

**Изменение № 3 ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 30.09.91 № 1568**

**Дата введения 01.07.92**

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «на реактивы — этиловый и бутиловый эфиры» на «на этиловый и бутиловый эфиры»;

исключить слова: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) этилацетата — 88,11, бутилацетата — 116,16»;

дополнить абзацами: «Требования настоящего стандарта, кроме требований пп. 2, 3 и 4 табл. 1, являются обязательными.

Допускается изготовление этилового эфира уксусной кислоты по МС ИСО 6353/3—87 (Р. 62) (см. приложение 1) и проведение анализов по МС ИСО 6353/1—82 (см. приложение 2)».

Пункт 1.1. Таблица 1. Примечание исключить.

Пункт 2а.2. Первый абзац. Заменить ссылку и единицу: ГОСТ 12.1.005—76 на ГОСТ 12.1.005—88; мг/см<sup>3</sup> на мг/м<sup>3</sup>;

второй абзац изложить в новой редакции: «Этилацетат и бутилацетат обладают наркотическим действием, раздражают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, могут вызывать дерматиты и другие заболевания кожи».

Пункт 2а.4. Заменить слова: «общей приточно-вытяжной механической вентиляции» на «непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией».

Раздел 2а дополнить пунктами — 2а.5—2а.7:

«2а.5. С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами этилацетата и бутилацетата должен быть организован контроль за соблюдением предельно допустимых выбросов, утвержденных в установленном порядке, в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02—78.

2а.6. Предельно допустимая концентрация в воде объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования этилацетата — 0,2 мг/дм<sup>3</sup>, бутилацетата — 0,1 мг/дм<sup>3</sup> («Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнений», утвержденные Минздравом СССР).

2а.7. Метод определения этилацетата и бутилацетата в воздухе основан на реакции взаимодействия сложных эфиров органических кислот с гидроксиламином и последующем колориметрическом определении полученных гидроксамовых кислот с солями железа (III) по краснофиолетовому окрашиванию. («Методи-

*(Продолжение см. с. 112)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 22300—76).

ческие указания на колориметрическое определение сложных эфиров одноосновных органических кислот в воздухе», утвержденные Минздравом СССР).

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Массовую долю нелетучего остатка изготовитель определяет периодически в каждой 15-й партии».

Пункт 3.1а изложить в новой редакции: «3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «не должна быть менее 1500 г» на «должна быть не менее 1,5 кг».

Пункт 3.2.1 дополнить абзацами: «Массовую долю органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии на набивных сорбционных колонках с регистрацией сигналов разделенных компонентов детектором ионизации в пламени».

Количественную обработку проводят методом «внутреннего эталона».

Общие требования к проведению хроматографического анализа, градуировка прибора и обработка результатов анализа — по ГОСТ 21533—76».

Пункт 3.2.1.1. Первый абзац. Исключить слова: «или другой с аналогичной чувствительностью»;

третий, четвертый абзацы исключить;

тринадцатый абзац. Исключить слова: «или другой с близкими характеристиками»;

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88.

Пункт 3.2.1.3. Таблица 2. Графа «Условия анализа». Заменить слова: «Скорость азота» на «Расход азота», «скорость водорода» на «Расход водорода», «Скорость воздуха» на «Расход воздуха»;

таблица 3. Графа «Наименование компонента». Заменить слова: «Пропиловый спирт» на «Нормальный пропиловый спирт».

Пункт 3.2.1.4 дополнить абзацем (после первого): «Допускается определять площадь пиков с помощью электронного интегратора»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать».

шестой, седьмой абзацы исключить.

Пункт 3.2.2. дополнить абзацами: «Массовую долю воды определяют методом газожидкостной хроматографии на набивных колонках с регистрацией сигналов разделенных компонентов детектором по теплопроводности».

((Продолжение см. с. 113))

Количественную обработку проводят путем построения градуировочного графика.

Общие требования к проведению хроматографического анализа — по ГОСТ 21533—76».

Пункт 3.2.2.1. Первый абзац. Исключить слова: «или другой с аналогичной чувствительностью»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.2.2.3. Первый абзац. Заменить слова: «внутренней градуировки» на «абсолютной градуировки».

Пункт 3.2.2.4. Первый абзац. Заменить слово: «исходного» на «анализируемого»;

формула. Экспликация. Второй абзац. Заменить слово: «исходном» на «анализируемом».

