

Изменение № 4 ГОСТ 9585—77 Альдегид уксусный технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3769

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблица 1. Показатели 6а, 7 и соответствующие нормы исключить;

дополнить показателем — 9:

Наименование показателя	Норма	
	Высшего сорта ОКП 24 1732 0120	1-го сорта ОКП 24 1732 0130
9. Массовая доля органических примесей, %, не более:		
этилена	Не нормируется	Не нормируется
пропилена	»	»
хлористого метила	»	»
хлористого этила	»	»
уксусного альдегида	»	»
кротонового альдегида	»	»
паральдегида	»	»

примечание 1. Исключить слова: «ртути и»;

примечание 2 исключить;

дополнить примечаниями — 4—7: «4. В уксусном альдегиде, получаемом методом окисления этилена и методом гидратации ацетиленов с применением ртутного катализатора и предназначенном для производства уксусного ангидрида и уксусной кислоты, по согласованию с потребителем допускается значение цветности на месте производства не более 100 единиц платиново-кобальтовой шкалы.

5. В уксусном альдегиде 1-го сорта, получаемом методом окисления этилена и предназначенном для производства уксусного ангидрида и уксусной кислоты, норма для массовой доли кротонового альдегида должна быть не более 0,07.

6. Массовую долю органических примесей не нормируют до 01.01.93. Определение обязательно.

7. В уксусном альдегиде, получаемом методом окисления этилена, определяют все примеси, в уксусном альдегиде, получаемом методом гидратации ацетиленов, — паральдегид».

Пункт 2а.1 дополнить абзацем: «Кумулятивными свойствами не обладает».

Пункт 2а.2 дополнить абзацем: «Меры первой помощи: свежий воздух, тепло, покой. При попадании на кожу, слизистые оболочки — обильное промывание водой, при попадании в желудочно-кишечный тракт — зондовое промывание».

Раздел 2а дополнить пунктами — 2а.6—2а.12: «2а.6. Средства пожаротушения: воздушно-механическая пена на основе пенообразователей ПО-1Д, ПО-ЗАИ, «САМПО» с оптимальной интенсивностью подачи пены $0,3 \text{ дм}^3 \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$, песок, вода, кошма и другие средства.

2а.7. Уксусный альдегид при высоких температурах, а также в воздушной среде и в сточных водах токсичных соединений не образует.

2а.8. Контроль дозрывоопасной концентрации осуществляют с помощью автоматического стационарного газоанализатора типа СТХ-6. Контроль воздуш-

(Продолжение см. с. 220)

ной среды производственных помещений за соблюдением ПДК осуществляют химическим или хроматографическим методом.

2а.9. Все работы с уксусным альдегидом проводят при соблюдении санитарных норм и правил по технике безопасности, принятых при работе с легко воспламеняющимися химическими веществами (ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.004—85), применяя индивидуальные средства защиты согласно типовым нормам, утвержденным Госкомтруда СССР и Президиумом ВЦСПС.

2а.10. В производственных помещениях должны быть предусмотрены следующие меры предосторожности: герметизация оборудования, аппаратов, процессов слива и налива; вентиляция; запрещение применения открытого огня (ГОСТ 12.4.026—76). Рабочие места должны быть оборудованы местными отсасывающими устройствами.

Электрооборудование и освещение должно быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

2а.11. При сливо-наливных операциях необходимо соблюдать правила защиты от статического электричества в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности (ГОСТ 12.1.018—86).

2а.12. Уксусный альдегид относится к группе IVa совместного хранения материалов и веществ по ГОСТ 12.1.004—85 (приложение 9).

Пункт 2.1. Первый абзац. Исключить слова: «Для проверки качества продукта отбирают 1 дм³»; дополнить словами: «Допускается у изготовителя проводить отбор проб из резервуара-хранилища товарного продукта. При этом документ о качестве выдается на каждую цистерну, заполненную из этого резервуара-хранилища»;

второй абзац. Заменить слова: «количество продукта, переданное за сутки» на «любое количество продукта»; «а также его реквизиты» на «его реквизиты и размер партии».

