещают в коническую колбу, прибавляют 0,1 см^3 раствора фенолфталеина и затем осторожно из бюретки по каплям — раствор гидроокиси натрия до тех пор, пока появившаяся розовая окраска будет сохраняться в течение 1 мин. Затем к раствору прибавляют 50 см^3 препарата, перемешивают и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.

3.5.1, 3.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислот в пересчете на муравьиную кислоту (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \ 0{,}00046 \cdot 100}{50 \ 0{,}79},$$

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

0,79 — плотность препарата, г/см^3;

0,00046 — масса муравьиной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа составляет ±10 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. Определение массовой доли щелочей в пересчете на NH_3

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 6—2—2 или 7—2—3 по НТД.

Колба Кн-1—250—19/26 по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 3 (4)—2—1 по НТД.

Цилиндр 1 (3)—50 (25)—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) или

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н), готовят по ГОСТ 25794 1—83

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919 1—77

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3 6 2 *Проведение анализа*

25 см^3 препарата помещают цилиндром в коническую колбу содержащую 25 см^3 воды, перемешивают, прибавляют 0,1 см^3 раствора метилового красного и титруют из бюретки раствором соляной или серной кислоты до изменения окраски раствора из желтой в розовую

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3 6 3 *Обработка результатов*

Массовую долю щелочей в пересчете на NH_3 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \ 0{,}00017 \ 100}{25 \ 0{,}79},$$

где V — объем раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3,

0,79 — плотность препарата, г/см^3,

0,00017 — масса аммиака, соответствующая 1 см^3 раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа составляет ±15 % при доверительной вероятности P = 0,95

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3 7 Определение массовой доли альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон

3 7 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-2—50—18 (22, 34) по ГОСТ 25336—82

Пипетка 5 (6)—2—5 (10) по НТД

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72

Раствор, содержащий ацетон, готовят по ГОСТ 4212—76, соответ-

ствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 ацетона.

Реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517—87.

3.7.2. *Проведение анализа*

2,5 см^3 (2 г) препарата помещают пипеткой в коническую колбу, прибавляют 4 см^3 воды и 5 см^3 реактива Несслера.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 15 мин опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата химически чистый ..... —0,02 мг $(CH_3)_2CO$,
для препарата чистый для анализа ..... —0,04 мг $(CH_3)_2CO$,
для препарата чистый ..... —0,08 мг $(CH_3)_2CO$

и 5 см^3 реактива Несслера.

При проведении анализа реактив Несслера следует прибавлять в анализируемый раствор и раствор сравнения одновременно.

3.7.1, 3.7.2 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75.

При этом 63 см^3 (50 г) препарата «химически чистый» и «чистый для анализа» или 13 см^3 (10 г) препарата «чистый» помещают цилиндром вместимостью 100 или 25 см^3 (ГОСТ 1770—74) в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (ГОСТ 25336—82), прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты, 10 см^3 воды и нагревают на водяной бане до уменьшения объема раствора примерно до 10 см^3. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, прибавляют 10 см^3 воды, перемешивают и далее определение проводят сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата химически чистый ..... —0,005 мг,
для препарата чистый для анализа ..... —0,025 мг,
для препарата чистый ..... —0,020 мг.

Допускается заканчивать определение визуально в объеме 25 см^3.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически

3 9 Определение массовой доли общей серы

Определение проводят по ГОСТ 10671 5—74

При этом 5 $см^3$ (4 г) препарата помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ с меткой на 26 $см^3$ и прибавляют 1 $см^3$ раствора гидроокиси калия с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517—87) К колбе подсоединяют холодильник типа ХПТ-1—100 (200)—14/23 (ГОСТ 25336—82) и нагревают в течение 15 мин на водяной бане Затем холодильник смывают небольшим количеством воды, отсоединяют колбу от холодильника и выпаривают раствор до объема 1—2 $см^3$ К оставшемуся раствору прибавляют 0,5 $см^3$ бромной воды (готовят по ГОСТ 4517—87) и нагревают в течение 5 мин на водяной бане Затем прибавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, 10—15 $см^3$ воды, нагревают до кипения и кипятят до удаления брома (до обесцвечивания раствора) Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят объем раствора водой до 26 $см^3$ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом без добавления солянои кислоты Расчет ведут на серу При этом раствор, содержащий серу, готовят по ГОСТ 4212—76

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса серы не будет превышать

для препарата химически чистый	—0,02 мг,
для препарата чистый для анализа	—0,02 мг,
для препарата чистый	—0,03 мг

При необходимости в результат анализа вносят поправку на массовую долю серы в применяемых растворах гидроокиси калия и бромной воды, определяемую контрольным опытом

При разногласиях в оценке массовой доли серы анализ проводят фототурбидиметрическим методом

3 8, 3 9 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3 10 Определение массовой доли веществ, восстанавливающих марганцовокислый калий, в пересчете на кислород

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 10 1 *Аппаратура, реактивы и растворы*

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336—82

Пипетка 3 (4)—2—1 по НТД.

