



19814-74

изм 1, 2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# КИСЛОТА УКСУСНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ И РЕГЕНЕРИРОВАННАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 19814—74

Издание официальное



Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

КИСЛОТА УКСУСНАЯ СИНТЕТИЧЕСКАЯ  
И РЕГЕНЕРИРОВАННАЯ

## Технические условия

Synthetic and regenerated acetic acid.  
SpecificationsГОСТ  
19814-74\*Взамен  
ГОСТ 7077-54  
и ГОСТ 5.1600-72

ОКП 24 3111 0000

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР  
от 22 мая 1974 г. № 1253 срок введения установлен

с 01.01.76

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта  
от 02.02.83 № 616 срок действия продлен

до 01.01.89

В части 2-го и 3-го сортов синтетической уксусной кислоты

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на синтетическую и регенерированную уксусную кислоту.

Синтетическая и регенерированная уксусная кислота — бесцветная, прозрачная, легко воспламеняющаяся жидкость с резким специфическим запахом.

Синтетическая уксусная кислота применяется в химической, фармацевтической и легкой промышленности.

Регенерированная уксусная кислота применяется в химической, легкой и лесохимической промышленности.

Формула  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 60,05.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Синтетическая и регенерированная уксусная кислота должна изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.1а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание сентябрь 1983 г. с Изменением № 1,  
утвержденным в феврале 1983 г. (ИУС 5—1983 г.).

© Издательство стандартов, 1984

1.1. Синтетическая и регенерированная уксусная кислота по физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименования показателей	Нормы для кислоты сортов				
	Синтетическая ОКП 24 3111 0100			Регенерированная ОКП 24 3111 0200	
	1-й ОКП 24 3111 0130	2-й ОКП 24 3111 0140	3-й ОКП 24 3111 0150	1-й ОКП 24 3111 0230	2-й ОКП 24 3111 0240
1. Внешний вид и цвет	Бесцветная, прозрачная жидкость без механических примесей				
2. Растворимость в воде	Полная, раствор прозрачный				
3. Массовая доля уксусной кислоты, %, не менее	99,5	98,5	80,0	99,5	98,0
4. Массовая доля уксусного альдегида, %, не более	0,004	0,008	Не нормируется	0,004	0,01
5. Массовая доля муравьиной кислоты, %, не более	0,05	0,1	Не нормируется	0,05	0,1
6. Массовая доля сульфатов (SO <sub>4</sub> ), %, не более	0,0003	0,0005	0,001	0,0005	0,001
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0004	0,0004	0,001	0,0004	0,001
8. Массовая доля тяжелых металлов, осаждаемых сероводородом (Pb), %, не более	0,0004	0,0005	Не нормируется	0,0004	0,0005
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0005	0,0005	Не нормируется	0,0005	0,002
10. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,005	0,005	0,06	0,005	0,01
11. Устойчивость окраски раствора марганцовокислого калия, мин, не менее	45	30	Не нормируется	30	5
12. Массовая доля веществ, окисляемых двухромовокислым калием, см <sup>3</sup> 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, не более	5,0	7,0	Не нормируется	10	20
13. Проба с серной кислотой	Окраска раствора не интенсивнее окраски раствора сравнения	Не нормируется		Окраска раствора не интенсивнее окраски раствора сравнения	Не нормируется
14. Массовая доля толуола, %, не более	0,002	Не нормируется			

Примечание. Устойчивость окраски раствора марганцовокислого калия для синтетической уксусной кислоты с государственным Знаком качества 60 мин. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Синтетическая и регенерированная уксусная кислота должна поставляться партиями. В партию включают продукт, однородный по своим качественным показателям, в любом количестве, сопровождаемый одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии;

дату изготовления;

количество единиц продукции в партии;

массу брутто и нетто;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

При отправке уксусной кислоты в железнодорожных цистернах каждую цистерну считают за партию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Для проверки качества уксусной кислоты на соответствие показателей требованиям настоящего стандарта пробы отбирают от 10% единиц продукции, но не менее чем от трех, если в партии менее чем 30 единиц продукции.

2.3. Проба с серной кислотой проводится по требованию потребителей.

2.4. Массовую долю толуола определяют по требованию потребителей только для уксусной кислоты, получаемой окислением бензинов.

2.5. Если кислота при транспортировании затвердела, то перед отбором проб ее разогревают до 45—50°C.