Пункт 2.2. Перечисление д. Исключить слова: «брутто и».

Пункт 2.4 исключить.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.5: «2.5. Содержание ацетилена в уксусном альдегиде, получаемом методом гидратации ацетилена, определяют по требованию потребителя».

Пункт 3.1.1 после слов «на цистерне» дополнить словами: «и резервуаре-хранилище»; исключить слова: «в количестве не менее 1 дм³».

Пункт 3.1.2 изложить в новой редакции: «3.1.2. Перед отбором проб стеклянные бутылки или сосуды из нержавеющей стали с завинчивающейся пробкой или термосы продувают азотом, затем заполняют доверху, чтобы не оставалось свободного пространства. Объем пробы должен быть не менее 0,5 дм³. Пробы хранят при температуре 0—5 °С».

Пункт 3.1.4 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2а: «3.2а. При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г, ВЛР-1 кг, ВЛКТ-500 г и ВЛЭ-1 кг».

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.3. Заменить слова: «ФЭК-56 или другого типа» на КФК-2.

Пункт 3.3.1. Исключить обозначение: ФЭК-56.

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор с массовой долей 1 %».

Пункт 3.6.1. Второй абзац. Заменить слова: «5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 5 %»;

третий абзац. Заменить значение: 0,1 на 0,05 (2 раза);

четвертый абзац. Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 0,5 %»;

дополнить абзацами: «Колба по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³ с пришлифованной пробкой».

(Продолжение см. с. 221)

Пипетки исполнения 2 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2, 5 и 10 см³.

Пункт 3.6.2. Заменить значения: 50 см³ на 60 см³; «от 1 до 2°С» на «от минус 1 до 0°С»; 3 см³ на 10 см³;

дополнить абзацем: «Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.6.3 изложить в новой редакции:

«3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю кротонowego альдегида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00175 \cdot 100}{10 \cdot 0,805} ,$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование выделившегося йода, см³;

0,00175 — массовая концентрация кротонowego альдегида, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), г/см³;

10 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0°С, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10 %.

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.6.4: «3.6.4. Допускается определять массовую долю кротонowego альдегида хроматографическим методом по п. 3.11».

При возникновении разногласий определения проводят по пп. 3.6.1—3.6.3».

Пункт 3.7.1. Третий абзац дополнить словами: «и ГОСТ 8050—85. Допускается применять в качестве охлаждающей смеси лед»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Бюретка 1—2—25 или 3—2—25 по ГОСТ 20292—74»;

последний абзац исключить;

дополнить абзацем: «Пипетки 2—1—10, или 2—2—10, 2—1—5, или 2—2—5 по ГОСТ 20292—74».

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

В сухую колбу помещают 10 см³ пиридина. Охлажденной пипеткой вносят 5,0 см³ охлажденного уксусного альдегида, закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями, в одно из которых вставлена хлоркальциевая трубка с осушителем, а второе закрыто герметично. Колбу помещают на 5 мин в баню с охлаждающей смесью с температурой от 0 до 2°С. Затем, не вынимая колбу полностью из бани, вставляют носик бюретки в отверстие пробки и быстро титруют реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски, которая удерживается при указанных условиях в течение 10 с. Параллельно проводят контрольное титрование 10 см³ пиридина в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.7.4. Формулу изложить в новой редакции:

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{5 \cdot 0,805} ;$$

экопликация. Последний абзац исключить;

дополнить абзацами: «5 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,805 — плотность уксусного альдегида при 0°С, г/см³».

Пункты 3.8.1—3.8.1.3 исключить.

Пункт 3.8.2.1. Восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Водорода перексид по ГОСТ 10929—76, х. ч., раствор с массовой долей 3—5 %»; предпоследний абзац. Заменить слова: «35 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25 %»;

последний абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 0,1 %».

