МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

БЗ 4—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 181 «Метанол, продукты органического и неорганического синтеза», Научно-исследовательским институтом «Химтехнология»

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 10 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

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

3 Приложение В настоящего стандарта содержит полный аутентичный текст п. 11 международного стандарта ИСО 1387—82 «Метанол для промышленного использования. Методы анализа» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны, выделенными в тексте курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 22 марта 2000 г. № 60-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2222—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2001 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2222—78

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 4
5 Правила приемки 5
6 Методы анализа 6
6.1 Отбор проб 6
6.2 Общие указания 6
6.3 Определение внешнего вида 6
6.4 Определение плотности 7
6.5 Определение смешиваемости с водой 7
6.6 Определение массовой доли воды 7
6.7 Определение массовой доли альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон (йодометрический метод) 7
6.8 Определение массовой доли нелетучего остатка после испарения 8
6.9 Определение удельной электрической проводимости 9
6.10 Определение цветности по платино-кобальтовой шкале 9
7 Транспортирование и хранение 9
8 Гарантии изготовителя 10
Приложение А Области применения технического метанола 10
Приложение Б Методика газохроматографического определения воды в метаноле 10
Приложение В Определение массовой доли альдегидов и кетонов (спектрофотометрический метод) 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical methanol.
Specifications

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический метанол, получаемый каталитическим синтезом из оксидов углерода и водорода, и устанавливает требования к метанолу, предназначенному для использования в химической, лесохимической, фармацевтической, нефтяной, газовой, микробиологической и других отраслях промышленности, а также для поставки на экспорт.

Формула: CH_3OH.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.011—78 Система стандартов безопасности труда. Смеси взрывоопасные. Классификация и методы испытаний

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.013—85* Система стандартов безопасности труда. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.026—76 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные и знаки безопасности

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97

Издание официальное

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20010—93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 22967—90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 25742.1—83 Метанол-яд технический. Метод определения температурных пределов перегонки

ГОСТ 25742.2—83 Метанол-яд технический. Метод определения свободных кислот

ГОСТ 25742.3—83 Метанол-яд технический. Метод определения серы

ГОСТ 25742.4—83 Метанол-яд технический. Газохроматографические методы определения этилового спирта

ГОСТ 25742.5—83 Метанол-яд технический. Метод определения перманганатного числа

ГОСТ 25742.6—83 Метанол-яд технический. Метод определения хлора

ГОСТ 25742.7—83 Метанол-яд технический. Метод определения аммиака и аминосоединений в пересчете на аммиак

ГОСТ 25742.8—85 Метанол-яд технический. Метод определения летучих соединений железа

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка

ГОСТ 26663—85 Пакеты транспортные. Формирование с применением средств пакетирования. Общие технические требования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29131—91 (ИСО 2211—73) Продукты жидкие химические. Метод измерения цвета в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Технические требования

3.1 Технический метанол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 В зависимости от назначения технический метанол выпускают марок А и Б, рекомендуемые области применения которых приведены в приложении А.

3.3 По физико-химическим показателям технический метанол должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки		Метод анализа
	А ОКП 24 2111 0130	Б ОКП 24 2111 0140	
1 Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость без нерастворимых примесей		По 6.3
2 Плотность при 20 °С, г/см^3	0,791—0,792		По 6.4
3 Смешиваемость с водой	Смешивается с водой без следов помутнения и опалесценции		По 6.5
4 Температурные пределы:			По ГОСТ 25742.1
предел кипения, °С	64,0—65,5		
99 % продукта перегоняется в пределах, °С, не более	0,8	1,0	
5 Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,08	По 6.6
6 Массовая доля свободных кислот в пересчете на муравьиную кислоту, %, не более	0,0015		По ГОСТ 25742.2
7 Массовая доля альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон, %, не более	0,003	0,008	По 6.7
8 Массовая доля летучих соединений железа в пересчете на железо, %, не более	0,00001	0,0005	По ГОСТ 25742.8
9 Испытание с перманганатом калия, мин, не менее	60	30	По ГОСТ 25742.5
10 Массовая доля аммиака и аминосоединений в пересчете на аммиак, %, не более	0,00001	—	По ГОСТ 25742.7
11 Массовая доля хлора, %, не более	0,0001	0,001	По ГОСТ 25742.6
12 Массовая доля серы, %, не более	0,0001	0,001	По ГОСТ 25742.3
13 Массовая доля нелетучего остатка после испарения, %, не более	0,001	0,002	По 6.8
14 Удельная электрическая проводимость, См/м, не более	$3 \cdot 10^{-5}$	—	По 6.9
15 Массовая доля этилового спирта, %, не более	0,01	—	По ГОСТ 25742.4
16 Цветность по платино-кобальтовой шкале, единицы Хазена, не более	5	—	По 6.10

Примечания

1 Требования к метанолу, предназначенному для экспорта, должны соответствовать требованиям контракта поставщика с иностранным покупателем.