Пункт 3.2.2.5 дополнить абзацем (после первого): «Допускается массовую долю воды или этилового спирта вычислять, используя вместо площади высоты пиков по ГОСТ 21533—76 (п. 4.2а)»;

третий абзац. Заменить слова: «допускаемые расхождения» на «допускаемое абсолютное расхождение».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить ссылку: СТ СЭВ 433—77 на ГОСТ 27026—86;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 35\%$  для этилацетата «химически чистый» и «чистый для анализа»;  $\pm 25\%$  для этилацетата «чистый» и бутилацетата «химически чистый»;  $\pm 10\%$  для бутилацетата «чистый» при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.7.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)——50—2 по ГОСТ 1770—74»;

пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—88.

Пункт 3.7.2 изложить в новой редакции: «3.7.2. Проведение анализа

25 см<sup>3</sup> спирта помещают в коническую колбу, прибавляют цилиндром 30 см<sup>3</sup> препарата, 2 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 30 с».

Пункт 3.7.3. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,0006 \cdot 100}{30 \cdot \rho},$$

где  $V$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г;

30 — объем препарата, см<sup>3</sup>;

$\rho$  — плотность препарата, равная 0,90 г/см<sup>3</sup> для этилацетата и 0,88 г/см<sup>3</sup> для бутилацетата;

последний абзац. Заменить слова: «допускаемые расхождения» на «допускаемое абсолютное расхождение»;

дополнить абзацем: «Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа для этилацетата  $\pm 0,0005\%$  и для бутилацетата  $\pm 0,0003\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ».

Пункт 3.8.1 дополнить абзацем (после второго): «Термометр с пределом измерения 100 °С и ценой деления 1 °С».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Реактив упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73».

(Продолжение см. с. 114)

На потребительскую тару наносят надписи «Легковоспламеняющаяся жидкость» и «Взрывается» или символы, соответствующие знакам опасности по ГОСТ 19433—88.

На транспортную тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433—88 для этилового эфира уксусной кислоты: класс 3, подкласс 3.2, черт. 3, классификационный шифр 3212, серийный номер ООН 1173 и для бутилового эфира уксусной кислоты: класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3313, серийный номер ООН 1123, манипуляционные знаки — по ГОСТ 14192—77 «Хрупкое. Осторожно» и «Бережь от нагрева».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

## «ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### Обязательное

## МС ИСО 6353/3—87 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.

### Часть 3: Технические условия — Вторая серия»

#### Р. 62 Этилацетат $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$

Относительная молекулярная масса: 88,11.

#### Р. 62.1. Технические требования

|   |                      |
|---|----------------------|
| Окраска в единицах Хазена   | 10                   |
| Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>  | 0,898—0,902          |
| Массовая доля этилацетата ( $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$ ), %, не менее | 99,5                 |
| Массовая доля этанола ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), %, не более                  | 0,1                  |
| Массовая доля метанола ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), %, не более                          | 0,1                  |
| Массовая доля метилацетата ( $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_3$ ), %, не более         | 0,1                  |
| Массовая доля нелетучих веществ, %, не более  | 0,002                |
| Кислотность (в миллимолях $\text{H}^+$ ), не более                                      | 0,08/100 г           |
| Испытание на легко карбонизируемые вещества   | Проведение испытания |
| Массовая доля воды, %, не более   | 0,1                  |

#### Р. 62.2. Проведение испытаний

##### Р. 62.2.1. Окраска в единицах Хазена

Следует указывать ОМ 36\*.

##### Р. 62.2.2. Плотность

Следуют указаниям ОМ 24.1\*.

##### Р. 62.2.3. Определение массовых долей этанола, метанола и метилацетата

Следуют указаниям ОМ 34\*, учитывая следующие условия:

|   |  |
|---|--|
| Стационарная фаза                         | Порapak QS<br>0,15—0,18 мм<br>(80—100 меш<br>ASTM) |
| Длина колонки                             | 3 м  |
| Внутренний диаметр колонки                | 2 мм   |
| Материал, из которого изготовлена колонка | Нержавеющая<br>сталь                               |
| Температура колонки                       | Увеличивается<br>от 90 до 240 °С<br>(6 °С/мин)     |
| Температура испарителя                    | 250 °С   |

\* Общие методы анализа (ОМ) — по МС ИСО 6353/1—82.

|                                     |                              |
|-------------------------------------|------------------------------|
| Температура колонки . . . . .       | 250 °С                       |
| Тип детектора . . . . .             | Детектор по теплопроводности |
| Газ-носитель . . . . .              | Гелий                        |
| Скорость потока . . . . .           | 20 см <sup>3</sup> /мин      |
| Объем анализируемой пробы . . . . . | 3 мм <sup>3</sup>            |

**Р. 62.2.4. Определение массовой доли нелетучих веществ**

Берут 50 г (55,5 см<sup>3</sup>) анализируемого препарата и следуют указаниям **ОМ 14\***. Масса остатка не должна превышать 1 мг.

