

10455-80

Изм. 1+



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

1,4-ДИОКСАН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10455-80

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. В. Грязнов, И. Л. Ротенберг, Н.П. Никонова, Л. В. Кидярова, Е. Н. Яковлева, Т. Н. Малахова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1980 г. № 482

Реактив

1,4-ДИОКСАН

Технические условия

Reagents, 1,4-Dioxan.
SpecificationsГОСТ
10455—80Взамен
ГОСТ 10455—75

ОКП 26 3152 0210 01

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1980 г. № 482 срок действия установлен

с 01.01 1981 г.

до 01.01 1986 г.

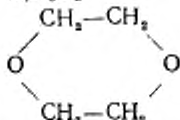
Несоблюдение стандарта преследуется по закону

01.01.91
И.С. Р. 85

Настоящий стандарт распространяется на реактив — 1,4-диоксан, представляющий собой бесцветную прозрачную жидкость со специфическим запахом, смешивающуюся во всех соотношениях с водой и органическими растворителями.

Формула: эмпирическая $C_4H_8O_2$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 88,11.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. 1,4-диоксан должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям 1,4-диоксан должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Наименование показателя	Норма		
	Чистый для анализа (ч.д.з.) ОКП 26 3152 0212 10	Чистый (%) ОКП 26 3152 0211 00	Стандартный ОКП 26 3152 0221 09
1. Массовая доля 1,4-диоксиана ($C_4H_5O_2$), %, не менее	99,5	99,0	99,5
2. Плотность ρ_4^{20} , г/см ³	1,032—1,035	1,032—1,035	1,032—1,035
3. Массовая доля перекисных соединений в пересчете на активный кислород, %, не более	0,0015	0,0030	0,0015
4. Показатель преломления, n_D^{20}	1,4200—1,4240	Не нормируется	1,4200—1,4240
5. Температура кристаллизации, °С	10,5—11,5	10—11,5	10,5—11,5
6. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,001	Не нормируется	
7. Кислотность в пересчете на CH_3COOH , %, не более	0,005	0,010	0,005
8. Массовая доля альдегидов в пересчете на уксусный альдегид, %, не более	0,05	0,10	0,05
9. Массовая доля воды, %, не более	0,15	0,3	0,15
10. Оптическая прозрачность, %, не ниже следующих значений Для длины волн, нм $\lambda = 360$ $\lambda = 380$ $\lambda = 400$ $\lambda = 420$	Не нормируется		95 99 99 99
11. Массовая доля гидрохинона ($C_6H_4O_2$), %, не более	0,01	0,01	Не нормируется

Примечание. Гидрохинон по ГОСТ 19627—74 применяют в качестве стабилизатора по согласованию с потребителем.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. 1,4-диоксан — яд, действующий на почки и печень, наркотик, обладающий раздражающим действием.

2.2. 1,4-диоксан относится к третьему классу опасности (ГОСТ 12.1.007—76). Предельно допустимая концентрация 1,4-диоксана в воздухе рабочей зоны производственных помещений 10 мг/м^3 .

2.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (противогаз марки А, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены. Не допускать попадания препарата внутрь организма и на кожу.

2.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией, а места возможного выделения препарата в воздух рабочих помещений — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2.5. 1,4-диоксан представляет собой легко воспламеняющуюся жидкость. Температура вспышки 11°C . Температура самовоспламенения 340°C . Температурные пределы воспламенения: нижний 4°C , верхний $58,0^\circ\text{C}$.

Пары 1,4-диоксана образуют с воздухом взрывоопасные смеси. Нижний предел воспламенения в смеси с воздухом $1,97\%$ (по объему).

Работы с препаратом следует проводить вдали от огня. При загорании для тушения применяют химическую пену, воду, водяной пар, инертные газы.

2.6. Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Общие указания по проведению анализа — по СТ СЭВ 804—77.

4.2. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Объем средней пробы должен быть не менее 900 см^3 . Объем продукта, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1% .

4.3. Определение массовой доли 1,4-диоксана
Массовую долю 1,4-диоксана определяют по разности, вычитая из 100% сумму массовых долей органических примесей, воды, альдегидов и гидрохинона.

4.3.1. Определение массовой доли органических примесей

4.3.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый типа «Цвет—100» или любой другой с детектором ионизации в пламени с аналогичной чувствительностью

Колодка длиной 3 м и внутренним диаметром 3—4 мм.

Линейка металлическая по ГОСТ 427—75.

Луна измерительная по ГОСТ 8309—75.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Азот газообразный технический (газ-носитель) по ГОСТ 9293—74.

Водород технический по ГОСТ 3022—70.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73.

Гексан.

Полиэтиленгликоль 20 М (неподвижная жидкая фаза).

Целит 545 или хроматон N—AW с зернами размером 0,250—0,315 мм (твердый носитель).

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

4.3.1.2. Подготовка к анализу

Полиэтиленгликоль 20 М из расчета 15% от массы твердого носителя растворяют в хлороформе. Объем хлороформа должен быть таким, чтобы твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. При постоянном помешивании в раствор засыпают твердый носитель, предварительно прокаленный при 300°C в течение 3 ч. Избыток хлороформа удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном перемешивании, а затем сушат под инфракрасной лампой.

Хроматографическую колонку заполняют по ГОСТ 21533—76, помещают ее в термостат хроматографа и выдерживают в течение 8 ч в токе азота при 120°C.

Включение и пуск прибора осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Режим работы хроматографа

Температура, °C	
колонки	80
испарителя	130
Скорость азота (газа-носителя), см ³ /мин	40
Скорость водорода, см ³ /мин	30
Скорость воздуха, см ³ /мин	240
Шкала регистратора, А	30-10 ⁶
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	720
Продолжительность анализа, мин	35

4.3.1.3. Проведение анализа

Массовую долю органических примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют гексан, который добавляют в препарат из расчета 0,3—0,05% от массы анализируемой пробы.

При установленном режиме в испаритель хроматографа вводят в помощь микрошприца 0,4—1 мкл анализируемой пробы.

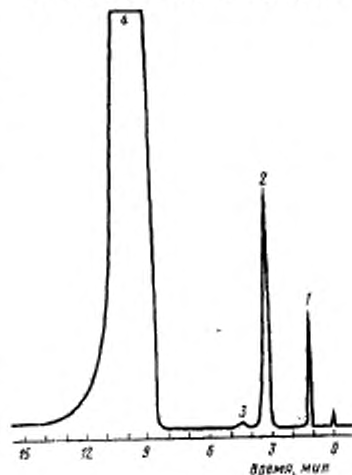
Последовательность выхода компонентов из колонки, относительное время удерживания и ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены на чертеже и в табл. 2.

Типовая хроматограмма продукта

Таблица 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания	Градуировочный коэффициент
1. Гексан „внутренний эталон“	1,00	1,0
2. Бензол	2,23	0,90
3. Изопропиловый спирт	2,79	2,00
4. 1,4-диоксан	5,00	—

Примечание. С изменением диаметра колонки при использовании приборов разного типа относительные условия анализа по скорости газаносителя, температуре, величине пробы могут изменяться и должны быть откорректированы на месте.



1 — гексан „внутренний эталон“; 2 — бензол;
3 — изопропиловый спирт; 4 — 1,4-диоксан

4.3.1.4. Обработка результатов

Площади пиков определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Измерения производят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Массовую долю каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{F \cdot S_i \cdot K_i}{S_{ст.}}$$

где F — отношение массы гексана к массе анализируемой пробы, %;

$S_{ст.}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

S_i — площадь пика i -го компонента, мм²;

K_i — градуировочный коэффициент i -го компонента.

Градуировочные коэффициенты определяют по ГОСТ 21533—76 по искусственным смесям, близким по составу к анализируемой пробе.

Массовую долю 1,4-диоксана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (X_1 + X_2 + X_3 + X_4),$$

где X_1 — массовая доля суммы органических примесей, определяемая по п. 4.3.1, %;

X_2 — массовая доля альдегидов, определяемая по п. 4.10, %;

X_3 — массовая доля гидрохинона, определяемая по п. 4.13, %;

X_4 — массовая доля воды, определяемая по п. 4.11, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1%.

4.4. Определение плотности проводят денсиметром по ГОСТ 18995.1—73.

4.5. Определение массовой доли перекисных соединений в пересчете на активный кислород

4.5.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор.

