

РЕАКТИВЫ

ПИРИДИН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы
ПИРИДИНГОСТ
13647—78*

Технические условия

Reagents. Pyridinum.
SpecificationsВзамен
ГОСТ 13647—68

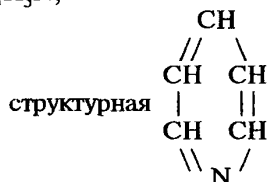
ОКП 26 3151 1110 05

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20 апреля 1978 г. № 1053 дата введения установлена 01.07.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на пиридин, который представляет собой бесцветную прозрачную жидкость с характерным запахом; гигроскопичен, легко воспламеняется, токсичен; хорошо смешивается с водой, спиртом, эфиром и многими другими органическими растворителями; нерастворим в растворе щелочей; на свету и воздухе темнеет. Плотность — около 0,98 г/см³.

Формулы: эмпирическая — C₅H₅N,



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 79,10.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям пиридин должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3151 1112 03
1. Массовая доля пиридина (C ₅ H ₅ N), %, не менее	99,0
2. Показатель преломления η^{20}_D	1,5090—1,5100
3. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,005
4. Массовая доля сульфатов (SO ₄), %, не более	0,001
5. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0005
6. Массовая доля аммиака (NH ₃), %, не более	0,002
7. Массовая доля меди (Cu), %, не более	0,0002

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1983 г. (ИУС 3—84).

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Наименование показателя	Норма
	Чистый для анализа (ч д а.) ОКП 26 3151 1112 03
8. Массовая доля веществ, восстанавливающих KMnO_4 , в пересчете на кислород, %, не более	0,0005
9. Массовая доля воды (H_2O), %, не более	0,1
10. Растворимость в воде	Должен выдерживать испытание по п. 3.11

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Показатель преломления и массовую долю аммиака изготовитель определяет периодически по требованию потребителей.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 800 г. Количество пиридина, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 % (объемная доля).

3.2. Определение массовой доли пиридина

3.2.1. Реактивы, растворы и приборы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1 н. раствор.

Потенциометр.

3.2.2. Проведение анализа

Около 3 г (3 см^3) препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан для потенциметрического титрования вместимостью 100—150 см^3 и прибавляют 40 см^3 воды.

В стакан с раствором помещают электроды (электродом сравнения служит насыщенный каломельный полуэлемент, а индикаторным — стеклянный электрод) и при перемешивании содержимого стакана мешалкой прибавляют из бюретки раствор соляной кислоты до pH 2,8. В начале титрования приливают сразу 20—25 см^3 раствора соляной кислоты, а затем титруют медленно, по каплям.

3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю пиридина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,07910 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3 ,
0,07910 — масса пиридина, соответствующая 1 см^3 точно 1 н. раствора соляной кислоты, г;
 m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

3.3. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2—73.

3.4. Определение нелетучего остатка проводят по ГОСТ 27026—86 из объема 30,6 см^3 (30 г) препарата.

3.5. Определение массовой доли сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 10671.5—74. При этом 5 см^3 (5 г) препарата помещают в фарфоровую чашку, прибавляют 0,5 г углекислого натрия (ГОСТ 83—79) и выпаривают досуха.

Остаток обрабатывают 2 см^3 25 %-ного раствора соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Затем остаток растворяют в 20 см^3 воды при нагревании на водяной бане, раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр, тщательно промытой горячей водой, в коническую колбу вместимос-

тью 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 0,05 мг.

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

3.6. Определение массовой доли хлоридов

Определение проводят по ГОСТ 10671.7—74. При этом 4 см³ (4 г) препарата помещают в фарфоровую чашку, приливают 0,2 см³ 1 %-ного раствора углекислого натрия (ГОСТ 83—79) и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 40 см³ воды, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³ и далее определение проводят фототурбидиметрическим (способ 2) или визуально-нефелометрическим методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса хлоридов не будет превышать 0,02 мг.

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

3.4—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли аммиака

3.7.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по НТД.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,01 н. раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по НТД, 0,1 %-ный спиртовой раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

3.7.2. Проведение анализа

2 см³ (2 г) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³, растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 0,1 см³ раствора фенолфталеина и титруют из микробюретки раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора.

3.7.3. Обработка результатов

Массовую долю аммиака (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00017 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,01 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;
 m — масса навески препарата, г;

0,00017 — масса аммиака, соответствующая 1 см³ точно 0,01 н. раствора соляной кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0005 %.

3.8. Определение массовой доли меди

Определение проводят по ГОСТ 10554—74.

При этом 2,5 см³ (2,5 г) препарата помещают в цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 см³, растворяют в 20 см³ воды, нейтрализуют 25 %-ным раствором серной кислоты (около 5,5 см³) и далее определение проводят фотометрически или визуально-колориметрически диэтилдитиокарбаматным методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса меди не будет превышать 0,005 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли меди анализ проводят фотометрически.

3.9. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих KMnO_4
5 см³ (5 г) препарата помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см³, прибавляют из бюретки вместимостью 1—2 см³ 0,5 см³ свежеприготовленного 0,01 н. раствора марганцовокислого калия (ГОСТ 20490—75), закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте при комнатной температуре.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если по истечении 1 ч сохранится розовая окраска раствора.

1 см³ точно 0,01 н. раствора марганцовокислого калия соответствует 0,00005 г кислорода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.10. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера визуально (любым способом) или электрометрическим титрованием.

С. 4 ГОСТ 13647—78

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят электрометрическим титрованием.

3.11. Определение растворимости в воде

Препарат смешивают с дистиллированной водой (ГОСТ 6709—72) в соотношении 1 : 1, 1 : 9, 1 : 49 в пробирках (ГОСТ 25336—82) или цилиндрах (ГОСТ 1770—74) с притертыми пробками вместимостью 50 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при наблюдении в проходящем свете на темном фоне анализируемые растворы не будут отличаться от дистиллированной воды, помещенной в такую же пробирку или цилиндр.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 3т—1, 3т—2, 3т—5.

Группа фасовки: V, VI до 5000 г.

На этикетке должны быть надписи: «Огнеопасно», «Яд» с изображением черепа и перекрещивающихся костей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества пиридина требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — один год со дня изготовления.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Пиридин токсичен. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров пиридина в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 5 мг/м³. При превышении ПДК пары оказывают раздражающее действие, влияя на нервную систему. Жидкий пиридин действует на кожу как раздражающее и фотосенсибилизирующее вещество, вызывает воспаление с сильным жжением, обезжиривание кожи и образование трещин. При попадании пиридина на кожу необходимо смыть его обильной струей воды.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, защитные перчатки, спецодежду и обувь, фильтрующий промышленный противогаз марки А), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Пиридин — легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки 20 °С.

Температура самовоспламенения 530 °С.

Область воспламенения: 1,85—12,4 % (объемная доля).

Температурные пределы воспламенения:

нижний 18 °С,

верхний 57 °С.

6.4. Работы с пиридином следует проводить вдали от огня. Для тушения пиридина используют тонкораспыленную воду и пену и разбавление водой. При объемном тушении минимальная огнетушительная концентрация азота — 31 % (объемная доля), углекислого газа — 29 % (объемная доля).

6.5. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу.

Должна быть обеспечена максимальная герметизация технологического оборудования.

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.03.99. Подписано в печать 12.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 146 экз. С 2564. Зак. 340.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Цлр № 080102