ГОСТ 25742.5—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

БЗ 12—2005

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 761.721.543.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения перманганатного числа

ГОСТ 25742.5—83

Technical methanol-poison.
Method of permanganate number determination

МКС 71.080.60
ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 ноября 1983 г. № 5379 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 8—93)

Настоящий стандарт распространяется на технический метанол-яд и устанавливает метод определения перманганатного числа.

Сущность метода заключается во взаимодействии раствора марганцовокислого калия с примесями, содержащимися в анализируемом метаноле, и определении времени, в течение которого наступает выравнивание цвета анализируемой пробы с раствором сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ПРИБОРЫ, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Термостат любой марки, поддерживающий температуру (15 ± 0,5) °С.

Секундомер.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200г или ВЛЭ-200г.

Колба 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 2, 10 $см^3$.

Термометр лабораторный с пределами измерения от 0 °С до 55 °С, ценой деления 0,1 °С, погрешностью ± 0,2 °С.

Цилиндр 2(4)—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525—77, ч. д. а.

Уранил азотнокислый.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, х. ч., раствор с массовой долей 0,04 %, готовят по п. 2.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., плотностью 1,19 $г/см^3$ и разбавленная 1:1 (по объему).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, трижды перегнанная.

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. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Раствор с массовой долей марганцовокислого калия 0,04 % готовят следующим образом: взвешивают 0,4000 г марганцовокислого калия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной воде, доводят до метки и тщательно перемеши-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (май 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1990 г., в феврале 1993 г. (ИУС 4—91, 8—93).

© Издательство стандартов, 1984
© Стандартинформ, 2007

вают (раствор А). 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки той же водой и тщательно перемешивают (раствор Б).

Растворы А и Б устойчивы в течение 3 сут.

2.2. Контрольный раствор готовят следующим образом: взвешивают 0,1250 г хлористого кобальта и 0,1400 г азотнокислого уранила, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Контрольный раствор готовят один раз в месяц.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Стеклянная посуда, применяемая для приготовления и хранения раствора марганцовокислого калия и для проведения испытания, должна быть промыта раствором соляной кислоты и не менее десяти раз трижды перегнанной дистиллированной водой.

2.4. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Анализ проводят в помещении, защищенном от прямого попадания солнечного света.

В два одинаковых цилиндра помещают по 50 см^3 анализируемого метанола, предварительно ополоснув их тем же метанолом, и в один такой же цилиндр — 50 см^3 контрольного раствора.

Цилиндры с анализируемым метанолом устанавливают в термостат и в течение 20 мин выдерживают при (15 ± 0,5) °С.

После выдержки прибавляют в цилиндры по 1 см^3 раствора Б, отмечая время момента прибавления. Цилиндры закрывают пробками, перемешивают и снова помещают в термостат, затем следят за изменением цвета раствора в цилиндрах, вынимая их на короткое время из термостата и сравнивая по вертикали на белом фоне с раствором сравнения.

Отмечают время, за которое цвет анализируемого раствора станет одинаковым с цветом раствора сравнения.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 6 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — ± 3 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат округляют до той степени точности, с которой задана норма.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ПРОБЫ

4.1. Область применения

Измерение времени, необходимого для выравнивания цвета анализируемой пробы метанола (50 см^3) после добавления к ней 2 см^3 (0,2 г/дм^3) перманганата калия с цветовым стандартом.

4.2. Сущность метода

Метод заключается в добавлении к анализируемой пробе в установленных условиях раствора перманганата калия и определении времени, необходимого для выравнивания цвета анализируемого метанола с цветовым образцом (хлорида кобальта и нитрата уранила).

4.3. Реактивы

Для анализа используют реактивы квалификации не ниже ч. д. а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты, а также:

4.3.1. Перманганат калия, раствор массовой концентрации 0,2 г/дм^3. Для приготовления раствора используют воду, предварительно прокипяченную в течение 30 мин с разбавленным раствором перманганата калия до стойкой бледно-розовой окраски.

Перед приготовлением раствора воду охлаждают до температуры окружающей среды. Раствор готовят перед использованием, предохраняют от воздействия света. Допускается хранение раствора в течение 3 сут.

4.3.2. Цветовой стандарт — раствор хлорида кобальта (II) и нитрата уранила. К 5 см^3 раствора (50 г/дм^3) хлорида кобальта (II) ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) добавляют 7 см^3 раствора (40 г/дм^3) нитрата уранила [$UO_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] и разбавляют водой до 50 см^3.

Раствор готовят на суточную потребность. Допускается хранение в течение 3 сут.

4.4. Аппаратура

Примечание. Следует тщательно подготовить стеклянную посуду для предотвращения загрязнения анализируемой пробы.

Обычная лабораторная аппаратура.

4.4.1. Баня водяная, обеспечивающая регулирование температуры (15 ± 0,2) °С.

4.4.2. Два цилиндра из прозрачного бесцветного стекла с пришлифованными пробками вместимостью 100 см^3 с отметкой на 50 см^3.

4.4.3. Бюретка вместимостью 10 см^3 с ценой деления 0,05 см^3.

4.5. Методика анализа

4.5.1. Анализируемая проба

Проводят испытание как можно быстрее после получения пробы.

Примечание. Пробу хранят в чистой склянке с герметично закрывающейся пробкой в темном месте. Склянка должна быть полностью заполнена пробой. При герметизации склянки следует принять меры для предотвращения загрязнения содержимого.

Промывают один из цилиндров вначале 15—20 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 30 % (плотность 1,193 г/см^3), далее — шесть раз питьевой водой, дважды — дистиллированной водой и окончательно — анализируемой пробой. Сразу же наполняют цилиндр до отметки анализируемой пробой при температуре около 15 °С.

4.5.2. Проведение анализа

Второй цилиндр наполняют до отметки цветовым стандартом.

Устанавливают цилиндр, содержащий анализируемую пробу, в водяной бане температурой (15 ± 0,2) °С так, чтобы уровень воды в бане был приблизительно на 25 мм ниже шейки цилиндра. Через 15 мин вынимают цилиндр из водяной бани, бюреткой добавляют 2,0 см^3 раствора перманганата калия и отмечают время. Немедленно закрывают пробкой цилиндр, встряхивают и помещают его в водяную баню.

Вынимают цилиндр из водяной бани с интервалом в 1 мин и сравнивают цвет по вертикали на белом фоне с цветом цветового стандарта.

Цветовой стандарт предохраняют от воздействия яркого дневного света. Отмечают время, при котором цвет анализируемой пробы соответствует цвету цветового стандарта.

4.6. Обработка результатов

Отмечают время в минутах от момента добавления раствора перманганата калия до выравнивания цвета анализируемой пробы с цветом цветового стандарта.

4.7. Протокол анализов

Протокол анализов для каждого определения должен включать следующие данные:

1) наименование пробы;
2) ссылку на используемый метод;
3) результаты анализов;
4) любые нетипичные особенности, отмеченные при анализе.

Раздел 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.М. Капустина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.06.2007. Подписано в печать 21.06.2007. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,35. Тираж 122 экз. Зак. 491.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru ıfo@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru