

Изменение № 1 ГОСТ 17444—76 Реактивы. Методы определения содержания основного вещества азотсодержащих органических соединений и солей органических кислот

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.10.86 № 3269 срок введения установлен

с 01.03.87

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания»; «of content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Исключить слово: «содержания».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

Пункт 1.1. Формула. Заменить обозначения: Э на М, N на С;

экспликацию изложить в новой редакции:

«где М — молярная масса эквивалента анализируемого реактива, г/моль;
С — молярная концентрация применяемого титрованного раствора,
моль/дм³;

25 ± 5 — приблизительный объем раствора, необходимый для титрования навески, см³;

X — норма массовой доли основного вещества, %»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Результат взвешивания пробы анализируемого реактива записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака»;

третий абзац. Заменить слова: «микробюретки вместимостью 5—10 мл» на «бюретки 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74».

Пункт 1.3 исключить.

Пункт 1.4. Заменить слова: «если нет других указаний» на «если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний».

Пункт 2.1. Исключить слова: «В качестве титрованного раствора применяют раствор хлорной кислоты».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«2.2. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч. ледяная.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77.

(Продолжение см. с. 218)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17444—76)

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Кислота хлорная, уксуснокислый раствор концентрации $c(\text{HClO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Кристаллический фиолетовый (индикатор), уксуснокислый раствор с массовой долей 0,5 %.

Метиловый фиолетовый (индикатор), уксуснокислый раствор с массовой долей 0,2 %.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77 или ангидрон.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН.

Электроды — стеклянный и хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

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

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—50 или Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-1—300—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «смесь уксусной кислоты» на «смесь ледяной уксусной кислоты»;

дополнить словами: «Применяемый растворитель должен быть указан в нормативно-технической документации на анализируемый реактив»;

четвертый, пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции:

«При анализе легко ацетилирующихся первичных и вторичных аминов не допускается присутствие уксусного ангидрида, поэтому применяемая для растворения навески препарата уксусная кислота должна быть проверена на содержание примеси уксусного ангидрида по ГОСТ 25794.3—83. Массовая доля уксусного ангидрида должна быть не более 0,001 %, При массовой доле его в уксусной кислоте от 0,002 до 0,03 % такая кислота может быть использована после специальной обработки (см. обязательное приложение).

В качестве титрованного раствора применяют уксуснокислый раствор хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, коэффициент поправки которого определяют по ГОСТ 25794.3—83.

(Продолжение см. с. 219)

Допускается применять раствор хлорной кислоты в метилэтилкетоне или диоксане концентрации 0,1 моль/дм³. Диоксан должен быть предварительно проверен на соответствие ГОСТ 10455—80 по массовой доле перекисных соединений»;

седьмой абзац. Заменить слова: «устанавливают поправочный коэффициент» на «определяют коэффициент поправки» (2 раза); «в миллилитрах» на «в кубических сантиметрах»;

одинадцатый абзац. Заменить слова: «2—5 %-ным уксуснокислым раствором ацетата окисной ртути» на «уксуснокислым раствором ацетата окисной ртути с массовой долей 2—5 %»;

последний абзац. Заменить слово: «бюксы» на «стаканчики для взвешивания»; исключить слово: «и пипетки»;

Пункт 2.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «в коническую колбу вместимостью 100 мл» на «в колбу», «(или другого из указанных растворителей)» на «(или другого растворителя)».

Пункт 2.3.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в 25—50 см³ уксусной кислоты (или другого растворителя)»;

второй абзац. Заменить слова: «к потенциометру» на «к иономеру».

Пункт 2.4. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

формула. Заменить обозначение: A на m_1 ;

экспликацию изложить в новой редакции:

«где V — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 см³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,4\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. Реактивы, растворы и аппаратура

Бумага йодкрахмальная; готовят по ГОСТ 4517—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, растворы концентрации $c(\text{NaNO}_2)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) и $c(\text{NaNO}_2)=0,5$ моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Порошок цинковый марки ПЦ-2 по ГОСТ 12601—76.

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ рН.

Электрод гладкий платиновый; хранят в дистиллированной воде и перед каждым титрованием выдерживают в окислительном пламени газовой горелки в течение 1 мин, затем промывают концентрированной серной кислотой и ополаскивают водой.

Электрод хлорсеребряный (или насыщенный каломельный).

