

РЕАКТИВЫ

АЦЕТАМИД

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Реактивы

АЦЕТАМИД

Технические условия

ГОСТ
684—78

Reagents. Acetamid. Specifications

ОКП 26 3621 0090 01

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на ацетамид, который представляет собой бесцветные или слегка желтоватые кристаллы, расплывающиеся на воздухе; легко растворим в воде, спирте, ацетоне.

Формулы: эмпирическая C_2H_5ON



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 59,07.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Ацетамид должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям ацетамид должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3621 0092 10	Чистый (ч.) ОКП 26 3621 0091 00
1. Массовая доля ацетамида (C_2H_5ON), %, не менее	99	98
2. Температура кристаллизации, °С, не ниже	79	78
3. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,01	0,02
4. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,01	0,03
5. Массовая доля кислот в пересчете на CH_3COOH , %, не более	0,1	0,5
6. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,002	0,02
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,002	0,005
8. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,001	Не нормируется
9. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,0005	0,001
10. (Измененная редакция, Изм. № 1).		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 2.1. Ацетамид может вызывать раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.
- 2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать правила личной гигиены.
- 2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

- 3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.
- 3.2. Массовые доли сульфатов, хлоридов, железа и тяжелых металлов изготавитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

- 4.1a. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г).

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

- 4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- 4.2. Определение массовой доли ацетамида

4.2.1. *Реактивы, растворы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) или кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H₂SO₄) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 % (готовят по ГОСТ 4517) и раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Бюretка 1(3)—2—50—0,1 по НТД.

Воронка ВД-1—100 по ГОСТ 25336.

Каплеуловитель КО-60 по ГОСТ 25336.

Колба К-2—500—40(50) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—500—40(50) по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—1 по НТД.

Холодильник ХПТ-3—300(400) по ГОСТ 25336.

4.2.2. *Проведение анализа*

Около 1,0000 г препарата помещают в круглодонную колбу, прибавляют 200 см³ воды, на дно колбы помещают несколько капилляров, запаянных с одного конца, или кусочки неглазурованного фарфора, и закрывают пробкой, в которую вставляют воронку и каплеуловитель, соединенный с холодильником. На конец трубки холодильника надевают резиновую трубку и погружают ее в коническую колбу, содержащую 50 см³ раствора соляной или серной кислоты и 0,1 см³ раствора метилового красного. Через воронку к раствору препарата прибавляют 50 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %, перемешивают и отгоняют 3/4 объема жидкости. Из колбы вынимают трубку, смывают ее водой и избыток кислоты титруют из бюretки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,5 моль/дм³ до перехода розовой окраски раствора в желтую.

4.2.3. Обработка результатов

Массовую долю ацетамида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,02953 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³, взятый для определения, см³;

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

m — масса навески препарата, г;

0,02953 — масса ацетамида, соответствующая 1 см³ раствора соляной или серной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³.

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

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

4.2.1—4.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Определение температуры кристаллизации проводят по ГОСТ 18995.5.

4.4. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов проводят по ГОСТ 27184 из навески препарата массой 10,00 г в фарфоровом тигле. Тигель с препаратором осторожно нагревают на песчаной бане до полного улетучивания препарата. Прокаливание проводят при 600—700 °C.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 35\%$ для препарата «чистый для анализа» и $\pm 20\%$ для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

4.5.1. Реактивы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Тигель фильтрующий по ГОСТ 25336, типа ТФ ПОР10 или ТФ ПОР16.

Стакан В(Н)-1—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

4.5.2. Проведение анализа

20,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 150 см³ воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Затем раствор фильтруют через тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Остаток на фильтре промывают 100 см³ горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °C до постоянной массы.

Препаратор считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 2 мг,

для препарата чистый — 6 мг.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 25\%$ для препарата «чистый для анализа» и $\pm 15\%$ для препарата «чистый» при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6. Определение массовой доли кислот в пересчете на CH₃COOH

4.6.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная, не содержащая CO₂; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

С. 4 ГОСТ 684—78

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1. Бюретка 1(6)—2—5—0,02 по НТД.

Колба Кн-2—50—22(34) по ГОСТ 25336.

Пипетка 4(5)—2—1 по НТД.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770.

4.6.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в коническую колбу, растворяют в 25 см³ воды, прибавляют 0,1 см³ раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на CH₃COOH (X₁) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,006 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.7. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5. При этом 10,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в воде (ГОСТ 6709). Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно промытый горячей водой, отбрасывая первую порцию фильтрата.

20 см³ фильтрата (соответствуют 2 г препарата) для препарата чистый для анализа или 5 см³ фильтрата (соответствуют 0,5 г препарата) для препарата чистый помещают в коническую колбу вместимостью 50—100 см³, доводят объем раствора водой до 25 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса сульфатов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,04 мг,

для препарата чистый — 0,1 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли сульфатов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.8. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7. При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ (с меткой на 50 или 40 см³) и растворяют в 30 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промытый горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %, и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим (способ 2) методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг,

для препарата чистый — 0,05 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли хлоридов анализ проводят фототурбидиметрическим методом.

4.9. Определение массовой доли железа проводят по ГОСТ 10555. При этом 2,00 г препарата помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 20 см³ воды и далее определение проводят сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг.

Допускается заканчивать определение визуально.

При разногласиях в оценке массовой доли железа анализ заканчивают фотометрически.

4.10. Определение массовой доли тяжелых металлов проводят по ГОСТ 17319. При этом 2 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³ и растворяют в 20 см³ воды. Если раствор мутный, его фильтруют через плотный обеззоленный фильтр «синяя лента» и далее определение проводят тиоацетамидным методом, фотометрически или визуально.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса тяжелых металлов не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг,

для препарата чистый — 0,02 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли тяжелых металлов анализ проводят фотометрически.

4.5—4.10. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.11—4.11.2. (Исключены, Изм. № 1).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид и тип тары: 2—1, 2—2, 2—4.

Группа фасовки: II, III, IV, V.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.11.78 № 3030
3. ВЗАМЕН ГОСТ 684-70
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770-74	4.5.1, 4.6.1	ГОСТ 10671.5-74	4.7
ГОСТ 3118-77	4.2.1	ГОСТ 10671.7-74	4.8
ГОСТ 3885-73	3.1, 4.1, 5.1	ГОСТ 17319-76	4.10
ГОСТ 4204-77	4.2.1	ГОСТ 18300-87	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 4328-77	4.2.1, 4.6.1	ГОСТ 18995.5-73	4.3
ГОСТ 4517-87	4.2.1, 4.6.1	ГОСТ 25336-82	4.2.1, 4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 4919.1-77	4.2.1, 4.6.1	ГОСТ 25794.1-83	4.2.1, 4.6.1
ГОСТ 6709-72	4.2.1, 4.5.1, 4.7	ГОСТ 27025-86	4.1a
ГОСТ 10555-75	4.9	ГОСТ 27184-86	4.4

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)
6. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 9-89)

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *М В Бучная*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000 Сдано в набор 03.12.2002 Подписано в печать 10.12.2002 Усл. печ. л. 0,93
Уч.-изд. л. 0,65 Тираж 137 экз С 8787 Зак. 1096

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14
http://www.standards.ru e-mail info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102