Цилиндр 1 (3)—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор молярной концентрации точно c (1/5 $KMnO_4$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), свежеприготовленный, готовят по ГОСТ 25794.2—83 (1 см^3 этого раствора соответствует 0,00008 г кислорода).

3.10.2. *Проведение анализа*

20 см^3 (15,8 г) препарата помещают цилиндром в коническую колбу, охлаждают до 15 °С и прибавляют пипеткой 1 см^3 раствора марганцовокислого калия.

Содержимое колбы осторожно перемешивают и колбу помещают в водяную баню с температурой 15 °С в темное место.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если по истечении 30 мин сохранится розовая окраска раствора.

3.10.1, 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.11. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты

Определение проводят по ГОСТ 14871—76.

При этом 10 см^3 препарата помещают пипеткой в коническую колбу вместимостью 50 см^3 (ГОСТ 25336—82). Колбу с препаратом помещают в водяную баню температурой 8—10 °С и осторожно по стенке колбы прибавляют пипеткой небольшими порциями 10 см^3 серной кислоты, выдерживающей пробу Савалля, непрерывно перемешивая содержимое колбы. Далее определение проводят визуальным методом бихроматной шкалы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора:

для препарата химически чистый и чистый для анализа не будет интенсивнее окраски 20 см^3 серной кислоты;

для препарата чистый не будет интенсивнее окраски раствора сравнения с показателем цветности 2 бихроматной шкалы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12. Определение массовой доли воды

Определение проводят по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера визуальным (способ 3) или электрометрическим титрованием.

Масса навески препарата 10 г (12,6 см^3).

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят электрометрическим титрованием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13. Испытание на смешиваемость с водой

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.13.1. *Аппаратура и реактивы*

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 2 (4)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.13.2. *Проведение анализа*

15 $см^3$ препарата смешивают с 45 $см^3$ дистиллированной воды в конической колбе или цилиндре из бесцветного стекла.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 1 ч при наблюдении в проходящем свете на темном фоне анализируемый раствор нельзя будет отличить от воды (60 $см^3$), помещенной в такую же колбу или цилиндр.

Допускается проводить сравнение в одинаковых пробирках из бесцветного стекла вместимостью 100 $см^3$ при наблюдении по оси пробирок.

3.13.1, 3.13.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 3—1, 3—2, 3—5, 3—8, 8—1, 8—2, 10—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII. Индифферентный материал — шлаковата или другой негорючий уплотняющий материал.

На тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (класс опасности 3, подкласс 3.2, основной черт. 3 и дополнительный 6а, классификационный шифр 3222) и серийный номер ООН 1230.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

4.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в сухом прохладном помещении для огнеопасных веществ. Склянки должны быть наполнены не более чем на 90 % объема.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5 1 Изготовитель гарантирует соответствие метанола-яда требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения

5 2 Гарантийный срок хранения — 6 мес со дня изготовления

Разд 5 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд 6 **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353—2—83
Реактивы для химического анализа.
Часть 2. Технические условия. Первая серия
Р 18. Метанол CH_3OH

Относительная молекулярная масса 32,04

Р 18 1 Технические требования

Массовая доля метанола (CH_3OH), %, не менее	99,8
Плотность, г/см^3	0,791—0,793
Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,001
Кислотность (в миллимолях H^+), не более	0,065/100 г
Щелочность (в миллимолях OH^-), не более	0,02/100 г
Массовая доля веществ, восстанавливающих $KMnO_4$, в пересчете на кислород (О), %, не более	0,0005
Легко обугливающиеся вещества	Должен выдерживать испытание
Массовая доля карбонильных соединений в пересчете на (СО), %, не более	0,005
Массовая доля воды, %, не более	0,2

