



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ПЕНТАЭРИТРИТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9286—89

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЕНТАЭРИТРИТ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

ГОСТ
9286—89Pentaerythritol for industrial use.
Specifications

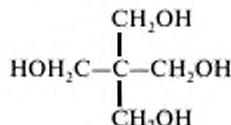
ОКП 24 2241

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт распространяется на технический пентаэритрит (2,2-диметилолпропандиол), предназначенный для применения в производстве лакокрасочной продукции, полиграфических красок, смазочных масел, пентапласта и для нитрации.

Формулы: эмпирическая $C_5H_{12}O_4$

структурная



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 136,15.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический пентаэритрит должен изготавляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Марки

1.2.1. В зависимости от способа производства и области применения пентаэритрит выпускают двух марок: А и Б.

Пентаэритрит марки А (сорт высший и первый) предназначен для производства лакокрасочных материалов и полиграфических красок, марки Б (сорт высший и первый) — для производства пентапласта, смазочных масел и для нитрации.

Пентаэритрит марок А и Б может быть использован и для других целей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Характеристики

1.3.1. По физико-химическим показателям технический пентаэритрит должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1 *

Наименование показателя	Норма для марки			
	А		Б	
	Высший сорт ОКП 24 2241 0120	Первый сорт ОКП 24 2241 0130	Высший сорт ОКП 24 2241 0320	Первый сорт ОКП 24 2241 0330
1. Внешний вид	Белый кристаллический порошок без посторонних примесей, видимых невооруженным глазом. Допускается серо-голубой или желтоватый оттенок			
2. Массовая доля монопентаэритрита, %, не менее	97 255(250)	95 245(235)	98 252	96 248
3. Температура плавления, °С, не ниже	0,2	0,2	0,2	0,2
4. Массовая доля воды и летучих веществ, %, не более	0,006(0,01)	0,01(0,03)	0,01	0,03
5. Массовая доля золы, %, не более	0,01	0,01(0,03)	0,01	0,03
6. Массовая доля сахаристых веществ в пересчете на глюкозу, %, не более	100	200	500	500
7. Цветность плава по платиново-кобальтовой шкале, не более	49,5(49,3)	48,5(47,5)	49,3	48,5
8. Массовая доля гидроксильных групп, %, не менее	5,7—7,0	5,7—7,0	4,5—7,0	4,5—7,0
9. pH водного раствора пентаэритрита с массовой долей 5 %	Не нормируется			
10. Массовая доля продукта, проходящего через сито с сеткой 01К, %, не более	10			

Примечания:

- Допускается до 01.01.95 выпускать пентаэритрит, нормы для которого указаны в скобках.
- В пентаэритрите марки А первого сорта, предназначенном для производства полиграфических красок, норма по показателю 3 не должна быть ниже 248 °С.
- В пентаэритрите марки А высшего и первого сорта, производимом Губахинским ПО «Метанол», до 01.01.95 допускают нормы по показателю 9 в пределах 4,3—7,0.
- В пентаэритрите марки Б нормы по показателю 10 изготавливатель определяет только в пентаэритрите, предназначенном для нитрации.
- Массовую долю монопентаэритрита марки А, сахаристых веществ в пересчете на глюкозу и гидроксильных групп, цветность плава по платиново-кобальтовой шкале и pH водного раствора пентаэритрита с массовой долей 5 % марки Б изготавливатель определяет по требованию потребителя.

1.3.2. Защита окружающей среды при производстве пентаэритрита обеспечивается герметизацией технологического оборудования, устройством вентиляционных отсосов в местах возможных выделений вредных выбросов, обработкой загрязненных сточных вод, улавливанием пыли пентаэритрита с отходящим воздухом в газоочистительных аппаратах.

При работе с пентаэритритом специальные меры по защите окружающей среды от вредных воздействий не требуются.

1.3.3. Концентрацию пентаэритрита в воздухе рабочей зоны определяют по методике, соответствующей требованиям ГОСТ 12.1.016.