2 Показатель 14 определяют в продукте, предназначенном для электровакуумной и электронной промышленности.

3 Показатели 1—3, 6, 8, 10—15 определяют по требованию потребителя.

3.4 Упаковка

3.4.1 Метанол заливают в специально выделенные железнодорожные цистерны без нижнего сливного прибора, автоцистерны, стальные бочки вместимостью 200 дм^3 по ГОСТ 13950.

При транспортировании метанола водным транспортом используют специальные контейнеры.

Не допускается заливать метанол в оцинкованные емкости.

Требования к таре — в соответствии с ГОСТ 26319.

3.4.2 При укрупнении грузовых мест (пакетировании) применяются поддоны любого типа и любые способы скрепления мест в пакете в соответствии с ГОСТ 26663.

3.4.3 Налив метанола в цистерны и бочки должен производиться через люк (отверстие в бочке) по шлангу, опущенному до дна. Сливают метанол при помощи насосов.

3.4.4 Степень (уровень) наполнения цистерн и бочек метанолом устанавливают с учетом полного использования вместимости, а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

3.4.5 Цистерны должны быть окрашены в желтый цвет с черной полосой и оборудованы предохранительным кожухом над крышкой люка.

Бочки должны быть окрашены в серый цвет, иметь обручи для катания. Отверстие для залива должно быть в торце бочки.

3.4.6 После налива цистерны, контейнеры и бочки должны быть герметично уплотнены и опломбированы отправителем.

3.4.7 Метанол для электровакуумной промышленности упаковывают в соответствии с ГОСТ 3885 в бутыли и в бутылки из стекла, не содержащего бора, с притертыми или корковыми пробками, защищенными полиэтиленовой или полимерной пленкой, и транспортируют в соответствии с правилами перевозки опасных грузов в специально выделенных крытых вагонах.

Для упаковки может быть использована тара следующей вместимости: 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1; 2; 3; 10; 20 дм^3.

Упаковка в стальные бочки допускается только по согласованию с потребителем.

Налив метанола в тару должен проводиться под азотной подушкой.

3.5 Маркировка

3.5.1 Маркировка железнодорожных цистерн, автоцистерн и контейнеров — в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

3.5.2 Транспортная маркировка бочек и транспортных пакетов должна соответствовать ГОСТ 14192 с нанесением следующих дополнительных данных, характеризующих продукцию:

- наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака, наименования страны (для экспорта);
- наименования продукта;
- номера партии и марки продукта;
- даты изготовления;
- массы нетто, брутто;
- обозначения настоящего стандарта.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, — по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.2, чертеж 3 основной и чертеж 6а дополнительный, классификационный шифр 3222), номер ООН 1230.

3.5.3 Маркировка упакованного метанола, предназначенного для электровакуумной промышленности, должна соответствовать требованиям ГОСТ 3885.

На стеклянную тару должна наклеиваться этикетка с надписями: «Метанол электровакуумный», «Яд», «Огнеопасно!» и изображением символа (череп и две скрещенные кости).

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

4.1 Метанол — особо опасная легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки 6 °С. Температура воспламенения 13 °С.

Температура самовоспламенения 440 °С. Температурные пределы распространения пламени:

нижний — 5 °С, верхний — 39 °С; концентрационные пределы распространения пламени 6,98 % — 35,5 % (об.).

Показатели взрывоопасности определяют по ГОСТ 12.1.004.

Категория и группа взрывоопасной смеси паров метанола с воздухом — IIА-Т2 по ГОСТ 12.1.011.

4.2 Пожаро- и взрывобезопасность в производстве должны обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

Электрооборудование и освещение должно быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

При работе с продуктом, сливно-наливных операциях должны соблюдаться требования электростатической искробезопасности по ГОСТ 12.1.018.

4.3 Метанол по степени воздействия на организм человека относится к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности) по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны — 5 мг/м^3, максимальная разовая концентрация в атмосферном воздухе населенных мест — 1 мг/м^3, среднесуточная — 0,5 мг/м^3.

4.4 Метанол обладает политропным действием с преимущественным воздействием на нервную систему, печень и почки. Обладает выраженным кумулятивным эффектом. Метанол представляет собой опасность, вплоть до смертельного исхода, при поступлении через желудочно-кишечный тракт. Острые отравления при вдыхании паров встречаются редко. Метанол обладает слабовыраженным местным действием на кожу, может проникать через неповрежденные кожные покровы (ПДУ загрязнения кожных покровов составляет 0,02 мг/см^2).

Симптомы отравления — головная боль, головокружение, тошнота, рвота, боль в желудке, общая слабость, раздражение слизистых оболочек, мелькание в глазах, а в тяжелых случаях — потеря зрения и смерть.

4.5 Контроль концентрации метанола в воздухе рабочей зоны должен проводиться одним из методов, утвержденных органами здравоохранения (фотометрический метод — МУ № 1674—77; газохроматографический метод — МУ № 4181—86; МУ № 2899—83; полярографический метод — МУ № 2902—83).

Периодичность контроля — по ГОСТ 12.1.005.

4.6 При работе с метанолом, транспортировании и хранении необходимо соблюдать «Общие санитарные правила при работе с метанолом» (№ 4132—86 от 18.07.86).

4.7 Производственные и лабораторные помещения, в которых проводятся работы с метанолом, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией и местной вентиляцией, соответствующими требованиям ГОСТ 12.4.021, обеспечивающими состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

4.8 В производственных помещениях, в которых проводится работа с метанолом, на видном месте должны быть расположены знаки 1.1; 1.2; 1.3; 2.1; 2.4 по ГОСТ 12.4.026.

4.9 Средства индивидуальной защиты: защитные очки по ГОСТ 12.4.013, резиновые перчатки по ГОСТ 20010, спецодежда и обувь по ГОСТ 12.4.103 в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

При высоких концентрациях паров (выше ПДК) следует использовать фильтрующий промышленный противогаз марок А, М или БКФ по ГОСТ 12.4.121.

4.10 В производственных помещениях должны быть предусмотрены: герметизация производственных процессов, запрещение применения открытого огня и источников искрообразования.

4.11 При возникновении очага загорания в качестве средств пожаротушения следует применять: распыленную воду, пену, огнетушащие порошки, углекислоту, воду.

4.12 Разлитый метанол с поверхностей удаляют сухими опилками, которые подлежат сжиганию в отдельно отведенном месте, а место разлива промывают струей воды.

4.13 Для защиты окружающей среды при изготовлении метанола должна быть предусмотрена герметизация технологического оборудования.

Контроль за соблюдением предельно допустимых выбросов (ПДВ) должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02.

Утилизация отходов должна осуществляться в соответствии с «Санитарными правилами порядка накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов» (№ 8180—84 от 28.12.84).

5 Правила приемки

5.1 Метанол принимают партиями. Партией считают любое количество метанола, но не более 1200 т, однородного по показателям качества и сопровождаемого одним документом о качестве.

5.2 Документ должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;
- наименование продукта и его марку;
- номер партии;
- массу брутто и нетто;
- дату изготовления;
- классификационный шифр по ГОСТ 19433;
- надписи: «Яд», «Огнеопасно»;
- результаты проведенных анализов и подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

Для проверки качества метанола на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта пробу отбирают от каждой цистерны или при заливе метанола в бочки — от 5 % бочек, но не менее двух бочек, если партия состоит менее чем из 40 бочек. Для метанола, залитого в бутыли или бутылки, объем выборки — по ГОСТ 3885.

Допускается у изготовителя при заливе метанола в цистерны отбирать пробу из товарного резервуара или из потока через 15 мин после начала залива цистерн. Пробу из потока отбирают не реже двух раз в неделю. Дополнительно для контроля качества метанола, залитого в цистерны, отбирают точечные пробы из каждой залитой цистерны, и объединенную пробу анализируют только по показателям 5 и 9 таблицы 1.

Результаты полученных анализов вносят в документ о качестве.

При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по всем показателям на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

6 Методы анализа

6.1 Отбор проб

6.1.1 Точечные пробы из железнодорожных и автомобильных цистерн отбирают пробоотборником по ГОСТ 2517 (рисунки 3, 6) на расстоянии 250 мм от дна цистерны. Объем точечной пробы — не менее 250 $см^3$.

Из бочек, бутылей и бутылок пробу отбирают чистой стеклянной трубкой диаметром 10—15 мм с оттянутым концом, погружая ее до дна.

Отбор проб из товарного хранилища производят после его заполнения до максимального уровня. Пробы отбирают с трех уровней.

6.1.2 Точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают. От объединенной пробы отбирают среднюю пробу объемом не менее 2 $дм^3$ и помещают ее в чистую сухую банку или бутылку, герметично закрывающуюся крышкой, изготовленной из материала, стойкого к продукту.

6.1.3 На посуду со средней пробой наклеивают этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы и предупредительных надписей: «Огнеопасно», «Яд».

6.2 Общие указания

Общие указания по проведению анализов — по ГОСТ 27025.

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

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

Результат анализа каждого показателя округляют до последнего знака, указанного для данного показателя в таблице технических требований.

