

Изменение № 2 ГОСТ 5829—71 Реактивы. Ацетил хлористый. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.05.89 № 1327

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта заменить код: ОКП 23 3493 на ОКП 26 3493 0060 02.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «квалификаций чистый для анализа и чистый»;

второй абзац. Исключить слова: «Раздражающе действует на слизистые оболочки»;

третий абзац исключить.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. Хлористый ацетил должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.1. Таблицу изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3493 0062 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3493 0061 01
1. Массовая доля хлористого ацетила (C_2H_3OCl), %, не менее	99	99
2. Плотность при 20 °С, г/см ³	1,1040— 1,1055	1,1030— 1,1060
3. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,005	0,01

(Продолжение см. с. 202)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5829—71)

Продолжение

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3493 0062 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3493 0061 01
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,0002	Не нормируется
5. Массовая доля фосфора в виде фосфатов (PO ₄), % не более	0,005	0,03
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0002	0,0005
7. Массовая доля тяжелых метал- лов (Pb), %, не более	0,0002	0,0005
8. Растворимость в воде	Должен выдерживать по п. 3.10	испытание
9. Смешиваемость с бензолом или хлороформом	Должен выдерживать по п. 3.11	испытание

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. Требования безопасности

2а.1. Хлористый ацетил обладает общетоксическим действием на организм человека. Оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз, верхние дыхательные пути.

(Продолжение см. с. 203)

2а.2. Помещения, в которых проводится работа с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата необходимо проводить в вытяжном шкафу.

При работе с хлористым ацетилом следует применять индивидуальные средства защиты.

2а.3. Хлористый ацетил — легковоспламеняющаяся жидкость бурно реагирующая с водой. Температура вспышки 4 °С, температура самовоспламенения 390 °С, нижний предел воспламенения 5 % (об.).

Для тушения загоревшегося препарата используют пенные составы (химическую воздушно-механическую высокократную пену).

2а.4. Разлитый хлористый ацетил засыпают сухими опилками, собирают совком в герметичную тару и отправляют на сжигание».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовые доли нелетучего остатка, тяжелых металлов, смешиваемость с бензолом или хлороформом и плотность изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (перед п. 3.1): «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 500 г».

Пункт 3.2. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.2.1. Наименование изложить в новой редакции:

«3.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы»;

дополнить абзацами (перед первым):

«бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74;

колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-1—100—14/23 ТХС или Кн-2—250—19/26 (24/29) ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 4(5)—2—1(2), 6(7)—2—10 и 2—2—10 по ГОСТ 20292—74;

цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

третий абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции: «Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 3.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «В мерную колбу приливают 25 см³ воды и взвешивают. Затем при непрерывном перемешивании добавляют по каплям 0,6—0,8 см³ препарата, при этом носик пипетки необходимо держать ближе к поверхности воды. Колбу закрывают пробкой, дают содержимому охладиться до комнатной температуры и взвешивают. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. По разности масс определяют массу навески препарата»;

второй абзац исключить;

четвертый абзац изложить в новой редакции: 10 см³ полученного раствора, отмеренного пипеткой, помещают в коническую колбу, прибавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски».

Пункт 3.2.3. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

формула. Эспликацию изложить в новой редакции:

« V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,003925 — масса хлористого ацетилла, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,75 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,8$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.3 исключить.

Пункт 3.5. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86 из 36 см³ (40 г) препарата, отмеренного пипеткой (ГОСТ 20292—74), в кварцевой чаше (ГОСТ 19908—80) выпариванием на водяной бане при 70—80 °С. Остаток сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % для препарата чистый для анализа и ± 15 % для препарата чистый при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.6. Наименование. Заменить слово: «содержание» на «массовой доли». Второй абзац до слов «предварительно промытый» изложить в новой редакции: «При этом 18 см³ (20 г) препарата помещают пипеткой (ГОСТ 20292—74) в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) или кварцевую чашу (ГОСТ 19908—80), прибавляют 2 см³ раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) с массовой долей 1 % и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток растворяют в 15 см³ воды (ГОСТ 6709—72), переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 0,1 см³ раствора α -динитрофенола с массовой долей 0,1 % (готовят по ГОСТ 4919.1—77) и по каплям, при постоянном перемешивании, раствор соляной кислоты до обеззачивания раствора. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

четвертый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.7. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

второй абзац изложить в новой редакции: «0,9 см³ (1 г) помещают пипеткой (ГОСТ 20292—74) в выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) или кварцевую чашу (ГОСТ 19908—80), содержащую 1 см³ воды, прибавляют 1 см³ раствора азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха.

Сухой остаток растворяют в 10 см³ воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 15 см³ полученного раствора (соответствует 0,3 г) переносят пипеткой (ГОСТ 20292—74) в коническую колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 10 см³ реактива для определения фосфатов, перемешивают и далее определение проводят по ГОСТ 10671.6—74»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,05 мг на 0,015 мг;

пятый абзац. Заменить значение: 0,3 мг на 0,09 мг;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.8. Наименование. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

второй абзац. Заменить значения: 0,9 см³ (1 г) на 4,5 см³ (5 г);

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «масса»;

четвертый абзац. Заменить значение: 0,002 мг на 0,010 мг;

пятый абзац. Заменить значение: 0,005 мг на 0,025 мг;

последний абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 3.9 изложить в новой редакции:

«3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319—76 тиацетамидным методом визуально-нефелометрически. При этом 9 см³ (10 г) препарата, отмеренного пипеткой (ГОСТ 20292—74), вливают по каплям при перемешивании в выпарительную чашу (ГОСТ 9147—80), содержащую 20 см³ воды и охлаждаемую льдом. Раствор выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 0,2 см³ уксусной кислоты (ГОСТ 61—75, ледяная, х. ч.), 5 см³ воды и снова выпаривают досуха. Сухой остаток обрабатывают 0,25 см³ уксусной кислоты, прибавляют 10 см³ горячей воды и нагревают полученный раствор в течение 3—5 мин на водяной бане. Раствор переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ (с меткой на 20 см³), охлаждают до комнатной температуры, нейтрализуют раствором аммиака (ГОСТ 3760—79) с массовой долей 20—25 % по универсальной индикаторной бумаге до pH 7 и далее определение проводят по ГОСТ 17319—76.

Препарат считают соответствующим стандарту, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски эталонного раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг Pb,

для препарата чистый — 0,05 мг Pb,

0,25 см³ уксусной кислоты, 1 см³ раствора 4-водного виннокислого калия-натрия, 2 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ раствора тиацетамида и 1 см³ воды».

(Продолжение см. с. 206)

Пункты 3.9.1, 3.9.2 исключить.

Пункт 3.10. Первый абзац изложить в новой редакции: «9 см³ (10 г) препарата из пипетки (ГОСТ 20292—74) вливают по каплям при перемешивании в коническую колбу (ГОСТ 25336—82), содержащую 30 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72). После охлаждения раствор переносят в пробирку П1-21(25)—200 ХС (ГОСТ 25336—82)».

Пункт 3.11. Первый абзац изложить в новой редакции: «10 см³ препарата помещают пипеткой (ГОСТ 20292—74) в пробирку П1—21(25)—200 ХС (ГОСТ 25336—82), добавляют 10 см³ бензола (ГОСТ 5955—75) или хлороформа и встряхивают».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 1т-1, 3т-1, 3т-6, 3т-10 с дополнительной герметизацией липкой лентой или сжимающими полимерными колпачками, или насадочными манжетами;

последний абзац изложить в новой редакции: «На тару наносят манипуляционные знаки «Осторожно, хрупкое!» и «Герметичная упаковка» и знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (классификационный шифр 3242, класс 3, подкласс 3.2)».

Пункт 4.2 дополнить словами: «в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида».

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции: «5.1. Изготовитель гарантирует соответствие хлористого ацетила требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления».

(ИУС № 8 1989 г.)