2.6. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенного количества единиц продукции той же партии. Результаты повторного анализа являются окончательными и распространяются на всю партию.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 3.1. Отбор проб

3.1.1. Пробы из бутылей и бочек отбирают стеклянным проботборником, из железнодорожных цистерн — проботборником цилиндрической формы, изготовленным из стали марки 12Х18Н10Т или 10Х17Н13М2Т (ГОСТ 5632—72) последовательно из верхнего, среднего и нижнего слоев каждой цистерны.

3.1.2. Отобранные разовые пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и среднюю пробу в объеме не менее 1 дм<sup>3</sup> помещают

в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой. На банку со средней пробой наклеивают этикетку с указанием: наименования продукта, номера партии, даты и места отбора пробы. Перед каждым анализом среднюю пробу тщательно перемешивают.

### 3.2. Определение внешнего вида и цвета

Внешний вид и цвет определяют по ГОСТ 14871—76. При этом 20 см<sup>3</sup> анализируемой кислоты сравнивают с равным объемом дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) в пробирке или цилиндре из бесцветного стекла вместимостью 50 см<sup>3</sup> диаметром 20 мм. Кислота при рассматривании в проходящем свете должна быть бесцветная, прозрачная, без механических примесей.

### 3.3. Определение растворимости в воде

10 см<sup>3</sup> анализируемой кислоты смешивают с 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) в пробирке или цилиндре из бесцветного стекла диаметром 20 мм и после 1 ч сравнивают с равным объемом дистиллированной воды. Раствор должен быть прозрачным.

### 3.4. Определение массовой доли уксусной кислоты

#### 3.4.1. Применяемые реактивы и растворы:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 1 н. раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

вода дистиллированная, не содержащая СО<sub>2</sub>, готовят по ГОСТ 4517—75.

#### 3.4.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.4.2. Проведение анализа

50 см<sup>3</sup> воды помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup>, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, прибавляют около 2,5 г уксусной кислоты, снова взвешивают с той же погрешностью и титруют раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 5—10 с.

#### 3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю уксусной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,06005 \cdot 100}{m} - 1,3 \cdot X_2,$$

где V — объем точно 1 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

m — навеска уксусной кислоты, г;

X<sub>2</sub> — массовая доля муравьиной кислоты, %;

1,3 — коэффициент пересчета муравьиной кислоты на уксусную кислоту;

0,06005 — количество уксусной кислоты, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 1 н. раствора едкого натра, г.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,15 абс. %.

### 3.5. Определение массовой доли уксусного альдегида

3.4.3, 3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.1. *Применяемые реактивы, растворы и приборы:*

йод по ГОСТ 4159—79, 0,1 н. раствор;  
калий пироксеринокислый (метабисульфит калия) по ГОСТ 5713—75, 5%-ный раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 33%-ный раствор;

раствор, содержащий уксусный альдегид, готовят по ГОСТ 4212—76;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, 50%-ный раствор, не содержащий уксусный альдегид;

фуксин основной квалификации «для фуксинсернистой кислоты»;

фуксинсернистый реактив; готовят следующим образом: 1 г основного фуксина (крупные кристаллы) растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды при нагревании на водяной бане, охлаждают, если необходимо, фильтруют и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, затем добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора метабисульфита калия; через 20 мин прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и доводят объем водой до метки. Раствор выдерживают в темном месте не менее суток.

Перед применением 5,0 см<sup>3</sup> приготовленного реактива титруют раствором йода в присутствии крахмала. Реактив пригоден, если на титрование расходуется не более 4,0 см<sup>3</sup> раствора йода;

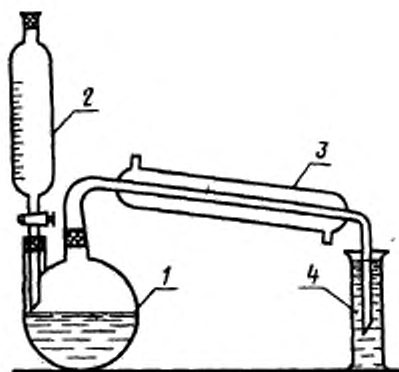
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фотоэлектроколориметр любого типа;

прибор для отгона уксусного альдегида (см. чертеж).

3.5.2. *Построение градуировочного графика*

В пять конических колб с притертыми пробками вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая помещают раствор, содержащий уксусный альдегид в таких количествах, чтобы массовая доля уксусного альдегида составляла 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мг. Затем в каждую колбу прибавляют до 15 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> фуксинсернистого реактива, хорошо перемешивают и выдерживают в течение 20 мин. Одновременно готовят контрольный раствор с теми же количествами реактивов, но без уксусного альдегида.



1—колба перегонная; 2—воронка капельная;  
3—холодильник; 4—цилиндр.

После этого измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному. Измерения проводят на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны  $\lambda = 530 \pm 10$  нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

По полученным результатам измерений строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от массовой доли уксусного альдегида.

3.5.1, 3.5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. *Проведение анализа*

50 г (47,4 см<sup>3</sup>) уксусной кислоты помещают в перегонную колбу, добавляют несколько капель фенолфталеина и несколько капилляров. Через капельную воронку добавляют около 90 см<sup>3</sup> раствора едкого натра для нейтрализации уксусной кислоты. Закрывают кран капельной воронки и при нагревании с помощью колбо-нагревателя отгоняют 20 см<sup>3</sup> жидкости в цилиндр, содержащий 5 см<sup>3</sup> воды. Скорость отгона 1—2 см<sup>3</sup>/мин.

2,5 см<sup>3</sup> полученного раствора для 1-го сорта и 1,25 мл раствора для 2-го сорта помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят водой до 15 см<sup>3</sup> и добавляют 1 см<sup>3</sup> фуксинсернистого реактива, хорошо перемешивают и через 20 мин определяют оптическую плотность на том же фотоэлектроколориметре.

По градуировочному графику находят содержание уксусного альдегида в миллиграммах.

### 3.5.4. Обработка результатов

Массовую долю уксусного альдегида ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot V}{V_1 \cdot m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где  $a$  — массовая доля уксусного альдегида, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем отгона, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m$  — навеска уксусной кислоты, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,0003 абс. %.

### 3.6. Определение массовой доли муравьиной кислоты

#### 3.6.1. Применяемые реактивы и растворы:

бром по ГОСТ 4109—79;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 2 н. раствор;

натрий бромноватистокислый, 0,1 н. раствор, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> наливают 500 см<sup>3</sup> воды, добавляют 2,8 см<sup>3</sup> брома и 100 см<sup>3</sup> раствора едкого натра; содержимое колбы перемешивают до полного растворения брома, после этого доводят водой до метки и тщательно перемешивают;

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

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 5 н. раствор;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч., 25%-ный раствор;

крахмал по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.6.2. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 100 см<sup>3</sup> воды, помещают пипеткой 25 см<sup>3</sup> раствора бромноватистокислого натрия и около 10 г уксусной кислоты, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г. После 5 мин выдержки к смеси добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, затем 5 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания раствора.

В тех же условиях проводят контрольный опыт.

#### 3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю муравьиной кислоты ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0023}{m} \cdot 100,$$

где  $V$  — объем точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в основном опыте, см<sup>3</sup>;

$m$  — навеска уксусной кислоты, г;

0,0023 — количество муравьиной кислоты, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,005 абс. %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**3.7. Определение массовой доли сульфатов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74 фотонейфелометрическим методом. При этом 9,5 см<sup>3</sup> (10 г) анализируемой кислоты помещают в форфоровую чашку, прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> 1%-ного раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) и выпаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72), перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения остатка и фильтруют в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> через плотный фильтр типа «синяя полоска», предварительно трижды промытый водой с температурой 70—80°C. Объем фильтрата доводят водой до метки и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5—74.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**3.8. Определение содержания хлоридов**

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74 визуальном-нефелометрическим методом. При этом 10 г (9,5 см<sup>3</sup>) уксусной кислоты помещают в пробирку или цилиндр из бесцветного стекла диаметром 20 мм, разбавляют водой до 40 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и тщательно перемешивают.

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 20 мин на темном фоне опалесценция анализируемого раствора будет не интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для 1-го и 2-го сортов синтетической кислоты и 1-го сорта регенерированной — 0,04 мг Cl, для 3-го сорта синтетической кислоты и 2-го сорта регенерированной — 0,1 мг Cl, 2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра.

**3.9. Определение массовой доли тяжелых металлов, осаждаемых сероводородом**

**3.9.1. Применяемые реактивы и растворы:**

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х. ч., ледяная;

вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517—75, свежеприготовленная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

раствор, содержащий Pb, готовят по ГОСТ 4212—76.

**3.9.2. Проведение анализа**

20 г (19 см<sup>3</sup>) уксусной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевую или фарфоровую чашку и

выпаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 10 см<sup>3</sup> воды и раствор количественно переносят в цилиндр из бесцветного стекла вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят водой до 20 см<sup>3</sup> и добавляют 5 см<sup>3</sup> сероводородной воды.