Допускается применение других методик анализа, прошедших метрологическую аттестацию и имеющих точностные характеристики не ниже, чем характеристики методов, предусмотренных настоящим стандартом.

При разногласиях в оценке показателя качества анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте.

6.3 Определение внешнего вида

В цилиндр из бесцветного стекла диаметром 20 мм наливают такое количество анализируемого метанола, чтобы высота столба жидкости была 100 мм. Метанол должен быть бесцветным и прозрачным без нерастворимых примесей при рассматривании невооруженным глазом вдоль оси цилиндра на белом фоне при дневном свете или освещении лампой дневного света.

6.4 Определение плотности

Плотность определяют по ГОСТ 18995.1, раздел 1, денсиметром с ценой деления 0,001 г/см^3.

6.5 Определение смешиваемости с водой

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на добавлении воды к анализируемой пробе в определенных условиях и определении наличия опалесценции.

6.5.2 Посуда и реактивы

Термометр диапазоном измеряемых температур от 0 до 100 °С и с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндр 2-100-2 по ГОСТ 1770 или цилиндры Несслера.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.5.3 Проведение анализа

В цилиндр помещают 20 см^3 анализируемого метанола и разбавляют водой до 100 см^3. Перемешивают 2—3 мин при температуре (20±2) °С.

Во второй цилиндр помещают 100 см^3 воды и используют в качестве раствора сравнения.

Через 30 мин сравнивают пробу с раствором сравнения по оси цилиндра на черном фоне с боковым освещением.

6.5.4 Обработка результатов

Следует указать присутствие или отсутствие следов помутнения и опалесценции.

6.6 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 методом Фишера: визуальным или электрометрическим титрованием.

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

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

Допускается проводить определение массовой доли воды по методу, приведенному в приложении Б.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли воды анализ проводят методом Фишера (электрометрическим титрованием).

6.7 Определение массовой доли альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон (йодометрический метод)

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на реакции альдегидов и кетонов с йодом в присутствии гидроокиси натрия и оттитровывании непрореагировавшего йода тиосульфатом натрия.

6.7.2 Посуда, реактивы, растворы

Колба Кн-2-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-50(100) по ГОСТ 29169.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1 (свежеприготовленный).

Йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации c ($^1/_2I_2$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.2.

6.7.3 Проведение анализа

В колбу помещают 30 см^3 раствора гидроокиси натрия, 100 см^3 анализируемого метанола и охлаждают смесь ледяной водой (температура около 2 °С) 15—20 мин. Затем добавляют 50 см^3 раствора йода при встряхивании и оставляют на 5 мин в ледяной воде, прибавляют 31 см^3 раствора серной кислоты и выдерживают при температуре около 2 °С в течение 2 мин.

Избыток йода оттитровывают раствором тиосульфата натрия. К концу титрования прибавляют 2 см^3 свежеприготовленного раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но вместо анализируемого метанола берут 100 см^3 дистиллированной воды.

6.7.4 Обработка результатов

Массовую долю альдегидов и кетонов в пересчете на ацетон X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)0{,}00097 \cdot 100}{100\rho}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование анализируемой пробы, см^3;

0,00097 — масса ацетона, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

100 — объем метанола, взятый для анализа, см^3;

ρ — плотность анализируемого метанола при 20 °С, определенная по 6.4, г/см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 5 %.

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

Допускается проводить определение массовой доли альдегидов и кетонов по методу, приведенному в приложении В.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли альдегидов и кетонов анализ проводят йодометрическим методом.

6.8 Определение массовой доли нелетучего остатка после испарения

6.8.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы нелетучего остатка после испарения пробы метанола досуха и высушивании ее до постоянной массы при 105—110 °С.

6.8.2 Аппаратура и реактивы

Эксикатор 2-100 по ГОСТ 25336.

Баня водяная, поддерживающая температуру 50—60 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий заданную температуру с погрешностью не более ±2 °С.

Чаша 50 по ГОСТ 19908 или чаша 118-3 по ГОСТ 6563, или чаша из боросиликатного стекла.

Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Силикагель по ГОСТ 3956 или кальций хлористый плавленый по ГОСТ 450.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.3 Проведение анализа

В чаше, предварительно доведенной до постоянной массы, испаряют порциями 100 см^3 анализируемого метанола на водяной бане, заполненной дистиллированной водой, при температуре 50—60 °С. Остаток после испарения высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при 105—110 °С.

Все взвешивания производят с точностью до четвертого десятичного знака.

Перед каждым взвешиванием выпарную чашу с нелетучим остатком выдерживают в эксикаторе, заполненном осушителем, в течение 40 мин.

