

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ**Метод определения хлора**Methanol poison, technical
Method of chlorine determination**ГОСТ****25742.6—83****(СТ СЭВ 3810—82)**

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на технический метанол-яд и устанавливает фотометрический метод определения хлора.

Сущность метода заключается во взаимодействии хлоридов с азотнокислым серебром с образованием труднорастворимого хлорида серебра с последующим измерением степени помутнения раствора на фотоэлектроколориметре.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3810—82 в части фотометрического метода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический, лабораторный, с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с $\lambda = 490$ нм; рабочая длина кювет 50 мм.

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

Баня водяная.

Электроплитка.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба КН-1—250—29/32 ТХС, П-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХШ-1—300(400)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2 и 5 см³.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.3—83.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, х. ч., раствор с массовой долей 20 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью не менее 1,4 г/см³.

Рабочий раствор с концентрацией хлора 0,01 мг/см³, готовят по ГОСТ 4212—76 с последующим разбавлением в 100 раз.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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.

1.2. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 100 см³ анализируемого метанола и 1 см³ раствора углекислого натрия. Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и ставят на кипящую водяную баню на 20—25 мин. Затем снимают холодильник и упаривают раствор до 3—5 см³, добавляют 25—30 см³ дистиллированной воды, 1 см³ азотной кислоты и кипятят на электроплитке 10 мин для удаления двуокси углерода.

Одновременно готовят раствор с известной концентрацией хлора. Для этого в другую коническую колбу или стакан помещают 25—30 см³ дистиллированной воды, 1 см³ раствора углекислого натрия, 3 см³ рабочего раствора с концентрацией хлора 0,01 мг/см³, 1 см³ азотной кислоты и кипятят 10 мин.

Остывшие растворы переносят в мерные колбы, добавляют по 1 см³ раствора азотнокислого серебра, доводят водой до метки, хорошо перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с синим (или нейтральным) светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве контрольного раствора используют дистиллированную воду.

1.3. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{D \cdot V_c \cdot 0,01 \cdot 100}{D_c \cdot V \cdot 1000 \cdot \rho_4^{20}},$$

где D — оптическая плотность анализируемого раствора;

V_c — объем раствора с известной концентрацией хлора, взятый для анализа, см³;

0,01 — концентрация хлора в рабочем растворе, мг/см³;

D_c — оптическая плотность раствора с известной концентрацией хлора;

V — объем анализируемой пробы, см³;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,00002 %.

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

Результат округляют до той степени точности, с которой задана норма.

1.1—1.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 2. (Исключен, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

И. А. Рыжак, А. Б. Сухомлинов, Н. С. Безгубенко, З. И. Сухарева, Г. Д. Позигун

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.11.83 № 5609

3. СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ СТ СЭВ 3810—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|
| ГОСТ 83—79 | 1 1 |
| ГОСТ 1277—75 | 1 1 |
| ГОСТ 1770—74 | 1 1 |
| ГОСТ 4212—76 | 1 1 |
| ГОСТ 4461—77 | 1 1 |
| ГОСТ 6709—72 | 1 1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1 1 |
| ГОСТ 25794 3—83 | 1 1 |

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 4—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)