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для 1-го сорта — 0,08 мг Pb;

для 2-го сорта — 0,1 мг Pb,

1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и 5 мл сероводородной воды.

### 3.10. Определение массовой доли железа

Определение проводят по ГОСТ 10555—75 о-фенантролиновым методом. При этом 10 г (9,5 см<sup>3</sup>) уксусной кислоты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> реактива на железо и погружают на 10 мин в кипящую водяную баню. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Величину оптической плотности анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика.

#### 3.10.1. Обработка результатов

Массовую долю железа ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{a}{1000 \cdot m} \cdot 100,$$

где  $a$  — массовая доля железа, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — навеска кислоты, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,00005 абс. %.

### 3.11. Определение массовой доли нелетучего остатка

#### 3.11.1. Проведение анализа

В кварцевую или фарфоровую чашку, высушенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают 95 см<sup>3</sup> (около 100 г) уксусной кислоты, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и содержимое чашки осторожно выпаривают на водяной бане.

Остаток сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при  $120 \pm 2^\circ\text{C}$ , затем охлаждают в эксикаторе (ГОСТ 25336—82) до  $20 \pm 4^\circ\text{C}$  и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.11.2. *Обработка результатов*

Массовую долю нелетучего остатка ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  — навеска уксусной кислоты, г;

$m_1$  — масса кварцевой чашки, г;

$m_2$  — масса кварцевой чашки с высушенным остатком, г.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,001 абс. %.

3.12. *Определение устойчивости окраски раствора марганцовокислого калия*

3.12.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, х. ч., 0,1 н. раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.12.2. *Проведение анализа*

10 см<sup>3</sup> воды помещают в пробирку или цилиндр из бесцветного стекла диаметром 20 мм, прибавляют 2 см<sup>3</sup> анализируемой кислоты и 0,1 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия.

Определение проводят при 20±2°C.

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если розовая окраска не исчезает или не переходит в коричневую: для кислоты синтетической с государственным Знаком качества — 60 мин, для 1-го сорта синтетической — 45 мин, для 2-го сорта синтетической и 1-го сорта регенерированной — 30 мин, для 2-го сорта регенерированной — 5 мин.

3.13. *Определение содержания веществ, окисляемых двуххромовокислым калием, мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия*

3.13.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, 0,5 н. раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч., 10%-ный раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор;

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

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бихроматный реактив; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 200 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, 300 см<sup>3</sup> воды, 400 см<sup>3</sup> серной кислоты, смесь охлаждают, доводят объем водой до 1 дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

3.13.2. *Проведение анализа*

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают пипеткой 10 см<sup>3</sup> анализируемой уксусной кислоты и прибавляют пипеткой

25 см<sup>3</sup> бихроматного реактива. Содержимое колбы нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане, затем добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и охлаждают смесь до  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . После охлаждения смесь в колбу вносят 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия и быстро титруют раствором тиосульфата натрия до слабо-желтой окраски, в конце титрования добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют до голубовато-зеленой окраски.

Параллельно в тех же условиях проводят контрольный опыт.

### 3.13.3. Обработка результатов

Содержание веществ, окисляемых двуххромовокислым калием ( $X_5$ ) в миллилитрах 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, вычисляют по формуле

$$X_5 = V - V_1$$

где  $V$  — объем точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,15 см<sup>3</sup>.

### 3.14. Проба с серной кислотой

#### 3.14.1. Применяемые реактивы и растворы:

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.;

йод по ГОСТ 4159—79, 1 н. раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

#### 3.14.2. Проведение анализа

9 см<sup>3</sup> уксусной кислоты помещают в пробирку, добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, накрывают стеклом и нагревают на кипящей водяной бане в течение 3 ч. Затем содержимое охлаждают до  $20^\circ\text{C}$ .

Продукт соответствует требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора такого же объема, приготовленного в момент проведения анализа и содержащего 1 см<sup>3</sup> йода в 200 см<sup>3</sup> воды.

### 3.15. Определение массовой доли толуола

#### 3.15.1. Применяемые приборы и реактивы:

газовый хроматограф «Цвет» модели 1-64 с пламенно-ионизационным детектором;

колонок хроматографическая — тефлоновая или стеклянная трубка длиной 2,4 м и внутренним диаметром 3 мм;

микрошприц МШ-10, вместимостью 10 мкл;

измерительная лупа с ценой деления 0,1 мм;

фторопласт Ф-42 «П», гранулированный;

полиэтиленгликольсебацинат;  
 метилен хлористый по ГОСТ 9968—73, марка А;  
 азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74;  
 воздух сжатый;  
 водород технический по ГОСТ 3022—80;  
 толуол по ГОСТ 5789—78;  
 кислота уксусная по ГОСТ 61—75;  
 хлороформ по ГОСТ 20015—74.