Периодичность контроля за содержанием пыли пентаэритрита в воздухе рабочей зоны осуществляется по ГОСТ 12.1.005.

1.3.4. Пыль пентаэритрита, взвешенная в воздухе, взрывоопасна. Взрывоопасные характеристики приведены в табл. 1а.

Пентаэритрит — горючее кристаллическое вещество. В состоянии аэрозоля температура воспламенения — 245 °С, температура самовоспламенения — 435 °С, минимальная энергия зажигания — 3 мДж.

Осыпшая пыль пентаэритрита пожароопасна. Средства пожаротушения: распыленная вода, пена, пар.

* Таблица 2. (Исключена, Изм. № 1).

Таблица 1а

Наименование показателя	Значение
1. Нижний концентрационный предел распространения пламени по аэровзвеси, г/м ³	76
2. Максимальная скорость нарастания давления взрыва, МПа/с	34
3. Максимальное давление взрыва, КПа	560
4. Минимальное взрывоопасное содержание кислорода (МВСК) при разбавлении пылевоздушной смеси флегматизатором (азотом), %	11,5

1.3.1—1.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.5. По степени воздействия на организм пентаэритрит относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

1.3.6. Предельно допустимая концентрация (ПДК) пентаэритрита в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения — 0,1 мг/м³.

ПДК пыли пентаэритрита в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 4 мг/м³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.7. Кумулятивная активность пентаэритрита выражена умеренно. Кожно-резорбтивные и сенсибилизирующие свойства выражены слабо.

1.3.8. Пентаэритрит не образует токсичных соединений с другими веществами в воздушной среде и сточных водах.

1.3.9. Образование пыли возможно при упаковке и выгрузке пентаэритрита из тары. Работа с пентаэритритом должна проводиться в помещениях, оборудованных приточно-вытяжной и местной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

В производственных помещениях должна проводиться влажная уборка.

При работе с пентаэритритом следует применять средства индивидуальной защиты.

1.3.10. Пожарная безопасность производства должна обеспечиваться системой предотвращения пожара, системой противопожарной защиты, оргтехмероприятиями по ГОСТ 12.1.004.

1.3.11. Защита оборудования и коммуникаций на участках возможного образования зарядов статического электричества должна проводиться в соответствии с ГОСТ 12.4.124.

1.3.10, 1.3.11. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

1.4. Маркировка

Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с указанием манипуляционного знака «Беречь от влаги» и знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, черт. 9, классификационный шифр 9133).

Маркировка упакованной продукции должна содержать следующие дополнительные данные: наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак; наименование продукта, его марку и сорт; номер партии; дату изготовления; обозначение настоящего стандарта.

Манипуляционный знак «Беречь от влаги» на специализированные мягкие контейнеры с грузом не наносят.

1.5. Упаковка

Пентаэритрит упаковывают в пяти—шестислойные мешки марок БМ, ПМ или ВМП по ГОСТ 2226 или трехслойные бумажные мешки марки НМ с полизтиленовым мешком-вкладышем, или трехслойные бумажные мешки марки НМ, вложенные в мешки из влагонепроницаемой ткани.

Полизтиленовые мешки заваривают или прошивают машинным способом. Бумажные мешки прошивают машинным способом.

Пентаэритрит по согласованию с потребителем упаковывают в мягкие специализированные контейнеры МК-1,0 Л; МК-1,5 Л или МКР-1,0 С с мешком-вкладышем, МКР-1,0 М или МКО-0,5 (1,0)С с мешком-вкладышем.

2. ПРИЕМКА

Правила приемки — по ГОСТ 5445.

Масса партии — не более 15 т.

При упаковке продукта, предназначенного для нитрации, в контейнеры проверяют каждый контейнер.

При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей

С. 4 ГОСТ 9286—89

проводят повторный анализ проб, отобранных от удвоенного количества продукции той же партии. Результат повторного анализа распространяется на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб — по ГОСТ 5445.