6.8.4 Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка после испарения X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m100}{V\rho}, \quad (2)$$

где m — масса остатка после испарения, г;

V — объем анализируемого метанола, см^3;

ρ — плотность анализируемого метанола, определенная по 6.4, г/см^3.

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

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

6.9 Определение удельной электрической проводимости

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на измерении электрического сопротивления метанола.

6.9.2 Аппаратура, реактивы, растворы

Кондуктометр типа КЛ-4 «Импульс» или любой другой прибор мостовой схемы, работающий на переменном токе и обеспечивающий измерение сопротивления электролита до 10^7 Ом.

Комплект датчиков для кондуктометрических измерений типа УК-02/1 или сосуды измерительные с постоянной a, равной 5—40 м$^{-1}$, из термостойкого стекла.

Муфель электрический или печь тигельная.

Термостат, обеспечивающий температуру (20 ± 0,1) °С.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч., дважды перекристаллизованный и прокаленный в муфельной печи при 800 °С до постоянной массы, раствор молярной концентрации c (KCl) = =0,01 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, с удельной электрической проводимостью не более $2 \cdot 10^{-4}$ См/м.

6.9.3 Подготовка к анализу

Раствор хлористого калия заливают в измерительный сосуд так, чтобы измерительные электроды полностью покрылись раствором, и термостатируют при (20 ± 0,1) °С не менее 15 мин. Затем измеряют сопротивление этого раствора.

Постоянную сосуда a, м$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$a = 0{,}128R, \quad (3)$$

где 0,128 — удельная электрическая проводимость раствора хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 0,01 моль/дм^3, См/м;

R — сопротивление контрольного раствора, Ом.

6.9.4 Проведение анализа

Измерительный сосуд тщательно ополаскивают дистиллированной водой, затем промывают анализируемым метанолом и заливают тем же метанолом.

Измерение проводят в тех же условиях, что и при определении постоянной сосуда.

6.9.5 Обработка результатов

Значение удельной электрической проводимости метанола X_3, См/м, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{a}{R}, \quad (4)$$

где a — постоянная сосуда, м$^{-1}$;

R — сопротивление сосуда с анализируемым метанолом, Ом.

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

Допускаемая относительная суммарная погрешность ±10 % при доверительной вероятности P= = 0,95.

6.10 Определение цветности по платино-кобальтовой шкале

Определение цветности проводят по ГОСТ 29131 визуальным методом, при этом для анализа, а также для приготовления растворов платино-кобальтовой шкалы и их хранения допускается использование, наряду с колориметрическими пробирками, цилиндров вместимостью 100 см^3 исполнения 2 по ГОСТ 1770. При этом растворы платино-кобальтовой шкалы готовят от 0 до 25 единиц Хазена.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Метанол транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

7.2 Транспортирование метанола по железным дорогам должно осуществляться только в железнодорожных цистернах; в бочках — автотранспортом.

7.3 Метанол хранят с соблюдением правил хранения легковоспламеняющихся и токсичных жидкостей и в соответствии с «Общими санитарными правилами при работе с метанолом» (№ 4132—86 от 18.07.86).

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель гарантирует соответствие поставляемого метанола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения технического метанола — шесть месяцев со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Области применения технического метанола

Таблица А.1

Обозначение марки	Область применения
А	Для процессов основного органического синтеза
Б	В нефтяной и газовой промышленности для ликвидации кристаллогидратов в трубопроводах и испытания скважин, а также в химической, фармацевтической, микробиологической промышленности для процессов экстракции, конденсации и др.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Методика газохроматографического определения воды в метаноле

Б.1 Сущность метода

Метод основан на газохроматографическом разделении метанола и расчете массовой доли воды методом абсолютной градуировки с поправкой на величину фонового сигнала. Метод позволяет определять содержание воды от 0,05 % до 0,5 %.

Б.2 Отбор проб

Пробу отбирают по 6.1.

Б.3 Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый с детектором по теплопроводности.

Колонка газохроматографическая из высоколегированной стали длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Интегратор электронный.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706 с десятикратным увеличением.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Секундомер механический 2-го класса точности.

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

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Пипетка 8-2-0,1 по ГОСТ 29227.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Метанол-яд особой очистки или метанол технический по ГОСТ 2222, марка А (исходный).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сорбент полисорб-10 фракции 0,25—0,5 мм или паропак Q фракции 60—80 меш.