Р 18 2 Методы анализа

Р 18 2 1 *Определение массовой доли метанола*

Определение проводят в соответствии с ОМ 34* при следующих условиях

Неподвижная фаза	20 % карбовакс 400

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

Носитель	Хромосорб W 0,18—0,25 мм (60—80 меш ASTM)
Длина колонки, м	2
Внутренний диаметр колонки, мм	5
Материал, из которого изготовлена колонка	Нержавеющая сталь
Температура колонки, °С	50
Температура испарителя, °С	150
Температура детектора, °С	150
Тип детектора	Катарометр
Газ-носитель	Гелий
Скорость потока, $см^3$/мин	30
Объем анализируемой пробы, $мм^3$	5

Р18 2 2 *Определение плотности*

Определение проводят в соответствии с ОМ24 1 *

Р18 2 3 *Определение массовой доли нелетучего остатка*

100 г (126 $см^3$) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 14*

Масса остатка не должна превышать 1 мг

Р 18 2 4 *Определение кислотности*

79 г (100 $см^3$) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13 1*, титруя его раствором гидроокиси натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,01 моль/$дм^3$ по фенолфталеину (ИР 4 3 9)**

Объем титрованного раствора гидроокиси натрия не должен превышать 5,2 $см^3$

Р 18 2 5 *Определение щелочности*

79 г (100 $см^3$) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13 1*, титруя его раствором серной кислоты концентрации точно c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/$дм^3$ по метиловому красному (ИР 4 3 6)**

Объем титрованного раствора серной кислоты не должен превышать 1,6 $см^3$

Р 18 2 6 *Определение массовой доли веществ, восстанавливающих $KMnO_4$*

16 г (20 $см^3$) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 19 1*, прибавляя 0,1 $см^3$ раствора марганцовокислого калия массовой концентрации 3,16 г/$дм^3$ Анализируемый раствор выдерживают в течение 10 мин при температуре 15 °С

Розовая окраска раствора не должна полностью исчезать

---

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

** Индикаторные растворы (ИР) — по ИСО 6353—1—82

Р 18.2.7. *Определение легко обугливающихся веществ*

10 $см^3$ серной кислоты (95±0,5 %) охлаждают до 10 °С и прибавляют по каплям при постоянном перемешивании 10 $см^3$ испытуемого образца, поддерживая температуру смеси ниже 20 °С.

Полученный раствор должен быть бесцветным или интенсивность его окраски не должна превышать интенсивность окраски раствора серной кислоты или испытуемого образца.

Р 18.2.8. *Определение массовой доли карбонильных соединений*

4 г (5 $см^3$) испытуемого образца разбавляют до 20 $см^3$ метанолом, не содержащим карбонильных соединений. 2 $см^3$ полученного раствора анализируют в соответствии с ОМ 23.

Готовят контрольный раствор, используя 2 $см^3$ карбонилсодержащего раствора сравнения II (2 $см^3$ = 0,005 % CO).

Карбонилсодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением метанолом в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1:100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 10,43 г ацетона, соответствующего 5,0 г CO, взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, содержащей 50 $см^3$ метанола, не содержащего карбонильных соединений, разбавляют до метки тем же метанолом и тщательно перемешивают. 20 $см^3$ этого раствора разбавляют до метки в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и перемешивают. Для всех разбавлений применяют метанол, не содержащий карбонильных соединений.

Метанол, не содержащий карбонильных соединений, готовят следующим образом: к 2 $дм^3$ метанола добавляют 10 г 2,4-динитрофенилгидразина и 0,5 $см^3$ соляной кислоты, кипятят с обратным холодильником 2 ч, после чего перегоняют, отбрасывая первые 50 $см^3$ дистиллята. В процессе перегонки метанол перемешивают с помощью магнитной мешалки во избежание переброса. Полученный таким образом метанол, не содержащий карбонильных соединений, будет сохраняться неограниченно долго при условии хранения в плотно закупоренной бутылке.

Р 18.2.9. *Определение массовой доли воды*

8 г (10 $см^3$) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 12* используя 20 $см^3$ метанола в качестве растворителя.