Точечные пробы из контейнеров в равных количествах отбирают ручным щелевидным пробоотборником для сыпучих продуктов или любым другим, погружая его на $\frac{1}{3}$ и $\frac{2}{3}$ высоты контейнера.

В продукте, предназначенном для нитрации, упакованном в контейнеры, температуру плавления и массовую долю воды и летучих веществ определяют в объединенной пробе каждого контейнера отдельно, все остальные показатели — в средней пробе, полученной из объединенных проб всех контейнеров партии.

Масса средней пробы должна быть не менее 500 г.

3.2. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

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

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.3. Внешний вид продукта оценивают визуально при естественном и люминесцентном освещении без применения увеличительных приборов в пробе, отобранный в количестве (100 ± 5) г и рассыпанной тонким слоем на чистом листе белой бумаги.

3.4. Определение массовой доли монопентаэритрита

Массовую долю монопентаэритрита определяют бензальдегидным методом.

3.4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру (105 ± 5) °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 или термометр технический стеклянный с ценой деления $1-2$ °С.

Баня водяная и баня со льдом.

Вакуум-насос или насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Колба 1-2000 по ГОСТ 25336.

Колба Ки-1—100—14/23 ТС или Ки-2—100—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка градуированная вместимостью 25 см^3 .

Тигель ТФ-40-ПОР 40 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—10(100)—2 по ГОСТ 1770.

Бензальдегид по ГОСТ 157, ч., перегнанный при атмосферном давлении и температуре 179—181 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

3.4.2. Проведение анализа

0,4000—0,5000 г образца пентаэритрита, высущенного при температуре (105 ± 5) °С, взвешивают в конической колбе вместимостью 100 см^3 , добавляют цилиндром 10 см^3 дистиллированной воды и растворяют на кипящей водяной бане. В горячий раствор приливают пипеткой 15 см^3 смеси бензальдегида с этиловым спиртом (1:5 по объему) и цилиндром 5 см^3 соляной кислоты, хорошо перемешивают и оставляют на 30 мин при комнатной температуре. Затем колбу помещают в баню со льдом (0—2) °С на 1 ч и выпавший осадок дibenзальпентаэритрита отфильтровывают через предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный фильтрующий тигель. Остаток из колбы смывают дважды по 10 см^3 смеси спирта и воды (1:1). Колбу и осадок на фильтре, перемешивая стеклянной палочкой, промывают 120 см^3 воды с температурой (20 ± 1) °С. Фильтр с осадком сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы и взвешивают. Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю монопентаэритрита (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 + 0,040) \cdot 0,436 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса высушенного остатка, г;

0,040 — поправка на растворимость дibenзальпентаэритрита, г;

0,436 — коэффициент пересчета дифензальпентаэритрита на монопентаэритрит;

m — масса навески анализируемого образца пентаэритрита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата определения $\pm 1,1$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2-3.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Температуру плавления определяют по ГОСТ 18995.4 на приборе ПТП, при этом используют термометры ТЛ-6 3-Б 5-7 или ТЛ-5 2-Б 4. За температуру плавления принимают показание термометра в момент полного расплывания анализируемого образца.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 °С.

3.6. Определение массовой доли воды и летучих веществ

3.6.1. Аппаратура и реактивы

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (100 ± 5) °С.

Термометр технический по ГОСТ 28498 с ценой деления 1-2 °С.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336 или стаканчик алюминиевый диаметром $(50 \pm 65 \pm 2)$ мм, высотой $(30 \pm 1,5)$ мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый прокаленный.