### 3.15.2. Приготовление сорбента

Фторопласт Ф-42 «П» зернами размером 0,25—0,5 мм дополнительной обработке не подвергается. 20 г фторопласта обрабатывают в выпарительной чашке раствором, полученным растворением 3 г полиэтиленгликольсебацината в 30 см<sup>3</sup> метилхлорида или хлороформа. Растворитель частично удаляют на водяной бане, остаток переносят на фильтр Шотта № 1 и досушивают, пропуская азот.

### 3.15.3. Подготовка к анализу

Перед заполнением хроматографическая колонка и сорбент охлаждаются твердой углекислотой. Охлажденный углекислотой сорбент небольшими порциями через воронку вносят в колонку, добиваясь равномерного уплотнения. Концы заполненной колонки закрывают тефлоновой стружкой и устанавливают в хроматограф. Перед проведением анализа колонку продувают азотом в течение 24 ч при температуре 100°C. Монтаж, наладку и вывод прибора на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией по монтажу и эксплуатации прибора, прилагаемой к хроматографу.

Устанавливают следующий режим работы прибора:

температура термостата — 100°C;  
 скорость газа-носителя азота — 50 см<sup>3</sup>/мин;  
 соотношение скорости азота к водороду — 1:1;  
 температура испарителя — 150°C;  
 скорость движения диаграммной ленты — 10 мм/мин;  
 время удерживания толуола — 5,5 мин.

Примечание. Во избежание спекания и прессования фторопласта скорость газа-носителя и температура термостата не должна превышать указанного значения.

Количественное содержание толуола определяют методом абсолютной калибровки. Калибровку проводят искусственными смесями, близкими по составу к анализируемому продукту. Снимают хроматограммы искусственных смесей дозировкой 0,2 мкл каждой, измеряют высоту пика толуола и строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс высоту пика, а по оси ординат процентное содержание толуола в уксусной кислоте.

### 3.15.4. Проведение анализа

0,2 мкл анализируемой пробы вводят с помощью микрошпри-

ца в хроматографическую колонку. Условия проведения калибровки и анализа должны быть одинаковы. Анализ проводят при масштабе 1:10.

#### 3.15.5. Обработка результатов

Массовую долю толуола  $X_6$  в процентах (по массе) в уксусной кислоте вычисляют по формуле

$$X_6 = h \cdot M \cdot K,$$

где  $h$  — высота пика толуола, мм;

$M$  — масштаб;

$K$  — калибровочный коэффициент, представляющий зависимость 1 мм высоты пика от процентного содержания толуола в уксусной кислоте.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 0,001 абс. %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Синтетическую и регенерированную уксусную кислоту 1-го сорта заливают и транспортируют в чистых железнодорожных цистернах с внутренней поверхностью из нержавеющей стали марки 12X18H10T или 10X17H13M2T (ГОСТ 5632—72) с верхним сливом или бочках из нержавеющей стали марки 12X18H10T или 10X17H13M2T вместимостью до 200 л, а также в стеклянных бутылках по ГОСТ 14182—69, вместимостью до 20 л.

Допускается транспортирование уксусной кислоты 1-го сорта в алюминиевых цистернах или алюминиевых бочках вместимостью до 200 л.

Синтетическую и регенерированную уксусную кислоту 2-го и 3-го сортов транспортируют в алюминиевых цистернах и алюминиевых бочках вместимостью до 200 л.

4.2. Бочки должны быть изготовлены по технической документации, утвержденной в установленном порядке.

4.3. Цистерны, бочки и бутылки должны быть заполнены уксусной кислотой не более чем на 95% объема тары.

4.4. Наливные люки цистерн и горловины бочек должны быть тщательно герметизированы прокладками из материала, стойкого к уксусной кислоте.

Горловины бутылей должны быть закупорены притертыми пробками, обернуты тканью и обвязаны шпагатом или полиэтиленовыми пробками и колпаками.

4.5. Стеклянные бутылки с уксусной кислотой должны быть помещены в деревянные ящики для химической продукции по ГОСТ 18573—78 или корзины и уплотнены древесной стружкой.

4.6. Перед наливом цистерн должен быть проведен анализ остатка уксусной кислоты на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Если остаток соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну заполняют уксусной кислотой, если остаток не соответствует требованиям настоящего стандарта, то цистерну промывают, пропаривают и сушат.