**Р. 62.2.5. Определение кислотности**

К 20 см<sup>3</sup> метанола добавляют 0,1 см<sup>3</sup> фенолфталеина (2,5 г фенолфталеина растворяют в 250 см<sup>3</sup> 95 % (по объему) этанола) и титрованный раствор гидроокиси натрия с (NaOH) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> в количестве, необходимом для получения розовой окраски. Охлаждают в ледяной бане и добавляют 20 г (22,2 см<sup>3</sup>) препарата. При необходимости проводят титрование раствором гидроокиси натрия с (NaOH) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> до появления розовой окраски.

Объем титрованного раствора гидроокиси натрия не должен превышать 1,6 см<sup>3</sup>.

**Р. 62.2.6. Испытание на легко карбонизируемые вещества**

Охлаждают 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (95±0,5) % до 10 °С и медленно, при непрерывном встряхивании, добавляют 5 см<sup>3</sup> препарата.

Через 5 мин интенсивность окраски полученного раствора не должна превышать интенсивности окраски раствора йода с ( $1/2 J_2$ ) = 5·10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup>.

**Р. 62.2.7. Определение массовой доли воды**

Берут 10 г (11,1 см<sup>3</sup>) препарата и следуют указаниям **ОМ 12**, в качестве растворителя используют 20 см<sup>3</sup> метанола.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2

### Обязательное

**МС ИСО 6353/1—82 «РЕАКТИВЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.**

**Часть 1. Общие методы испытаний» (ОМ)**

**5.12. Определение массовой доли воды (ОМ 12)**

Следуют указаниям ГОСТ 14870—77\*.

**5.14. Определение остатка после выпаривания (ОМ 14)**

(Продолжение см. с. 116)

Пробу анализируемого препарата известной массы выпаривают на водяной кипящей бане, используя предварительно взвешенную чашку для выпаривания (платиновую, стеклянную или кварцевую) вместимостью примерно 150 см<sup>3</sup>. Остаток сушат до постоянной массы при температуре  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  в соответствии с методикой для каждого конкретного продукта.

Следуют указаниям также ГОСТ 8981—78\*.

#### 5.24.1. Пикнометрический метод (ОМ 24.1)

##### 5.24.1.1. Методика

Высушенный пикнометр (объем 25—50 см<sup>3</sup>) взвешивают с точностью до 0,2 мг. Пикнометр заполняют свежeproкипяченной (остывшей) водой и определяют взвешиванием массу воды при  $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$  ( $m_2$ ). Пикнометр освобождают от воды, высушивают, заполняют анализируемым веществом и определяют аналогичным способом массу вещества при  $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$  ( $m_1$ ).

##### 5.24.1.2. Обработка результатов

Плотность испытуемого вещества, выраженную в граммах на кубический сантиметр и рассчитываемую с точностью до третьего десятичного знака после запятой, определяют по формуле

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \cdot \rho_{\text{в}},$$

где  $m_1$  — масса навески испытуемого вещества, г;

$m_2$  — масса навески воды, г;

$\rho_{\text{в}}$  — плотность воды при  $20^\circ\text{C}$  ( $0,9982 \text{ г/см}^3$ );

$A$  — поправка к массе при взвешивании на воздухе;  $A = \rho_{\text{а}} \cdot V$ , где  $\rho_{\text{а}}$  — плотность воздуха (приблизительно  $0,0012 \text{ г/см}^3$ );  $V$  — объем пикнометра, см<sup>3</sup>.

5.34. Газовая хроматография (ОМ 34) — по ГОСТ 21533—76.

5.36. Определение цвета в единицах Хазена (ОМ 36)

Следуют указаниям ГОСТ 8981—78\*.

\* Примечание. Следуют указаниям ГОСТ 14870—77 до применения в виде государственного стандарта международного стандарта ИСО 760—78, ГОСТ 8981—78 — международных стандартов ИСО 759—81 и ИСО 2211—73\*.

(ИУС № 12 1991 г.)