ГОСТ 25742.2—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНЫХ КИСЛОТ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.721:543.852:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения свободных кислот

Methanol poison, technical.
Method of free acids determination

ГОСТ
25742.2—83

МКС 71.080.60
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает метод определения свободных кислот в техническом метаноле-яде в пересчете на муравьиную кислоту.

Сущность метода заключается в титровании разбавленной и не содержащей углекислоты пробы метанола раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Способ 1

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пипетка градуированная вместимостью 1 $см^3$.

Цилиндр 3—100—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$.

Колба Кн-1—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Холодильник типа ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Трубка с натронной известью.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Вода дистиллированная свободная от углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, ч.д.а., раствор молярной концентрации c (NaOH) = = 0,001 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака), растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

* С 01.07.2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 01.01.2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. 100 см^3 анализируемого продукта, имеющего температуру 20 °С, помещают в колбу, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и опускают несколько стеклянных шариков или кусочков неглазурованного фарфора. Содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 10 мин, затем холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой, снабженной трубкой с натронной известью, и охлаждают.

После охлаждения трубку с натронной известью отсоединяют, добавляют 0,5 см^3 фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без добавления метанола.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Массовую долю свободных кислот (X) в пересчете на муравьиную кислоту в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}00046 \cdot 100}{100 \cdot \rho},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого метанола, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

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

ρ — плотность метанола, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 6 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Способ 2

Определение щелочности или кислотности по фенолфталеину — по ИСО 1387—82 (4.6).

4. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Метод устанавливает определение в метаноле массовой доли кислоты не менее 0,0008 % в пересчете на муравьиную кислоту.

5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Разбавление анализируемого метанола водой, не содержащей диоксида углерода.

Кислотность или щелочность анализируемого метанола определяют по фенолфталеину. Если при этом установлено, что метанол имеет кислую среду, то определение кислотности необходимо проводить титрованием стандартным титрованным раствором гидроксида натрия.

6. РЕАКТИВЫ

6.1. Для анализа используют воду, не содержащую диоксида углерода, свежеприготовленную.

6.1.1. Приготовление воды, не содержащей диоксида углерода

Дистиллированную воду кипятят и охлаждают в колбе, закрыв пробкой, снабженной предохранительной трубкой с натронной известью.

6.2. Натрия гидроксид, стандартный титрованный раствор молярной концентрации c (NAOH) = 0,1 моль/дм^3.

6.3. Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор массовой концентрации 5 г/дм^3 готовят следующим образом: 0,5 г фенолфталеина растворяют в 100 см^3 раствора этилового спирта объемной концентрации 95 % и добавляют раствор гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски.

7. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная ниже.

Колба коническая вместимостью 500 см^3 из боросиликатного стекла с пришлифованной пробкой, снабженной предохранительной трубкой с натронной известью.

Бюретка вместимостью 10 см^3 с ценой деления 0,02 см^3.

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1. Анализируемая проба

Берут (100 ± 0,1) см^3 анализируемого метанола.

8.2. Проведение анализа

100 см^3 воды помещают в коническую колбу, добавляют 0,5 см^3 раствора фенолфталеина и прибавляют одну или две капли раствора гидроксида натрия до бледно-розовой окраски. Добавляют (100 ± 0,1) см^3 анализируемой пробы и 0,5 см^3 раствора фенолфталеина, устанавливают является ли раствор щелочным. Если он кислый, то титруют раствором гидроксида натрия, закрывая колбу пробкой и встряхивая ее содержимое после каждого добавления гидроксида натрия, до появления розовой окраски, устойчивой в течение 15 с.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Щелочной продукт

Указывают, что продукт является щелочным по фенолфталеину при окрашивании пробы в розовый цвет.

9.2. Кислый продукт

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

$$X = \frac{0{,}0046 \cdot V}{\rho},$$

где V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование анализируемого метанола, см^3;

ρ — плотность анализируемого метанола при 20 °С определяют по ГОСТ 2222 (п. 6.4), г/см^3;

0,0046 — масса муравьиной кислоты, соответствующая 1,00 см^3 раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

Примечание. Если концентрация используемого стандартного титрованного раствора отличается от оговоренной в перечне реагентов, необходимо ввести соответствующую поправку.

Разд. 4—9. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.04.83 № 1966

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. Стандарт соответствует СТ СЭВ 2965—81 и МС ИСО 1387—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1	ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 2222—95	9.2	ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 4328—77	1	ГОСТ 25794.1—83	1
ГОСТ 4517—87	1	ГОСТ 27025—86	1
ГОСТ 18300—87	1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ИЗДАНИЕ (май 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1989 г., июне 2000 г. (ИУС 10—89, 9—2000)

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.05.2010. Подписано в печать 15.07.2010. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 89 экз. Зак. 585.

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

gost.e-ecolog.ru