3.6.2. Проведение анализа

$(10,0000 \pm 0,5000)$ г пентаэритрита взвешивают в стаканчике, предварительно высушенному до постоянной массы при температуре (100 ± 5) °С и взвешенном, и сушат 2 ч в сушильном шкафу при (100 ± 5) °С. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с закрытой крышкой. Все взвешивания проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю воды и летучих веществ (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески пентаэритрита до сушки, г;

m_1 — масса навески пентаэритрита после сушки, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 8,0 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 5,9$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7. Определение массовой доли золы

3.7.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (800 ± 50) °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые № 5 по ГОСТ 9147 или кварцевые В-50(80), Н-50 (80, 100) по ГОСТ 19908.

Кальций хлористый прокаленный.

3.7.2. Проведение анализа

Взвешивают $(50,0000 \pm 1,0000)$ г пентаэритрита с массовой долей золы не более 0,01 % или $(20,0000 \pm 1,0000)$ г с массовой долей золы от более 0,01 до 0,03 %. Часть навески помещают в кварцевый или фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный, осторожно озоляют пламенем газовой горелки сверху или на электрической плитке. Затем постепенно добавляют остаточное количество пентаэритрита и также озоляют. Остаток в тигле прокаливают в муфельной печи при (800 ± 50) °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе в течение 45 мин и взвешивают.

Все результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю золы (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка после прокаливания, г;

m — масса навески пентаэритрита, г.

С. 6 ГОСТ 9286—89

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 25 % при массовой доле золы не более 0,01 %, и 15 % при массовой доле золы от более 0,01 до 0,03 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 22 % при массовой доле золы не более 0,01 % и ± 15 % при массовой доле золы от более 0,01 до 0,03 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.8. Определение массовой доли сахаристых веществ в пересчете на глюкозу

3.8.1. Аппаратура и реактивы

Колба Кн-1—250—29/32 ТС или Кн-2—250—34 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Бюrette вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 или 0,1 см³.

Цилиндр 1(3)—10(25, 100)—2 по ГОСТ 1770.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч.д.а., раствор 69,28 г в 1 дм³ воды.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а., раствор с массовой долей 30 %.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), раствор готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор с массовой долей 25 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.8.2. Подготовка к анализу

Щелочной раствор виннокислого калия-натрия готовят следующим образом: 364 г 4-водного виннокислого калия-натрия и 100 г гидроокиси натрия взвешивают и растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды.

3.8.1—3.8.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.3. Проведение анализа

(5,0000±0,2000) г пентазирита взвешивают в колбе, приливают 100 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора сернокислой меди и 5 см³ щелочного раствора виннокислого калия-натрия. Полученную смесь в течение 3 мин нагревают до кипения и 2 мин кипятят. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры (допускается охлаждение на водяной бане), в колбу приливают 10 см³ раствора йодистого калия, 25 см³ раствора серной кислоты, смесь перемешивают, колбу закрывают пробкой и оставляют в покое в течение 2 мин. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реагентов, но без пентазирита проводят контрольный опыт. По разности титрования определяют объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора пентазирита, а затем по табл. 3 определяют массу глюкозы в анализируемом пентазирите.

Таблица 3

Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса глюкозы, мг	Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса глюкозы, мг	Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса глюкозы, мг
0,1	0,32	0,9	2,89	8	25,6
0,2	0,63	1	3,2	9	28,9
0,3	0,94	2	6,3	10	32,3
0,4	1,26	3	9,4	11	35,7
0,5	1,59	4	12,6	12	39,0
0,6	1,92	5	15,9	13	42,4
0,7	2,24	6	19,2	14	45,8
0,8	2,56	7	22,4	15	49,3

3.8.4. Обработка результатов

Массовую долю сахаристых веществ в пересчете на глюкозу (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса глюкозы, определяемая по табл. 3, мг;

m — масса навески пентазирита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 28,7 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 14,1\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.9. Определение цветности плава пентаэритрита по платиново-кобальтовой шкале

3.9.1. *Посуда и реактивы*

Пробирка типа П1-16-150 по ГОСТ 25336.

Термометр лабораторный ТЛ-2 1-А4.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147.

Стаканчики СВ 34/12 по ГОСТ 25336.