Газы-носители: гелий технический или водород по ГОСТ 3022, марка А.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Б.4 Подготовка к анализу

Б.4.1 Условия газохроматографического анализа

Температура термостата колонки, °С, — 100—110;

Температура испарителя, °С, — 140—150;

Расход газа-носителя, см^3/мин, — 60—70;

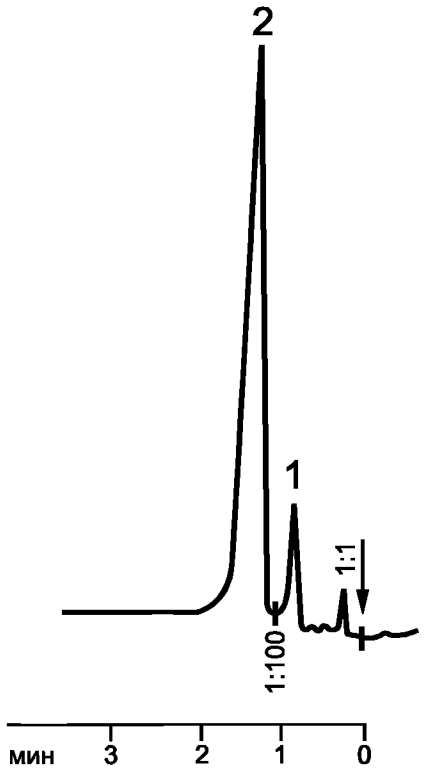
Объем вводимой пробы, мм^3, — 2—3;

Скорость диаграммной ленты, мм/ч, — 200—300.

Пуск и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Б.4.2 Подготовка колонки

Хроматографическую колонку последовательно промывают дистиллированной водой, этиловым спиртом и ацетоном и высушивают в токе азота или воздуха. Заполняют колонку сорбентом, устанавливают ее в хроматограф и кондиционируют газом-носителем при температуре, постепенно повышающейся от 60 до 110 °С в течение 4—5 ч. При температуре 110 °С колонку выдерживают не менее 8 ч. При рабочих условиях анализа по Б.4.1 вводят пробу анализируемого метанола и сравнивают полученные хроматограммы с типовой хроматограммой (рисунок Б.1).



1 — вода; *2* — метанол

Рисунок Б.1 — Типовая хроматограмма технического метанола

Если разделение пиков неполное, кондиционирование колонки повторяют до получения четкого разделения пиков метанола и воды.

С помощью секундомера определяют время удерживания воды. Корректируют температуру термостата колонки и расход газа-носителя так, чтобы время удерживания воды составляло 50—60 с.

Подобранные условия анализа должны быть строго постоянными при градуировке хроматографа и проведении анализа.

Б.4.3 Градуировка хроматографа

Б.4.3.1 Приготовление градуировочных смесей

Из пробы метанола с известным (определенным методом Фишера) содержанием воды (C_0) не более 0,05 % (далее — исходным метанолом) готовят не менее трех градуировочных смесей с точно известной массовой долей добавленной воды, которую варьируют в пределах 0,05 %—0,2 % массы метанола.

В три мерные колбы с пришлифованными пробками, предварительно взвешенные с точностью до четвертого десятичного знака, помещают приблизительно 100 см^3 исходного метанола и взвешивают. Затем добавляют с помощью микрошприца или пипетки соответственно 0,05; 0,1; 0,2 см^3 дистиллированной воды, снова взвешивают и тщательно перемешивают. Все взвешивания следует проводить с точностью до четвертого десятичного знака. Массовую долю добавленной воды c в градуировочных смесях определяют по формуле

$$c = \frac{a_i}{a_i + m_i} \cdot 100, \qquad (Б.1)$$

где a_i — масса добавленной воды, г;

m_i — масса исходного метанола, г.

Б.4.3.2 Определение градуировочных коэффициентов

Исходный метанол и градуировочные смеси хроматографируют при условиях, изложенных в Б.4.1. Вводя микрошприцем строго одинаковые объемы, снимают не менее трех хроматограмм каждой смеси.

Во всех полученных хроматограммах вычисляют площадь пика воды, как произведение высоты пика на

его ширину, измеренную с помощью лупы на половине высоты, либо с помощью электронного интегратора. Значения площадей пиков воды для каждой смеси не должны отличаться друг от друга больше чем на 3 %.

Допускается вместо значений площадей пиков использовать значения высот пиков.

Для каждой градуировочной смеси находят значение градуировочного коэффициента воды K, %/мм^2 (%/мкВ·с)

$$K = \frac{C_i}{S_i - S_0}, \qquad (Б.2)$$

где C_i — массовая доля добавленной воды в градуировочной смеси, %;

S_i — площадь (высота) пика воды в градуировочной смеси, мм^2 (мкВ·с) или мм;

S_0 — площадь (высота) пика воды в исходном метаноле, мм^2 (мкВ·с) или мм.

Градуировочный коэффициент находят как среднее арифметическое значение всех определений.

Градуировочный коэффициент проверяют не реже одного раза в неделю.