4.5.2. Проведение анализа

25 мл препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл (с притертой пробкой), прибавляют 25 мл воды, 5 мл раствора соляной кислоты, перемешивают, прибавляют 10 мл раствора йодистого калия, перемешивают и через 5 мин титруют выделившийся йод из микробюретки раствором серноватистокислового натрия до исчезновения желтой окраски раствора. Одновременно проводят контрольный опыт с теми же реактивами.

4.5.3. Обработка результатов

Массовую долю перекисных соединений в пересчете на активный кислород (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0008 \cdot 100}{V_2 \cdot \rho_4^{20}},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислового натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислового натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, мл;

V_2 — объем препарата, мл;

ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³;

0,0008 — масса кислорода, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,00005%.

4.6. Определение показателя преломления проводят по ГОСТ 18995.2—73.

4.7. Определение температуры кристаллизации проводят по ГОСТ 18995.5—73.

4.8. Определение массовой доли нелетучего остатка проводят по СТ СЭВ 433—77 из навески 100 г (96,8 мм)

4.9. Определение кислотности в пересчете на уксусную кислоту

4.9.1. Реактивы и растворы

Бромтимоловый синий (индикатор), 0,1%-ный спиртовой раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,02 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

4.9.2. Проведение анализа

25 мл воды помещают в коническую колбу вместимостью 75 мл, прибавляют 0,1 мл раствора бромтимолового синего и раствор гидроокиси натрия до появления голубой окраски. Затем к содержимому колбы прибавляют 25 мл препарата и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода желтой окраски в синюю, устойчивую в течение 30 с.

4.9.3. Обработка результатов

Кислотность в пересчете на уксусную кислоту (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00120 \cdot 100}{\rho_4^{20} \cdot V_1} \cdot 100$$

где V — объем точно 0,02 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование препарата, мл;

V_1 — объем препарата, мл;

ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³;

0,00120 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 мл точно 0,02 н. раствора гидроокиси натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0002%.

4.10. Определение массовой доли альдегидов в пересчете на уксусный альдегид проводят по ГОСТ 16457—76.

При этом 20 мл препарата помещают в стакан вместимостью 200 мл, смешивают с 25 мл этилового спирта (ГОСТ 18300—72, высшего сорта), доводят объем раствора водой до 100 мл и далее определение проводят объемным методом потенциометрическим титрованием.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0025%.

4.11. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера (способ 3). Для анализа берут 5 мл препарата.

4.12. Определение оптической прозрачности

4.12.1. *Приборы и реактивы*

Спектрофотометр типа СФ-4.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.12.2. *Проведение анализа*

Оптическую прозрачность (светопропускание) препарата в процентах измеряют на спектрофотометре по отношению к воде в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, при длине волны 360—420 нм через каждые 20 нм.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если светопропускание при указанных длинах волн будет соответствовать техническим требованиям.

4.13. Определение массовой доли гидрохинона

4.13.1. Определение йодометрическим титрованием

4.13.1.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Йод по ГОСТ 4159—79, 0,1 н. раствор.

Натрий серноватистокислый (тисульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. раствор.

4.13.1.2. *Проведение анализа*

30 мл препарата помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 мл, прибавляют 50 мл воды и при перемешивании прибавляют 5 мл раствора йода. Избыток йода оттитровывают раствором серноватистокислового натрия до исчезновения желтой окраски раствора. Одновременно проводят контрольный опыт с теми же реактивами.

4.13.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю гидрохинона (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,005505 \cdot 100}{V_2 \cdot \rho_4^{20}}$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование избытка йода, мл;

V_2 — объем препарата, мл;

ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³;

0,005505 — масса гидрохинона, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г.

4.13.2. Определение колориметрическим методом по окраске турнбулевой сини

4.13.2.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидрохинон по ГОСТ 19627—74 с проверенным содержанием основного вещества. Раствор, содержащий 1 мг гидрохинона в 1 мл, готовят следующим образом: 0,100 г гидрохинона помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темном месте (годен в течение 3 сут). Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг/мл. Раствор применяют свежеразбавленным.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 1%-ный раствор; готовят с добавлением 5 мл раствора соляной кислоты.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206—75, 0,1%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 25%-ный раствор.