---

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353—1—82
Реактивы для химического анализа.
Часть 1. Общие методы испытаний

4 3 Растворы индикаторов (ИР)

4 3 6 *Метиловый красный (ИР 4 3 6)*

25 мг тонко измельченного метилового красного нагревают с 0,95 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 0,2 % и 5 $см^3$ раствора этанола с объемной долей 95 % После полного растворения добавляют 125 $см^3$ этанола с объемной долей 95 % и разбавляют водой до объема 250 $см^3$

4 3 9 *Фенолфталеин (ИР 4 3 9)*

2,5 г фенолфталеина растворяют в 250 $см^3$ раствора этанола с объемной долей 95 %

5. Общие методы анализа (ОМ)

5 12 Определение массовой доли воды (ОМ 12)

Определение проводят методом Карла Фишера, следуя указаниям ГОСТ 14870—77*

5 13 Определение кислотности и щелочности (ОМ 13)

5 13 1 *Определение кислотности и щелочности жидкостей, смешивающихся с водой (ОМ 13 1)*

5 13 1 1 *Методика анализа*

100 $см^3$ воды помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и кипятят в течение 5 мин для удаления двуокиси углерода Дав раствору слегка охладиться, добавляют к нему указанный объем анализируемого раствора и осторожно кипятят еще 5 мин Затем колбу закрывают притертой пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой с натронной известью, и дают раствору остыть до комнатной температуры Затем добавляют указанный индикатор и титруют указанным титрованным раствором до достижения соответствующей конечной точки титрования, устойчивой в течение 15 с

5 13 1 2 *Обработка результатов*

Кислотность или щелочность (в миллимолях H^+ или OH^- на 100 г продукта) определяют по формуле

---

* Применяют до введения ИСО 760—78 в качестве государственного стандарта

$$\frac{V\ c}{m} \cdot 100,$$

где V — объем титрованного раствора, израсходованный на титрование, $см^3$,

c — концентрация титрованного раствора в H^+ или OH^-, моль/$дм^3$,

m — масса образца, находящаяся в указанном объеме анализируемого раствора, г.

5.14. Определение массовой доли нелетучего остатка (ОМ 14).

Указанную навеску упаривают досуха на кипящей водяной бане в подходящей взвешенной посуде вместимостью приблизительно 150 $см^3$ (платиновой, стеклянной, кварцевой). Сушат до постоянной массы при (105±2) °С, как указано в стандарте на конкретный реактив.

5.19. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих перманганат калия (ОМ 19)

5.19.1. *Прямой метод (ОМ 19.1)*

Указанную анализируемую навеску или ее раствор помещают в подходящую бесцветную стеклянную колбу, снабженную пришлифованной стеклянной пробкой, и добавляют указанный объем раствора перманганата калия концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$. Колбу закрывают пробкой и оставляют в защищенном от света месте при заданной температуре в течение указанного времени. Проверяют, имеет ли место остаточная окраска раствора.

5.23. Определение массовой доли карбонильных соединений (ОМ 23)

Указанную навеску испытуемого образца или его раствор помещают в цилиндр из бесцветного стекла, снабженный пришлифованной стеклянной пробкой, добавляют 1 $см^3$ раствора 2,4-динитрофенилгидразина, цилиндр закупоривают, встряхивают и дают постоять 30 мин. Затем добавляют 8 $см^3$ пиридина, 2 $см^3$ воды и 2 $см^3$ раствора гидроксида калия в метаноле, встряхивают, дают постоять 10 мин и разбавляют до объема 25 $см^3$ метанолом, не содержащим карбонильных соединений.

Сравнивают интенсивность темно-красной окраски полученного раствора с интенсивностью окраски раствора, полученного при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора. Раствор 2,4-динитрофенилгидразина готовят следующим образом: 50 мг 2,4-динитрофенилгидразина растворяют в смеси, состоящей из 25 $см^3$ метанола, не содержащего карбонильных соединений, и 2 $см^3$ соляной кислоты, и разбавляют до объема 50 $см^3$ водой.

Раствор годен в течение 2 недель.

Раствор гидроксида калия в метаноле готовят следующим образом: 15,0 $см^3$ раствора гидроксида калия с массовой долей 33 % смешивают с 50 $см^3$ метанола, не содержащего карбонильных соединений.

Полученный раствор годен в течение 2 недель

5 24 Денситометрия (ОМ 24)

5 24 1 *Пикнометрический метод (ОМ 24 1)*

5 24 1 1 *Методика анализа*

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

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 — кажущаяся масса навески испытуемого вещества, г,

m_2 — кажущаяся масса навески воды, г,

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

A — поправка к массе при взвешивании на воздухе,

$A = \rho_a V$, где ρ_a — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 $г/см^3$), V — объем пикнометра, $см^3$

5 3 4 *Газовая хроматография (ОМ 34)*

Следуют общим указаниям ГОСТ 21533—76

Приложения 1, 2 **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *С И Фирсова*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 13 03 97 Подписано в печать 08 04 97
Усл печ л 1,16 Уч -изд л 1,10 Тираж 266 экз С405 Зак 291

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6

gost.e-ecolog.ru