Б.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу строго постоянного объема, равного объему пробы при градуировке прибора, вводят микрошприцем в хроматограф при рабочих условиях, указанных в Б.4.1, снимают хроматограмму и определяют площадь пика воды.

Б.6 Обработка результатов

Массовую долю воды C, %, находят по формуле

$$C = C_0 + K(S - S_0), \qquad (Б.3)$$

где C_0 — массовая доля воды в исходном метаноле, %;

K — градуировочный коэффициент, %/мм^2 (%/мкВ·с);

S_0 — площадь (высота) пика воды в исходном метаноле, мм^2 (мкВ·с) или мм;

S — площадь (высота) пика воды в анализируемом метаноле, мм^2 (мкВ·с) или мм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

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

Допускается для определения использовать метод внешнего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Определение массовой доли альдегидов и кетонов (спектрофотометрический метод)

ИСО 1387 «Метанол технический. Методы анализа», п. 11. Определение массовой доли карбонильных соединений, присутствующих в небольших количествах*

В.1 Область применения

Настоящий метод применим для определения в метаноле массовой доли карбонильных соединений в пределах 0,0002 % — 0,01 %.

Примечания

1 Настоящий метод, используемый в промышленности, позволяет определять только те карбонильные соединения, которые реагируют в условиях данной методики.

2 Метанол, выпускаемый в странах СНГ, из карбонильных соединений содержит только альдегиды и кетоны.

В.2 Сущность метода

Метод основан на реакции карбонильных соединений (*альдегидов и кетонов*), содержащихся в анализируемом метаноле, с 2,4-динитрофенилгидразином в кислой среде с последующим образованием в щелочной среде 2,4-динитрофенилгидразонов, окрашенных в оранжевый цвет, и измерении их оптической плотности при длине волны около 445 нм.

В.3 Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр, обеспечивающий непрерывную развертку спектра и непрерывное измерение, или

---

* Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

спектрофотометр с набором фильтров, обеспечивающий максимальное светопропускание при длине волны около 445 нм.

Кюветы толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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

Дефлегматор 300-19/26-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Баня водяная или термостат, поддерживающие температуру (50 ± 2) °С.

Термометр диапазоном измеряемых температур от 0 до 100 °С и с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Холодильник ХПТ-1-600-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Алонж АИ-14/23-60 по ГОСТ 25336.

Насадка Н-1-19/26-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Колба К-1(К-2)-2000-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-4-10-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2-1(2), 1-2-2-5(10) по ГОСТ 29227.

Пипетки 1-2-1(5) по ГОСТ 29169.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор с массовой долей около 38 %.

Метанол, не содержащий карбонильных соединений; готовят следующим образом: в колбе с обратным холодильником кипятят 1000 см^3 метанола *по ГОСТ 2222* с 10 г 2,4-динитрофенилгидразина и 10 каплями раствора соляной кислоты в течение 2—3 ч. Затем медленно разгоняют метанол, используя дефлегматор. Собирают 850 см^3 дистиллята, отбрасывая первые 75 см^3 дистиллята, и остаток.

Если дистиллят окрашен, проводят повторную дистилляцию.

2,4-Динитрофенилгидразин, насыщенный раствор (с массовой долей около 0,06 %) в метаноле, не содержащем карбонильных соединений, при температуре окружающей среды; *готовят следующим образом: в мерной колбе вместимостью 50 см^3 растворяют 0,030 г 2,4-динитрофенилгидразина в 40 см^3 метанола, не содержащего карбонильных соединений, добавляют 0,5 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят до метки тем же метанолом. Рекомендуется раствор готовить ежедневно.*

Калия гидроокись *по ГОСТ 24363*, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 в 70 %-ном (по объему) растворе метанола, не содержащего карбонильных соединений.

Стандартный раствор, содержащий 0,030 г/дм^3 карбонильных соединений в пересчете на формальдегид или *0,058 г/дм^3 карбонильных соединений в пересчете на ацетон*; готовят следующим образом: 1,2000 г ацетофенона растворяют в небольшом количестве метанола, не содержащего карбонильных соединений. Переносят количественно в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки метанолом такого же качества и перемешивают. 5,0 см^3 приготовленного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки метанолом, не содержащим карбонильных соединений, и перемешивают. 1 см^3 этого стандартного раствора содержит 30 мкг карбонильных соединений в пересчете на формальдегид и *соответственно 58 мкг — в пересчете на ацетон.*

Допускается при приготовлении стандартного раствора использовать ацетон, при этом в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,0000 г ацетона по ГОСТ 2603, доводят до метки метанолом, не содержащим карбонильных соединений. 1 см^3 приготовленного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки метанолом, не содержащим карбонильных соединений. 1 см^3 этого стандартного раствора содержит 100 мкг карбонильных соединений (ацетона).