Колба 2-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525.

Калий хлорплатинат, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

Ангидрид фталевый по ГОСТ 7119 марки А высшего сорта или по ГОСТ 5869, ч. д. а. или ч., имеющий цвет по платиново-кобальтовой шкале не более 50.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин сырой по ГОСТ 6823.

3.9.2. *Подготовка к анализу*

1,246 г хлорплатината калия и 1,000 г 6-водного хлористого кобальта растворяют в 100 см³ концентрированной соляной кислоты и разбавляют до 1 дм³ дистиллированной водой. Этот раствор эквивалентен значению 500 по платиново-кобальтовой шкале. Для получения цветовой шкалы разбавляют исходный раствор до 100 см³ дистиллированной водой в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Цветность	Объем исходного раствора, см ³	Объем дистиллированной воды, см ³
50	10	90
100	20	80
150	30	70
200	40	60
250	50	50
300	60	40
350	70	30
400	80	20
450	90	10
500	100	0

Полученные растворы сравнения переносят в пробирки из термостойкого стекла, пробирки запаивают. Приготовленную цветовую шкалу хранят в темном месте. Шкалу заменяют новой при появлении в пробирках мутн., осадка, хлопьев.

3.9.1, 3.9.2. *(Измененная редакция, Изм. № 1).*

3.9.3. *Проведение анализа*

(4,00 \pm 0,10) г пентаэритрита и (4,00 \pm 0,10) г фталевого ангидрида тщательно растирают в ступке, смесь переносят в пробирку, уплотняя постукиванием. Подготовленную пробирку с опущенной в массу стеклянной палочкой помещают в глицериновую баню, нагретую до (200 \pm 5) °С, и, постоянно перемешивая, выдерживают при (200 \pm 5) °С в течение 7 мин. Затем пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры и сравнивают цвет плава с цветом раствора сравнения, рассматривая их перпендикулярно оси пробирки на белом фоне.

За цветность пентаэритрита принимают цветность пробирки цветовой шкалы, соответствующую цветности анализируемого продукта.

Если цвет анализируемого продукта окажется промежуточным между двумя соседними цветами цветовой шкалы, то за цветность пентаэритрита принимают более высокое значение.

3.10. Определение массовой доли гидроксильных групп

3.10.1. *Аппаратура и реактивы*

Колба К-1-100-14/23 (19/26, 29/32) ТС по ГОСТ 25336.

С. 8 ГОСТ 9286—89

Дефлгематор 250 (300, 350)—19/26—29/32 (19/26) ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—200 (300)—14/23 (19/26, 29/32) ХС (ТС) по ГОСТ 25336 или ХПТ-1—200 (300)—14/23 ХС (ТС) по ГОСТ 25336.

Термометр ТЛ-2 1—Б3.

Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Пипетка вместимостью 5 см³.

Цилиндр 1—5 (10, 25)—2 или 3—25—2 по ГОСТ 1770.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, ч. д. а., перегнанный при 139—140 °С, хранят в склянке с запарафиненной или притертой пробкой.

Пиридин по ГОСТ 13647, ч. д. а., обезвоженный над КОН в течение 3—5 сут и перегнанный при атмосферном давлении и при температуре 115—116 °С; хранят в склянке из темного стекла с запарафиненной или притертой пробкой не более двух недель.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., спиртовой раствор концентрации с (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Глицерин по ГОСТ 6823.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь ацетилирующая, готовят следующим образом: смешивают уксусный ангидрид и пиридин в соотношении 23:77 (по массе). Смесь готовят в сухой посуде из темного стекла и используют в течение 5 сут.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10.2. Проведение анализа

Около 0,3000 г анализируемого пентаэритрита, предварительно высушенного до постоянной массы при 100—105 °С, взвешивают в круглодонной колбе, прибавляют 5 см³ ацетилирующей смеси, после чего содержимое колбы не встряхивают.