4.13.2.2. Проведение анализа

5 г (4,85 мл) препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

4 мл полученного раствора (соответствуют 0,2 г препарата) помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до 25 мл, прибавляют при перемешивании 1 мл раствора хлорного железа и 1 мл раствора железосинеродистого калия. Через 15 мин доводят объем раствора водой до 50 мл и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно таким же образом и содержащего гидрохинона в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг,

1 мл раствора хлорного железа и 1 мл раствора железосинеродистого калия.

При разногласиях в оценке массовой доли гидрохинона анализ проводят колориметрическим методом.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид упаковки: Со-1, Со-6, Со-7.

Группа фасовки: IV, V, VI до 10 л.

На этикетке должны быть надписи: «Огнеопасно», «Яд», «Перед применением первым — определять показатель «массовая доля перекисных соединений», а также должен быть указан гарантийный срок хранения.

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в помещениях, специально приспособленных для хранения огнеопасных веществ.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата стабилизированного гидрохиноном, — 6 мес., нестабилизированного — 3 мес. со дня изготовления. По истечении указанного срока препарат может быть использован по назначению после проверки его качества на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Ш. Гаврилкова*

Изменение № 1 ГОСТ 10455—80 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 24.05.90 № 1291

Дата введения 01.01.91

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив»; дополнить словами: «плотность 1,03 г/см³».

Пункт 1.2. Таблица 1. Головка. Заменить слово: «Стинтилляционный» на «Сцинтилляционный»:

показатель 2 и нормы исключить;

графа «Наименование показателя». Показатель 7 изложить в новой редакции: «7. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (СН₃СООН), %, не более».

Пункт 2.4. Исключить слово: «механической».

Пункт 2.5. Второй абзац. Заменить слова: «предел воспламенения в смеси с воздухом 1,97 % (по объему)» на «концентрационный предел воспламенения паров — 2,14 % (об.), верхний концентрационный предел воспламенения паров — 23,4 % (об.)».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

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

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».

Пункт 4.2. Исключить слово: «мерным».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Массовую долю 1,4-диоксана определяют газохроматографическим методом, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей, массовую долю альдегидов, массовую долю гидрохинона и массовую долю воды в процентах».

Пункт 4.3.1. Заменить слова: «массовой доли» на «массовых долей».

Пункт 4.3.1.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором»;

второй абзац после слова «Колонка» дополнить словом: «хроматографическая»;

(Продолжение см. с. 260)

третий абзац изложить в новой редакции: «Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706—83 и линейка металлическая по ГОСТ 427—75»;

четвертый абзац исключить;

пятый абзац. Заменить единицу: мкл на мм³;

шестой абзац дополнить словами: «высший сорт»;

седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3022—70 на ГОСТ 3022—80;

восьмой абзац изложить в новой редакции: «Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов»;

одиннадцатый абзац дополнить словами: «или другой носитель с аналогичными характеристиками».

Пункт 4.3.1.2. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Режим работы хроматографа

Температура колонки, °С 80±2

Температура испарителя, °С 130±5

Расход азота (газа-носителя), см³/мин 40±5

Расход водорода, см³/мин 30±5

Расход воздуха, см³/мин 240±20

Шкала регистратора, А 30·10⁻⁹

Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч 720

Продолжительность анализа, мин 35».

Пункт 4.3.1.3. Второй абзац. Заменить единицу: мкл на мм³;

таблица 2. Примечание исключить.

Пункт 4.3.1.4. Первый абзац до слов «как произведение» изложить в новой редакции: «Площадь пиков определяют с помощью электронного интегратора либо вычисляют»;

второй абзац. Заменить слово: «примеси» на «органической примеси»;

дополнить абзацем (после третьего): «За результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10 %»;

последний абзац исключить.

Пункт 4.4 исключить.

Пункт 4.5.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 6—2—2 или 7—2—3 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-1—100—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74»;

(Продолжение см. с. 261)

второй абзац изложить в новой редакции: «Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794 2—83»;

третий абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор, свежеприготовленный» на «раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4517—87»;

четвертый абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517—87».

Пункт 4.5.2. Исключить слова: «вместимостью 100 мл (с притертой пробкой)»; заменить слова: «микробюретки раствором» на «бюретки раствором 5-водного».