Мешалка магнитная.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

(Продолжение см. с. 220)

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

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

Стакан В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—50 и 1—500 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 3.3. Первый абзац. Заменить слова: «Концентрация растворов указывается в нормативно-технической документации на анализируемый реактив» на «Применяемый растворитель, его объем и концентрация должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив»;

второй абзац. Заменить слова: «едкий натр» на «гидроокись натрия», «двууглекислый натрий» на «кислый углекислый натрий»;

третий абзац дополнить словами: «что должно быть указано в нормативно-технической документации на анализируемый реактив»;

четвертый абзац исключить;

пятый абзац. Заменить слова: «0,1 или 0,5 н. раствор азотистокислого натрия» на «раствор азотистокислого натрия концентрации 0,1 или 0,5 моль/дм³»;

последний абзац изложить в новой редакции: «При определении основного вещества нитро- и нитрозосоединений их перед диазотированием восстанавливают до аминов цинковым порошком в солянокислом или уксуснокислом растворе (см. п. 3.4.2)».

Пункт 3.4.1.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в растворителе»;

последний абзац. Исключить слова: «что и при анализе».

Пункт 3.4.1.2. Первый абзац. Заменить слова: «Навеску анализируемого реактива помещают в стакан вместимостью 600 мл и растворяют в количестве растворителя, указанном в нормативно-технической документации на анализируемый реактив» на «Навеску анализируемого реактива помещают в стакан и растворяют в растворе», «к потенциометру» на «к иономеру»;

последний абзац. Исключить слова: «что и при анализе».

Пункт 3.4.2. Первый абзац. Заменить слова: «в коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 250 мл» на «в колбу», «количеством соляной кислоты — суммарное количество кислоты, необходимое» на «объемом соляной кислоты — суммарный объем кислоты, необходимый»;

второй абзац исключить;

третий абзац. Исключить слова: «вместимостью 600 мл»;

дополнить абзацем:

«Если анализируемый реактив плохо растворим или совсем нерастворим в соляной кислоте, допускается растворять его в другом растворителе, который должен быть указан в нормативно-технической документации на анализируемый реактив. Затем прибавляют необходимое количество соляной кислоты и проводят восстановление с последующим диазотированием».

Пункт 3.5. Первый абзац. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»;

формула. Заменить обозначение: A на m_1 ;

экспликацию изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 или 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 или 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 см³ раствора азотистокислого натрия концентрации точно 0,1 или 0,5 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г»;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,3\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Заменить слова: «путем титрования кислотой» на «титрованием соляной кислотой»

(Продолжение см. с. 221)

Пункт 4.2. Первый абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовую долю»;

формула. Заменить обозначение: A на m_1 ;

экспликацию изложить в новой редакции:

«где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно $0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно $0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

m_1 — масса анализируемого реактива, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно $0,1$ моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г»;

дополнить абзацем: «Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Приложение изложить в новой редакции:

**«ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное**

1. Обработка уксусной кислоты с массовой долей уксусного ангидрида $0,002$ — $0,03\%$.

1.1. Реактивы и растворы

Анилин по ГОСТ 5819—78, свежеперегнанный, раствор в уксусной кислоте с массовой долей $0,5\%$. Годен для применения в течение 15 — 20 сут при хранении в темной склянке с притертой пробкой.

(Продолжение см. с. 222)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17444—76)

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная.

Кислота хлорная, уксуснокислый раствор концентрации $c(\text{HClO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3—83.

1.2. Проведение обработки

Уксусную кислоту обрабатывают в течение 1 ч раствором анилина в уксусной кислоте с массовой долей 0,5 %.

Объем раствора анилина, необходимый для обработки 100 см³ уксусной кислоты (V) в кубических сантиметрах, вычисляют по формуле

$$V = \frac{X \cdot 93,13 \cdot 100}{102,09 \cdot 0,5},$$

где 93,13 — молекулярная масса анилина;

102,09 — молекулярная масса уксусного ангидрида;

X — массовая доля уксусного ангидрида в уксусной кислоте, определяемая по ГОСТ 25794.3—83, %.

К вычисленному объему добавляют избыток раствора анилина (0,8—4,0 см³) с таким расчетом, чтобы на титрование 25 см³ обработанной кислоты (контрольная проба) расходовалось не менее 0,1 см³ и не более 0,5 см³ уксуснокислого раствора хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³.

(ИУС № 1 1987 г.)