Колбу присоединяют к обратному холодильнику, погружают в глицериновую баню, нагретую до (95±1) °С так, чтобы глицерин был выше уровня жидкости в колбе на 1 см и нагревают в течение 2 ч. Затем колбу вынимают из бани, содержимому колбы дают остыть, в колбу по стенкам приливают 2 см³ воды и взбалтывают. После взбалтывания содержимое колбы оставляют в покое в течение 20 мин, затем прибавляют 5 см³ этилового спирта, нейтрализованного по фенолфталеину, и оттитровывают выделившуюся уксусную кислоту спиртовым раствором гидроокиси калия. Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реагентов, но без пентаэритрита проводят контрольный опыт.

3.10.3. Обработка результатов

Массовую долю гидроксильных групп (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,008504 \cdot 100}{m}.$$

где V — объем спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,5 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

0,008504 — масса гидроксильных групп, соответствующая 1 см³ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,5 моль/дм³, г;

m — масса навески пентаэритрита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±1,2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.11. Определение рН водного раствора пентаэритрита с массовой долей 5 %.

3.11.1. Аппаратура и реактивы

Универсальный иономер ЭВ-74 со стеклянным электродом с пределом допускаемой основной погрешности ±0,05 рН или любой другой марки с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колба Кн-2—250—34 ТХС (ТС) по ГОСТ 25336.

Склянка СПЖ-250 или СН-1—200 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор с массовой долей 20 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, рН 6,0—6,6, не содержащая CO₂; готовят по ГОСТ 4517.

3.11.2. Проведение анализа

Около 5,00 г пентаэритрита взвешивают в конической колбе, приливают 95 см³ дистиллированной воды и растворяют навеску при нагревании на песчаной или водяной бане, не доводя до кипения. Затем колбу снимают с бани и закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная при помощи резиновой трубы с промывной склянкой, содержащей раствор гидроокиси калия. Колбу охлаждают до комнатной температуры и определяют pH раствора пентаэритрита на иономере со стеклянным электродом или на pH-метре.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,10 единицы pH.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,11$ единицы pH при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.11—3.11.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.12. Определение массовой доли продукта, проходящего через сито с сеткой 01К

3.12.1. Аппаратура

Сито с сеткой 01К по ГОСТ 6613 диаметром 150—200 мм, с крышкой.

Стакан В-2—150 ТС по ГОСТ 25336.

Кисточка мягкая.

Ткань тонкая неворсистая.

Секундомер механический с максимальной погрешностью ± 3 с за 60 с.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

3.12.2. Подготовка к анализу

С помощью кисточки или сжатого воздуха очищают сито сита от оставшихся в ячейках частиц пентаэритрита. Мягкой тряпочкой протирают поддон и крышку. Взвешивают поддон и стакан, результаты взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

3.12.3. Проведение анализа

25,00—30,00 г пентаэритрита, отобранных методом квартования от 200—300 г средней пробы, осторожно, не допуская пыления, высыпают на сито и плотно закрывают крышкой. Далее проводят ручной рассев в течение 3 мин, держа под углом 10—20° к горизонтальной плоскости, несколько раз в минуту меняя направление наклона и совершая 100—120 колебаний в минуту средней силы.

По окончании рассева взвешивают поддон с отсеянной фракцией пентаэритрита (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака).

3.12.4. Обработка результатов

Массовую долю продукта, проходящего через сито, (X_b) в процентах вычисляют по формуле

$$X_b = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса навески пентаэритрита, прошедшая через сито 01К, г;

m — масса исходной навески пентаэритрита, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 46,8 %.

Относительная суммарная погрешность измерения ± 49 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Пентаэритрит, упакованный в мешки, транспортируют пакетами в крытых транспортных средствах повагонными отправками и в крупнотоннажных контейнерах железнодорожным или автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки, действующими на данном виде транспорта.

Пакетирование — в соответствии с ГОСТ 21650, ГОСТ 24597, ГОСТ 26663.