В.4 Подготовка к анализу

В.4.1 Контрольная проба

Контрольную пробу (раствор сравнения) готовят одновременно с анализируемой пробой по той же методике и с использованием одинаковых количеств всех реактивов, применяемых для измерения, но заменяя анализируемую пробу на 1,0 см^3 метанола, не содержащего карбонильных соединений.

В.4.2 Порядок построения градуировочного графика

В.4.2.1 Приготовление разбавленных стандартных растворов

В ряд мерных колб вместимостью 25 см^3 вносят объемы стандартного раствора карбонильных соединений, указанные в таблице В.1, и доводят метанолом, не содержащим карбонильных соединений, до метки.

Таблица В.1

Объем стандартного раствора карбонильных соединений, см^3	Соответствующая масса карбонильных соединений, мкг, в пересчете на		Масса карбонильных соединений в 1 см3 разбавленного стандартного раствора, мкг, в пересчете на	
	формальдегид	ацетон	формальдегид	ацетон

0*	0	0	0	0
1,5	45,0	87,0	1,8	3,48
2,5	75,0	145,0	3,0	5,8
5,0	150,0	290,0	6,0	11,6
7,5	225,0	435,0	9,0	17,4
10,0	300,0	580,0	12,0	23,2
12,5	375,0	725,0	15,0	29,0
* Раствор сравнения.				

В.4.2.2 Построение градуировочного графика

В ряд пробирок помещают по 1,0 см^3 каждого из разбавленных стандартных растворов, добавляют 1,0 см^3 раствора 2,4-динитрофенилгидразина и одну каплю раствора соляной кислоты. Закрывают пробирки пробками и нагревают в течение 30 мин на водяной бане *или в термостате,* поддерживая температуру на уровне (50 ± 2) °С. После охлаждения добавляют 5,0 см^3 раствора гидроксида калия, перемешивают и оставляют на 5 мин.

Спектрофотометр настраивают на нулевую оптическую плотность относительно метанола, не содержащего карбонильных соединений.

Измеряют оптическую плотность каждого приготовленного стандартного колориметрируемого раствора на длине волны 445 нм относительно метанола, не содержащего карбонильных соединений.

Оптическую плотность раствора сравнения вычитают из оптической плотности стандартных колориметрируемых растворов.

Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс концентрации карбонильных соединений (мкг/см^3) в пересчете на формальдегид *или соответственно в пересчете на ацетон* каждого разбавленного стандартного раствора, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности, скорректированные с учетом оптической плотности растворов сравнения.

В.5 Проведение анализа

1,0 см^3 анализируемого метанола помещают в пробирку и обрабатывают в соответствии с методикой, изложенной в В.4.2.2.

Сразу же измеряют оптическую плотность анализируемого раствора и раствора контрольной пробы (раствора сравнения) в соответствии с методикой, изложенной в В.4.2.2, после регулировки прибора на нулевую оптическую плотность относительно метанола, не содержащего карбонильных соединений.

Примечание — Если оптическая плотность превысит максимум градуировочного графика, необходимо повторить измерения. При этом берут 1,0 см^3 анализируемого раствора, полученного разбавлением 1,0 см^3 анализируемой пробы соответствующим объемом (не более 4,0 см^3) метанола, не содержащего карбонильных соединений.

В.6 Обработка результатов

С помощью градуировочного графика определяют массы карбонильных соединений, соответствующие значениям оптической плотности.

Массовую долю карбонильных соединений (альдегидов и кетонов) X, %, в пересчете на формальдегид *или ацетон* вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0)100}{1\rho 10^6} \cdot \Gamma_д = \frac{(m_1 - m_0)}{1\rho 10^4} \cdot \Gamma_д, \qquad (В.1)$$

где m_1 — масса карбонильных соединений, определенная в анализируемой пробе, мкг;

m_0 — масса карбонильных соединений, определенная в растворе сравнения, мкг;

1 — объем анализируемой пробы, см^3;

ρ — плотность анализируемой пробы при 20 °С (определяют по 6.4), г/см^3;

$\Gamma_д$ — соотношение объема разбавленного контрольного раствора (см. примечание к В.5) с объемом аликвотной пробы, взятой для измерения (если анализируемая проба не разбавлена, $\Gamma_д = 1$).

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

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

УДК 547.261:006.354 МКС 71.080.60 Л25 ОКП 24 2111

Ключевые слова: метанол, методы анализа, обработка результатов, формула, сущность метода, упаковка, маркировка, гарантии изготовителя

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 17.08.2000. Подписано в печать 13.10.2000. Усл. печ. л. 2,32.
Уч.-изд. л. 1,85. Тираж 390 экз. С 6044. Зак. 899.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru