

ГОСТ 25742.5—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

БЗ 12—2005



Москва
Стандартинформ
2007

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения перманганатного числа

ГОСТ
25742.5—83Technical methanol-poison.
Method of permanganate number determinationМКС 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 $(15 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

Секундомер.

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

Колба 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 2, 10 см³.

Термометр лабораторный с пределами измерения от 0 °С до 55 °С, ценой деления 0,1 °С, погрешностью $\pm 0,2^\circ\text{C}$.

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/см³ 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 см³, растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной воде, доводят до метки и тщательно перемешивают.

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 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, 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. Стеклопосуда, 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 см³ анализируемого метанола, предварительно ополоснув их тем же метанолом, и в один такой же цилиндр — 50 см³ контрольного раствора.

Цилиндры с анализируемым метанолом устанавливают в термостат и в течение 20 мин выдерживают при $(15 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$.

После выдержки прибавляют в цилиндры по 1 см³ 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 среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 6 мин.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — $\pm 3\%$ 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 см³) после добавления к ней 2 см³ (0,2 г/дм³) 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/дм³. 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 см³ раствора (50 г/дм³) хлорида кобальта (II) ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) добавляют 7 см³ раствора (40 г/дм³) нитрата уранила [$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] и разбавляют водой до 50 см³.

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 $(15 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

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 $0,05 \text{ см}^3$.

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 $15\text{--}20 \text{ см}^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 30 % (плотность $1,193 \text{ г/см}^3$), далее — шесть раз питьевой водой, дважды — дистиллированной водой и окончательно — анализируемой пробой. Сразу же наполняют цилиндр до отметки анализируемой пробой при температуре около $15 ^\circ\text{C}$.

4.5.2. Проведение анализа

Второй цилиндр наполняют до отметки цветовым стандартом.

Устанавливают цилиндр, содержащий анализируемую пробу, в водяной бане температурой $(15 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ так, чтобы уровень воды в бане был приблизительно на 25 мм ниже шейки цилиндра. Через 15 мин вынимают цилиндр из водяной бани, бюреткой добавляют $2,0 \text{ см}^3$ 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 $60 \times 84^{1/8}$. 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.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано по ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6