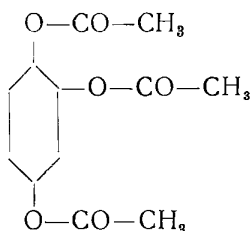


Управление по стандартизации при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 6408—52
	Реактивы	
	«ПИРОГАЛЛОЛ А» чистый для анализа	Группа Л52

Настоящий стандарт распространяется на «Пирогаллол А» (триацетат 1- 2- 4-триоксибензол), применяемый в газовом анализе для поглощения кислорода. Нерастворим в воде, растворим в горячем этиловом и изопропиловом спиртах.

Эмпирическая формула: $C_{12}H_{12}O_6$.

Структурная формула:



Молекулярный вес (по международным атомным весам 1949 г.) — 252,22.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Внешний вид.

Белый, желтоватый или сероватый мелкокристаллический порошок без видимых механических примесей.

2. Содержание «Пирогаллола А» не менее 97,5%.

3. Температура плавления 94,0—98,0°C (в этом интервале препарат должен плавиться в пределах не более 2°C).

4. Поглотительная способность по отношению к кислороду— должен выдерживать испытание по п. 9.

5. Наибольшие количества допустимых примесей в % %:

Названия примесей	Нормы
а) Содержание свободной уксусной кислоты (CH_3COOH)	0,05
б) Остаток после прокаливания (в виде сульфатов)	0,1

Внесен Министерством
химической
промышленности СССР

Утвержден Управлением
по стандартизации
8/ХП 1952 г.

Срок введения
1/III 1953 г.

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

6. Приемку и отбор проб производят по ГОСТ 3885—50. Общий вес отобранной пробы должен быть не менее 0,125 кг.

III. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7. Определение содержания «пирогаллола А»

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—51.

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, 0,5 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 3850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 0,5 н спиртовый раствор.

Раствор едкого кали готовят следующим образом:

33 г едкого кали растворяют в 1 л этилового спирта. Через 3—5 час. раствор фильтруют и оставляют в покое на 24 часа. На другой день отстоявшуюся жидкость сливают в сухую склянку.

б) *Описание определения*

Около 0,9—1,0 г «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в колбу для перегонки (с верхней отводной трубкой) емкостью 250 мл, прибавляют 30 мл этилового спирта и из пипетки, по каплям, при перемешивании, 2,5 мл серной кислоты.

Колбу с содержимым погружают в холодную водяную баню так, чтобы вода в бане была на одном уровне с жидкостью в колбе. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена делительная воронка, содержащая 60 мл этилового спирта. Затем колбу быстро соединяют с холодильником, к нижнему концу форштосса которого заранее присоединена трубка диаметром 0,5—0,6 см, согнутая под углом 120° и погруженная нижним концом в жидкость приемника. Приемником служит круглодонная колба емкостью 250 мл, содержащая 50 мл спиртового раствора едкого кали (отмеренные при помощи бюретки). На колбе нанесена метка для объема 120 мл. Затем воду водяной бани нагревают до температуры 75—80°C. С этого момента начинают прибавлять из делительной воронки по каплям этиловый спирт с такой скоростью, чтобы можно было считать падающие капли. Температуру воды в бане про-

должны повышать так, чтобы в конце перегонки вода в бане нагрелась до кипения. После того, как весь спирт прибавлен (обычно на приливание 60 мл спирта затрачивается около 45 мин.), кран капельной воронки закрывают и продолжают отгонку до тех пор, пока объем жидкости в приемнике не достигнет 120 мл.

Если в конце перегонки жидкость из приемника начнет засасывать обратно, то приемник можно несколько опустить, чтобы трубка оказалась над поверхностью раствора едкого кали. (Обычно на отгонку уксусно-этилового эфира затрачивается 1 час.)

После окончания отгонки конец трубки, опущенный в жидкость, обмывают 20 мл воды и затем находящийся в дистилляте уксусно-этиловый эфир подвергают гидролизу.

Для этого колбу с дистиллятом соединяют с обратным холодильником и погружают ее, до уровня жидкости в ней, в кипящую водяную баню. Содержание колбы нагревают до кипения и кипятят 15 мин. Затем баню удаляют и, отделив колбы от холодильника, закрывают верхний конец трубки холодильника трубкой с натронной известью и оставляют раствор в покое на 5 мин.

После этого колбу отделивают от холодильника и раствор титруют соляной кислотой в присутствии 3—5 капель раствора фенолфталеина. Параллельно, в тех же условиях (но без «пирогаллола А»), проводят контрольный опыт.

Содержание «пирогаллола А» в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0,042036 \cdot 100}{G} = \frac{(v - v_1) \cdot 4,2036}{G},$$

где:

v — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование раствора едкого кали в контрольном опыте в мл;

v_1 — объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование избытка едкого кали, в испытуемом растворе в мл;

0,042036 — количество триацетата 1- 2- 4-триоксибензола, соответствующее 1 мл точно 0,5 н раствора соляной кислоты, в г;

G — навеска «пирогаллола А» в г.