Пункт 4.5.3. Формула. Заменить обозначение: ρ_4^{20} на ρ ;

эспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора серноватистоокислого натрия» на «раствора 5-водного серноватистоокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³» (3 раза); « ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³» на « ρ — плотность препарата, равная 1,03 г/см³»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00005 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная погрешность результата анализа $\pm 0,0002$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.8 после слова «проводят» изложить в новой редакции: «ГОСТ 27026—86; из навески 100 г (97 см³), взятой цилиндром 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74»;

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 ± 35 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.9 изложить в новой редакции: «4.9. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту».

Пункт 4.9.1. Наименование изложить в новой редакции, дополнить абзацами (перед первым):

«4.9.1. Аппаратура, реактивы и растворы»

Бюретка 6—2—2 или 7—2—3 по ГОСТ 20292—74.

Колба Ки-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)·2—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74»;

первый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %»;

третий абзац. Заменить слова: «0,02 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,02$ моль/дм³ (0,02 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

четвертый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 4.9.2. Исключить слова: «вместимостью 75 мл».

Пункт 4.9.3. Первый абзац. Заменить слово: «Кислотность» на «Массовую долю кислот»;

формула. Заменить обозначение: ρ_4^{20} на ρ ;

эспликация. Заменить слова: «точно 0,02 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,02 моль/дм³» (2 раза);

« ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³» на « ρ — плотность препарата, равная 1,03 г/см³»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений»

абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,0002 %;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,0003$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.10. Второй абзац до слов «и далее» изложить в новой редакции: «При этом 20 см³ препарата помещают цилиндром вместимостью 25 см³ (ГОСТ 1770—74) в стакан вместимостью 250 см³ (ГОСТ 25336—82), смешивают с 25 см³ этилового спирта (ГОСТ 18300—87, высший сорт), добавляют 50 см³ воды»;

последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,0025 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,005$ % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.12.1. Первый абзац дополнить словами: «или другой прибор с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками».

Пункт 4.13.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.13.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретка 1—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 2—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(1/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794,2—83»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86; раствор концентрации $c(Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794,2—83».

Пункт 4.13.1.2 до слов «до исчезновения» изложить в новой редакции: «30 см³ препарата помещают цилиндром в коническую колбу, прибавляют 50 см³ воды и при перемешивании из пипетки 5 см³ раствора йода. Избыток йода оттитровывают из бюретки раствором 5-водного сернистоокислого натрия».

Пункт 4.13.1.3. Формула. Заменить обозначение: ρ_4^{20} на ρ ;

экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора сернистоокислого натрия» на «раствора 5-водного сернистоокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (3 раза); ρ_4^{20} — плотность препарата, г/см³ на « ρ — плотность препарата, равная 1,03 г/см³»;

дополнить абзацами: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10 %».

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

Пункт 4.13.2.1. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым):

«4.13.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4—2—1 и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74»;

второй абзац. Исключить слова: «вместимостью 100 мл»; заменить единицу: мг/мл на мг/см³;

третий абзац до слова «готовят» изложить в новой редакции: «Железо (III) хлорид 6-водное по ГОСТ 4147—74, ч., раствор с массовой долей 1 %»;

четвертый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,1 %»;

(Продолжение см. с. 263)

пятый абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 4.13.2.2. Первый абзац. Заменить слова: «в мерную колбу вместимостью 100 мл» на «пипеткой в мерную колбу»;

второй абзац изложить в новой редакции: «4 см³ полученного раствора (соответствует 0,2 г препарата) пипеткой помещают в коническую колбу, прибавляют цилиндром 21 см³ воды, прибавляют при перемешивании 1,0 см³ раствора б-водного хлорида железа (III) и 1,0 см³ раствора железосинеродистого калия. Через 15 мин прибавляют цилиндром 23 см³ воды и перемешивают»;

предпоследний абзац. Заменить слова: «хлорного железа» на «б-водного хлорида железа (III)».

(Продолжение см. с. 264)

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары: 3т-1, 3т-5, 8т-1, 8т-2»;

третий абзац. Заменить обозначения: «IV, V, VI до 10 л» на IV, V, VI, VII; четвертый абзац изложить в новой редакции: «Тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192—77 с нанесением знаков опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 3, подкласс 3.2, черт. 3, классификационный шифр 3212), серийный номер ООН 1165».

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции: «6.1. Изготовитель гарантирует соответствие 1,4-диоксана требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата стабилизированного гидрохиноном — 6 мес, нестабилизированного — 3 мес со дня изготовления».

(ИУС № 8 1990 г.)