4.7. Перед заполнением бочки и бутылки должны быть тщательно промыты и высушены.

4.8. Маркировка бочек, бутылей и цистерн должна соответствовать ГОСТ 14192—77 с нанесением следующих дополнительных обозначений:

- а) наименования продукта, его марки и сорта;
- б) номера партии и места;
- в) даты изготовления;
- г) массы брутто и нетто;
- д) обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9. На котле цистерны должна быть надпись «Опасно. Уксусная кислота».

На боковую поверхность бочки и ящика для химической продукции должен быть приклеен бумажный ярлык формы № 10 («Берегись ожога») в соответствии с «Правилами перевозок грузов».

4.10. (Исключен, Изм. № 1).

4.11. Бочки и бутылки с уксусной кислотой транспортируют железнодорожным, автомобильным и водным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

4.12. Синтетическую и регенерированную уксусную кислоту хранят в герметических резервуарах из стали марки 12Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т (ГОСТ 5632—72) или алюминия марки АД1 (ГОСТ 4784—74).

Бочки и бутылки с синтетической и регенерированной уксусной кислотой хранят в складских помещениях или под навесом, исключая попадание влаги.

## 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие уксусной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения — 6 месяцев со дня изготовления продукта, а для продукта с государственным Знаком качества — 1 год.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Уксусная кислота бесцветная, легковоспламеняющаяся жидкость с резким запахом уксуса.

Температура вспышки составляет 38°C, температура самовоспламенения 454°C.

Температурные пределы воспламенения:

нижний 35°C;

верхний 76°C.

Пределы взрываемости паров в смеси с воздухом:

нижний 3,3% по объему,

верхний 22% по объему.

Тушить тонкораспыленной водой, газовыми и порошковыми составами.

6.2. Растворы уксусной кислоты концентрации 30% и выше при соприкосновении с кожей вызывают ожоги. Пары раздражают слизистые оболочки дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений 5 мг/м<sup>3</sup>.

Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей и местной вентиляцией, обеспечивающей концентрацию паров уксусной кислоты не выше предельно допускаемой.

Первая помощь при попадании кислоты на кожу и слизистую оболочку глаз — обильное промывание водой.

6.3. При работе с кислотой необходимо применять меры защиты:

фильтрующие промышленные противогазы марки В или БКФ по ГОСТ 10182—78;

специальная одежда;

формовые резиновые сапоги по ГОСТ 5375—79;

защитные очки;

рабочие фартуки;

резиновые перчатки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор Т. П. Шашина  
Технический редактор Л. В. Вейнберг  
Корректор Э. В. Митяй

Сдано в наб. 07.12.83 Подп. в печ. 09.04.84 1,0 п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 1,00 уч.-изд. л.

Ордена «Знак Почета»

Вильнюсская типография №

1340, Москва, ГСП.

Миндзауго, 12/14. Зак. 519

Изменение № 2 ГОСТ 19814—74 Кислота уксусная синтетическая и регенерированная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.87 № 4640

Дата введения 01.07.88

Вводная часть. Третий абзац дополнить словами: «и других областях народного хозяйства»;

Пункт 1.1. Таблицу изложить в новой редакции; примечание исключить:

Наименование показателя	Значение		
	Синтетическая ОКП 24 3111 0120	Регенерированная ОКП 24 3111 0200	
		1-й сорт ОКП 24 3111 0230	2-й сорт ОКП 24 3111 0240
1. Внешний вид и цвет	Бесцветная, прозрачная жидкость без механических примесей		
2. Растворимость в воде	Полная, раствор прозрачный		
3. Массовая доля уксусной кислоты, %, не менее	99,5	99,5	98,0
4. Массовая доля уксусного альдегида, %, не более	0,004	0,004	0,01
5. Массовая доля муравьиной кислоты, %, не более	0,05	0,05	0,1
6. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,0003	0,0005	0,001
7. Массовая доля хлоридов ( $\text{Cl}$ ), %, не более	0,0004	0,0004	0,001
8. Массовая доля тяжелых металлов, осаждаемых сероводородом ( $\text{Pb}$ ), %, не более	0,0004	0,0004	0,0005

(Продолжение см. с. 238)

Наименование показателя	Значение		
	Синтетическая ОКП 24 3111 0120	Регенерированная ОКП 24 3111 0200	
		1-й сорт ОКП 24 3111 0230	2-й сорт ОКП 24 3111 0240
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,0004	0,0005	0,002
10. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,004	0,005	0,01
11. Устойчивость окраски раствора марганцовокислого калия, мин, не менее	60	30	5
12. Массовая доля веществ, окисляемых двухромовокислым калием, см <sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрация $c(\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм <sup>3</sup> (0,1 н.), не более	5,0	10	20
13. Проба с серной кислотой	Должна выдерживать испытание по п. 3.14		Не нормируется

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

**«2а. Требования безопасности**

2а.1. Уксусная кислота — бесцветная, легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки составляет 38 °С, температура самовоспламенения — 454 °С.