8. Определение температуры плавления

Небольшое количество тонкорастертого препарата помещают в стеклянный капилляр с внутренним диаметром около

1 мм и длиной 45—50 мм. Наполненный капилляр 5—6 раз бросают в стеклянную трубку высотой 800 мм и диаметром 10 мм, поставленную вертикально на часовое стекло, до уплотнения вещества в слой высотой 2—3 мм. Круглодонную колбу емкостью 250—300 мл наполняют на две трети объема серной кислотой (по ГОСТ 4204—48) или вазелиновым маслом и вставляют в нее пробирку диаметром около 15 мм так, чтобы расстояние между дном колбы и пробиркой было 10—15 мм. В пробирку наливают серную кислоту или вазелиновое масло слоем до уровня кислоты в колбе. Пробирку закрывают пробкой с боковым прорезом и вставляют в нее укороченный термометр (ГОСТ 2045—43) с ценой деления 0,5°C.

Содержимое колбы нагревают до температуры 75—80°C, после чего прикрепляют к термометру капилляр так, чтобы слой препарата в капилляре был на высоте середины ртутного резервуара термометра (термометр и капилляр не должны касаться дна и стенок пробирки). Затем продолжают нагревание прибора так, чтобы температура жидкости повышалась на 1°C в минуту.

Началом плавления считают момент появления в капилляре мениска, а концом — момент полного расплавления препарата.

Примечание. Если столбик ртути, в случае неукороченного термометра, во время определения будет выступать над пробкой, то к показанию термометра прибавляют поправку (Δt) на высоту выступающего над пробкой столбика ртути. Поправку (Δt) вычисляют по формуле:

$$\Delta t = 0,00016 \cdot h(t - t_1),$$

где:

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в делениях шкалы термометра;

t — наблюдаемая температура плавления в °C;

t_1 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °C.

9. Определение поглотительной способности по отношению к кислороду

а) Применяемые реактивы и растворы:

Кали едкое по ГОСТ 4203—48, 21%-ный водный раствор.

Концентрацию раствора едкого кали определяют титрованием по ГОСТ 4203—48, без учета поташа (раствор хранят в хорошо закрытой склянке).

б) Описание определения

Поглотительную способность определяют при помощи газоанализатора (тип ГХПЗ по ГОСТ 6329—52) по количеству поглощенного из воздуха кислорода при комнатной температуре.

24 г испытуемого «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,1 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и растворяют в 160 мл раствора едкого кали.

Колбу плотно закрывают корковой пробкой и взбалтывают до полного растворения «пирогаллола А» (растворение «пирогаллола А» сопровождается разогреванием). Полученный темнокоричневый раствор охлаждают до комнатной температуры и помещают в поглотительный сосуд газоанализатора.

Для испытания поглотительной способности с испытуемым раствором «пирогаллола А» производят анализ 50 проб воздуха. Объем пробы воздуха для каждого анализа 100 мл. При анализе каждой пробы отсчитывают число прокачиваний воздуха, при котором наступает полное поглощение кислорода.

Полное поглощение кислорода должно давать уменьшение объема воздуха от 20,6% (нижний предел) до 21% (верхний предел).

Препарат считают соответствующим стандарту, если при анализе 30-й пробы воздуха число прокачиваний через испытуемый раствор не превышает 6, а при анализе 50-й пробы воздуха не превышает 9.

Примечания:

1. Воздух в помещении, где производят испытание, не должен быть загрязнен посторонними газами и парами.

2. Общая продолжительность 6 прокачиваний воздуха через испытуемый раствор должна составлять 2—5 мин., причем при каждом прокачивании жидкость в поглотительном сосуде должна подниматься до метки на шейке сосуда.

10. Определение содержания свободной уксусной кислоты**а) Применяемые реактивы и растворы:**

Натр едкий по ГОСТ 4328—48, 0,01 н раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—48.

б) *Описание определения*

1 г «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу (с притертой пробкой) емкостью 100 мл и встряхивают с 20 мл воды в течение 5 мин.

Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр и промывают его 10 мл воды, присоединяя промывные воды к основному фильтрату. К полученному раствору прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором едкого натра до появления не исчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания, которое наблюдают сравнивая его с окрашиванием контрольной пробы, содержащей 1 г «пирогаллола А» и приготовленной таким же образом, как и испытуемая проба. Содержание свободной уксусной кислоты в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{v \cdot 0,0006005 \cdot 100}{G} = \frac{0,06005}{G} v,$$

где:

v — объем точно 0,01 н раствора едкого натра, пошедший на титрование, в мл;

G — навеска «пирогаллола А» в г;

0,0006005 — количество уксусной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,01 н раствора едкого натра, в г.

11. Определение остатка после прокаливания (в виде сульфатов)

а) *Применяемые реактивы и растворы:*

Кислота серная по ГОСТ 4204—48, уд. в. 1,835.

б) *Описание определения*

5 г «пирогаллола А» взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают во взвешенный тигель, смачивают 1 мл серной кислоты и нагревают на песочной бане до прекращения выделения паров серной кислоты, а затем прокаливают до постоянного веса.

Препарат считают соответствующим стандарту, если вес прокаленного остатка будет не более 5 мг.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

12. «Пирогаллол А» упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—50. Вид упаковки Б-8. Вес нетто: 0,25; 0,5; 1,0 кг. К каждой банке прилагают инструкцию по применению «пирогаллола А».