

Изменение № 4 ГОСТ 5728—76 Трикрезилфосфат технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.06.90 № 1839

Дата введения 01.01.91

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Норма». Заменить значение: 250 на 350;
примечание 2 исключить;
заменить ссылку: ГОСТ 4333—48 на ГОСТ 4333—87.

Пункт 3.6.1 дополнить словами: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания

(Продолжение см. с. 214)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5728—76)

200 г или любые другие с соответствующими метрологическими характеристиками»;

заменить ссылки: ГОСТ 18300—80 на ГОСТ 18300—87; ГОСТ 12.1.021—80 и ГОСТ 4333—48 на ГОСТ 4333—87, ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.6.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,003 мгКОН/г вещества.

Результат анализа округляют до второго десятичного знака.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 4\%$ при доверительной вероятности 0.95».

Пункты 3.7, 3.8, 3.9 изложить в новой редакции:

«3.7. Определение массовой доли летучих веществ

(Продолжение см. с. 215)

3.7.1. Определение массовой доли летучих веществ основано на потере массы трикрезилфосфата при нагревании его в течение 2 ч при 140°C.

3.7.2. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Термошкаф с терморегулятором или любой другой сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев до $(140 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Термометр с диапазоном измерения 0—200°C по ГОСТ 28498—90 или термометр, обеспечивающий измерение температуры в заданном интервале с погрешностью $\pm 1^\circ\text{C}$.

Стаканчик СВ 24/10 по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор 2—180 или 2—136 по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с соответствующими метрологическими характеристиками.

Асбестовый картон по ГОСТ 2850—80.

Кальций хлористый прокаленный.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

3.7.3. *Проведение анализа*

$(10,000 \pm 1,000)$ г трикрезилфосфата взвешивают в стаканчике и ставят на асбестовый картон в термошкаф, сняв крышку. Навеску выдерживают в термошкафу при температуре $(140 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 2 ч. Термометр устанавливают в термошкаф так, чтобы ртутный шарик касался асбестового картона. Затем стаканчик вынимают и, закрыв крышкой, помещают в эксикатор с прокаленным хлористым кальцием и охлаждают не менее 30 мин. Охлажденный стаканчик взвешивают.

3.7.4. *Обработка результатов*

Массовую долю летучих веществ (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_0},$$

где m_1 — масса стаканчика с пробой трикрезилфосфата до прогрева, г;

m_2 — масса стаканчика с пробой трикрезилфосфата после прогрева, г;

m_0 — масса пробы трикрезилфосфата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,005 %.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 5 % при доверительной вероятности 0,95.

3.8. *Определение массовой доли золы*

3.8.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Тигель из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 типа ТК ПВ вместимостью от 20 до 40 см³.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с соответствующими метрологическими характеристиками.

Асбестовый картон по ГОСТ 2850—80.

Электрическая плитка с закрытым обогревом.

Кальций хлористый прокаленный.

Печь муфельная типа СНОЛ.

3.8.2. *Проведение анализа*

$(10,000 \pm 1,000)$ г трикрезилфосфата взвешивают в кварцевом тигле и осторожно упаривают на песочной бане или на электрической плитке, покрытой асбестовым картоном. После прекращения выделения паров трикрезилфосфата тигель ставят в муфель, предварительно нагретый до 800—900°C. Содержимое тигля доводят до полного озоления. В случае неполного сгорания в предварительно охлажденный тигель добавляют небольшое количество кристаллов азотнокислого аммония и вновь прокаляют.

Прокаливание продолжают до постоянной массы. Выпаривание и озоление ведут в вытяжном шкафу.

3.8.3. Обработка результатов

Массовую долю золы (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с золой после прокаливания, г;

m_2 — масса пустого тигля после прокаливания, г;

m — масса пробы трикрезилфосфата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,007 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 6 % при доверительной вероятности 0,95.

3.9. Определение массовой доли свободного трикрезола бромид-броматным методом

3.9.1. Приборы, посуда, реактивы и растворы

Термометр по ГОСТ 28498—90.

Колба Кн-250—19/26 по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик СВ 34/12 по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 2—2—100 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с соответствующими метрологическими характеристиками.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 2,5 %.

Натрий серноватистокислый (тисульфат натрия)

Раствор концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) по ГОСТ 244—76.

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

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

3.9.2. Подготовка к анализу

Бромид-броматный раствор готовят следующим образом: около 2,78 г бромноватокислого калия и 10 г бромистого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в дистиллированной воде. Раствор доводят до метки и тщательно перемешивают.

3.9.3. Проведение анализа

Около 20,000 г трикрезилфосфата взвешивают в конической колбе и приливают 50 см³ раствора с массовой долей 2,5 % гидроокиси натрия при $(65 \pm 1)^\circ\text{C}$ и умеренно перемешивают в течение 3 мин.

Затем содержимое колбы охлаждают до 20°C , количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки. 100 см³ полученного раствора пипеткой переносят в коническую колбу, прибавляют 25 см³ бромидброматного раствора, 5 см³ соляной кислоты, встряхивают и оставляют в покое на 15 мин. После этого прибавляют 10 см³ раствора йодистого калия, колбу ставят на выдержку в темное место на 5 мин и оттитровывают выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия.

Одновременно в тех же условиях с теми же реактивами, но без пробы трикрезилфосфата проводят контрольный опыт.

3.9.4. Обработка результатов

Массовую долю свободного трикрезола (X_3) в процентах вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 217)

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) 0,00181 \cdot (250 - \frac{m}{\rho})}{m \cdot 100} \cdot 100,$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование пробы трикрезилфосфата, см³;

0,00181 — масса трикрезола, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

ρ — плотность трикрезилфосфата г/см³;

m — масса пробы трикрезилфосфата, г.

(Продолжение см. с. 218)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,005 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % при доверительной вероятности 0,95».

Пункт 3.10.3 дополнить словами: «Допускаемая относительная суммарная погрешность градуировочного графика не должна превышать допускаемой погрешности, равной ± 5 %».

Пункт 3.10.4 дополнить словами: «Допускаемая относительная суммарная погрешность не должна превышать ± 10 % при доверительной вероятности 0,95».

Пункт 4.1 дополнить словами: «Допускаемое предельное отклонение по массе нетто в бочках не должно превышать ± 2 %».

Пункт 4.2. Заменить слова: «(класс 6, подкласс 6.2, шифр 6213) по ГОСТ 19433—81» на «по ГОСТ 19433—88 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9153)».

(ИУС № 10 1990 г.)