Температурные пределы воспламенения: нижний 35 °С, верхний 76 °С.

Пределы взрываемости паров смеси с воздухом: нижний 3,3 % по объему, верхний 23 % по объему.

(Продолжение см. с. 239)

Тушить тонкораспыленной водой, газовыми и порошковыми составами.

2а.2. Растворы уксусной кислоты с массовой долей 30 % и выше при соприкосновении с кожей вызывают ожоги. Пары раздражают слизисты оболочки дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров уксусной кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 5 мг/м<sup>3</sup>.

Все рабочие помещения должны быть оборудованы общей и местной вентиляцией, обеспечивающей концентрацию паров уксусной кислоты не выше предельно допустимой.

Первая помощь при попадании кислоты на кожу и слизистую оболочку глаз — обильное промывание водой.

Пункты 2.2—2.4 изложить в новой редакции: «2.2. Объем выборки для проверки качества продукта требованиям настоящего стандарта должен составлять 10 % единиц продукции, но не менее трех.

При заливке уксусной кислоты в дистерны у изготовителя допускается отбирать пробу из товарного резервуара, которую анализируют по всем показателям, кроме показателей 1, 3 таблиц. Показатели 1, 3 определяют в каждой дистерне.

2.3. Показатели 4, 6, 7, 8, 10 таблицы изготовителем определяются периодически, но не реже одного раза в месяц.

2.4. Массовую долю веществ, окисляемых двухромовокислым калием, и пробу с серной кислотой определяют по требованию потребителей.

Пункт 2.5 дополнить словами: «способом, исключающим непосредственный контакт продукта с теплоносителем».

Пункт 2.6. Заменить слова: «пробы, отобранной от удвоенного количества единиц продукции» на «удвоенной выборке».

Пункты 3.1.1, 3.1.2. Заменить слово: «разовые» на «точечные».

Пункты 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.1. Аппаратура, посуда и реактивы:

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

Колба Ки-1(2)—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82;

Бюретка 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292-74;

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$  (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1-83;

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850-72, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1-77;

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;

Вода дистиллированная, не содержащая  $\text{CO}_2$ ; готовят по ГОСТ 4517-87.

3.4.2. Проведение анализа

Около 2 г уксусной кислоты взвешивают и результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в коническую колбу с притертой пробкой, содержащую 50 см<sup>3</sup> воды, и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 5—10 с.

Пункт 3.4.3. Формула. Экспликация. Первый абзац. Заменить слова: «точно 1 н. раствора едкого натра» на «раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.)»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «0,06005 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 1 моль/дм<sup>3</sup>, г.»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ »;

дополнить абзацем: «Допускается определять массовую долю уксусной кислоты по температуре кристаллизации по ГОСТ 61-75. При разногласиях в оценке массовой доли уксусной кислоты определение проводят титрованием».

Пункт 3.5.1 изложить в новой редакции:

**3.5.1. Реактивы, растворы и приборы**

Иод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации с ( $1/2 J_2$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, х. ч., раствор с массовой долей 33 %.

Раствор, содержащий уксусный альдегид, готовят по ГОСТ 4212-76.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850-72, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, раствор с массовой долей 50 %, не содержащий уксусный альдегид.

Фуксинсернистый реактив; готовят по ГОСТ 4517-87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Прибор для отгона уксусного альдегида (см. чертеж).

Пункт 3.5.3. Первый абзац. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия»; исключить слова: «с помощью колбонагревателя»; после слова «воды» дополнить словами: «с температурой ниже 20 °С»;

второй абзац после слова «для» дополнить словами: «синтетической и»;

третий абзац. Заменить слово: «содержание» на «массу».

Пункт 3.5.4. Формула и экспликация. Заменить слова и обозначение: а на  $m$ , «а — массовая доля уксусного альдегида, найденная по градуировочному графику» на « $m$  — масса уксусного альдегида, найденная по градуировочному графику»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.6.1 изложить в новой редакции:

«3.6.1. Аппаратура, посуда и реактивы

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

Колба К-1(2)—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Бюретки, пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 20290-74.