Допускается по согласованию с потребителем транспортировать в непакетированном виде.

Груз в мягких специализированных контейнерах перевозится на открытом подвижном составе повагонными отправками без перевалок с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузоотправителя (получателя) согласно правилам перевозки грузов и техническим условиям погрузки и крепления грузов, утвержденным МПС.

Допускается груз в мягких специализированных контейнерах транспортировать в крытых

С. 10 ГОСТ 9286—89

транспортных средствах повагонными отправками железнодорожным транспортом в соответствии с правилами перевозки, действующими на данном виде транспорта.

4.2. Пентазирит хранят в закрытом, сухом, чистом помещении на поддонах, отстоящих от пола не менее чем на 5 см и от отопительных приборов не менее чем на 1 м. Допускается хранение пентазирита, упакованного в контейнеры, на открытых площадках под навесом или без него с дополнительной защитой от атмосферных осадков на поддонах, отстоящих от земли не менее чем на 5 см.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества выпускаемого продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения пентазирита — 1 год со дня изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.М. Васильева, канд. хим. наук (руководитель работы); И.И. Малевинская, Э.Э. Рачковский, канд. хим. наук; В.В. Бровко, канд. хим. наук; В.Н. Епимахов, канд. хим. наук; О.С. Яценко; Л.И. Артемова; В.А. Шутова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.06.89 № 2075

3. ВЗАМЕН ГОСТ 9286—82

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.004—91	1.3.10	ГОСТ 6709—72	3.4.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1,
ГОСТ 12.1.005—88	1.3.3, 1.3.9		3.11.1
ГОСТ 12.1.007—76	1.3.5	ГОСТ 6823—77	3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 12.1.016—79	1.3.3	ГОСТ 7119—77	3.9.1
ГОСТ 12.4.021—75	1.3.9	ГОСТ 9147—80	3.7.1, 3.9.1
ГОСТ 12.4.124—83	1.3.11	ГОСТ 10163—76	3.8.1
ГОСТ 157—78	3.4.1	ГОСТ 13647—78	3.10.1
ГОСТ 2226—88	1.4	ГОСТ 14192—96	1.4
ГОСТ 1770—74	3.4.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1	ГОСТ 18300—87	3.4.1, 3.10.1
	3.4.1, 3.9.1	ГОСТ 18995.4—73	3.5
ГОСТ 3118—77	3.8.1	ГОСТ 19908—90	3.7.1
ГОСТ 4165—78	3.8.1	ГОСТ 19433—88	1.4
ГОСТ 4204—77	3.8.1	ГОСТ 21650—76	4.1
ГОСТ 4232—74	3.8.1	ГОСТ 24363—80	3.10.1, 3.11.1
ГОСТ 4328—77	3.8.1	ГОСТ 24597—81	4.1
ГОСТ 4517—87	3.11.1	ГОСТ 25336—82	3.4.1, 3.6.1, 3.7.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1
ГОСТ 4525—77	3.9.1		
ГОСТ 5445—79	2, 3.1	ГОСТ 25794.2—83	3.8.1
ГОСТ 5815—77	3.10.1	ГОСТ 26663—85	4.1
ГОСТ 5845—79	3.8.1	ГОСТ 27068—86	3.8.1
ГОСТ 5869—77	3.9.1	ГОСТ 27025—86	3.2
ГОСТ 6613—86	3.12.1	ГОСТ 28498—90	3.4.1, 3.6.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1994 г. (ИУС 2—95)

Редактор *М.И.Максимова*
Технический редактор *Л.А.Кущенко*
Корректор *О.В.Ковш*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 02.12.97. Полиграфия в печать 26.12.97. Усл.печл. 1,40. Уч.-издл. 1,25.
Тираж 156 экз. С 1268. Зак. 932

ИПК Издательство стандартов 107076, Москва, Коломенский пер., 14.
Набрано в Издательство на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Пар № 080102