Бром по ГОСТ 4109-79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации с (NaOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup> (2 н.).

Натрий бромоватистокислый, раствор концентрации с ( $1/6 NaBrO_3$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> наливают 500 см<sup>3</sup> воды, добавляют 2,8 см<sup>3</sup> брома и 100 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия; содержимое колбы перемешивают до полного растворения брома, после чего доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Натрий сериоватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068-86, раствор концентрации с ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х. ч., раствор концентрации с (HCl) = 5 моль/дм<sup>3</sup> (5 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Пункт 3.6.2. Исключить слова: «вместимостью 250 см<sup>3</sup>»; заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.6.3. Формула. Экспликация. Первый, второй абзацы. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия» на «раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>»;

(Продолжение см. с. 241)

четвертый абзац изложить в новой редакции: «0,0023 — масса муравьиной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ »

Пункт 3.7. Заменить слово: «фотонейфелометрическим» на «фототурбидиметрическим».

Пункт 3.8. Первый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

третий абзац. Исключить слова: «1-го и 2-го сортов»; «3-го сорта синтетической кислоты».

Пункт 3.9.1 изложить в новой редакции:

«3.9.1. *Реактивы и растворы*

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

Вода сероводородная, готовят по ГОСТ 4517—87, свежеприготовленная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Раствор, содержащий Pb, готовят по ГОСТ 4212—76».

Пункт 3.9.2. Первый абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,01 г» на «записывая результат взвешивания с точностью до второго десятичного знака»;

третий абзац после слова «для» дополнить словами: «синтетической кислоты».

Пункт 3.10. Первый абзац. Заменить слово: «о-фенантролиновым» на «1,10-фенантролиновым».

Пункт 3.10.1. Формула и экспликация. Заменить слова и обозначение:  $\alpha$  на  $m$ , « $\alpha$  — массовая доля железа, найденная по градуировочному графику» на « $m$  — масса железа, найденная по градуировочному графику»;

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ »

Пункт 3.11.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «В кварцевую или фарфоровую чашку, высушенную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают 95 см<sup>3</sup> (около 100 г) уксусной кислоты, взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) и содержимое чашки осторожно выпаривают на водяной бане»;

второй абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «записывая результат взвешивания с точностью до четвертого десятичного знака»

Пункт 3.11.2. Последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.12.1 изложить в новой редакции:

«3.12.1. *Реактивы и растворы*

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, х. ч., раствор концентрации  $c(1/6 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.12.2. Первый абзац дополнить словами: «и определяют время в минутах, в течение которого розовая окраска раствора не исчезает и не переходит в коричневую»;

третий абзац исключить.

Пункты 3.13, 3.13.1 изложить в новой редакции: «3.13. Определение массовой доли веществ, окисляемых двуххромовокислым калием, см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрации  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$  (0,1 н.)

3.13.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Колба Кн-1 (2) — 250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пилетки 2 (3) — 1—10,25 по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 1 (3) — 2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор концентрации  $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$  (0,5 н.).

(Продолжение см. с. 242)

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 1 %.

Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации с ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бихроматный реактив; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 200 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, 300 см<sup>3</sup> воды, 400 см<sup>3</sup> серной кислоты, смесь охлаждают, доводят объем водой до 1 дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

Пункт 3.13.2. Исключить слова: «вместимостью 250 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.13.3. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Массовую долю вещества, окисляемых двуххромовокислым калием, в см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрации с ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), вычисляют по формуле»;

Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия» на «раствора тиосульфата натрия концентрации точно с ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.)» (2 раза);

последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.14.1 изложить в новой редакции:

«3.14.1. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Иод по ГОСТ 4159—79, раствор концентрации с ( $1/2 \text{ I}_2$ ) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункты 3.15—3.15.5 исключить.

Пункт 4.1. Заменить ссылку и единицу: ГОСТ 14182—69 на ГОСТ 14182—80; л на дм<sup>3</sup> (2 раза);

второй, третий абзацы. Заменить значение: 200 л на 275 дм<sup>3</sup>; исключить слова: «и 3-го».

Пункт 4.5. Заменить ссылку: ГОСТ 18573—78 на ГОСТ 18573—86.

Пункт 4.8 дополнить словами: «и знаки оласности по ГОСТ 19483—81 для класса 8, подкласса 8.1, классификационный шифр — 8142».

(ИУС № 3 1988 г.)