Пункт 3.8.2.3 дополнить абзацем: «Параллельно проводят контрольное определение в тех же условиях и с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.8.2.4. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,886}{20 \cdot 0,805 \cdot 10}$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм³, израсходованный на контрольное титрование, см³;

20 — объем уксусного альдегида, взятый для анализа, см³;

0,886 — массовая концентрация хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,025 моль/дм³, г/см³.

Пункты 3.9, 3.9.1—3.9.3 исключить.

Пункт 3.10.1. Четвертый абзац. Исключить слова: «водный раствор плотностью 0,91 г/см³».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.11—3.11.4:

3.11. Определение массовой доли органических примесей

Массовую долю органических примесей определяют методом газожидкостной хроматографии. Оборудование результатов — методом внутренней нормализации.

3.11.1. *Аппаратура, материалы, посуда, реактивы*

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором любого типа.

Колонка из нержавеющей стали длиной 3 м для полиэтиленгликольадипината и 2 м для 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтоксипропана, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц типа МШ-1 или МШ-10.

Лупа измерительная по ГОСТ 6309—87 или ГОСТ 25706—83.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндр вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770—74.

Баня водяная.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Носитель твердый: сферохром-3 или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий разделение компонентов с частицами размером 0,16—0,25 мм.

Фаза неподвижная: полиэтиленгликольадипинат для хроматографии или 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтоксипропан.

Газ-носитель: гелий или азот по ГОСТ 9293—74, о. с. ч или высший сорт.

Водород технический по ГОСТ 3022—80, марка А или Б.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов, очищенный, обеспечивающий получение стабильной нулевой линии при чувствительности ИМТ-0,5 не ниже $2 \cdot 10^{-10}$ А.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, высший сорт.

Ацетон по ГОСТ 2603—79 или ГОСТ 2768—84, высший и 1-й сорт.

3.11.2. *Подготовка к анализу*

3.11.2.1. *Приготовление сорбента*

Сорбент готовят из расчета 15 % 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтоксипропана или 20 % полиэтиленгликольадипината от массы твердого носителя. Неподвижную (жидкую) фазу растворяют в хлороформе или ацетоне. Растворитель испаряют на воздухе или водяной бане до сыпучего состояния.

3.11.2.2. Колонку заполняют сорбентом при постукивании или с применением вибратора. Концы колонки после заполнения закрывают стекловатой.

Заполненную колонку закрепляют в термостате хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 20—25 ч при 100—120 °С.

3.11.3. Проведение анализа

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с инструкцией к прибору.

Анализ проводят при условиях:

температура термостата, °С:

80—85 (для колонки с полиэтиленгликольдипирилатом),

65—70 (для колонки с 1, 2, 3-трис-(бета-цианэтокси)пропаном);

температура испарителя

110—120 °С;

расход газа-носителя

(1,6 ± 0,2) дм³/ч;

объем пробы

1—2 мм³.

Подбирают чувствительность регистрирующего устройства (масштаб записи пиков) и объем пробы. При массовой доле примеси 0,02 % высота пика должна быть не менее 50 мм.

Ориентировочное время удерживания компонентов приведено в табл. 3.

Таблица 3

Компонент	В колонке с 1, 2, 3 трис-(бета-цианэтокси)пропаном, с	В колонке с полиэтиленгликольдипирилатом, с
Этилен	19	29
Пропилен	25	37
Хлористый метил	36	54
Хлористый этил	55	83
Уксусный альдегид	112	180
Кротоновый альдегид	616	570
Паральдегид	770	690

Хроматограмма искусственной смеси приведена на черт. 1 и 2.

3.11.4. Обработка результатов

Площадь пика (S) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S = h \cdot b,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм.

Высоту пика измеряют с помощью линейки, ширину — с помощью микроскопа или лупы. Результаты измерения высоты пика записывают с точностью до 0,5 мм, ширины — с точностью до 0,1 мм.

Массовую долю примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot M_i \cdot 100}{\sum K_i \cdot S_i \cdot M_i + S_{\text{ац}} M_{\text{ац}}},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси, принимают равным 1,0 для всех примесей и 1,4 для кротонового альдегида по отношению к уксусному альдегиду;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

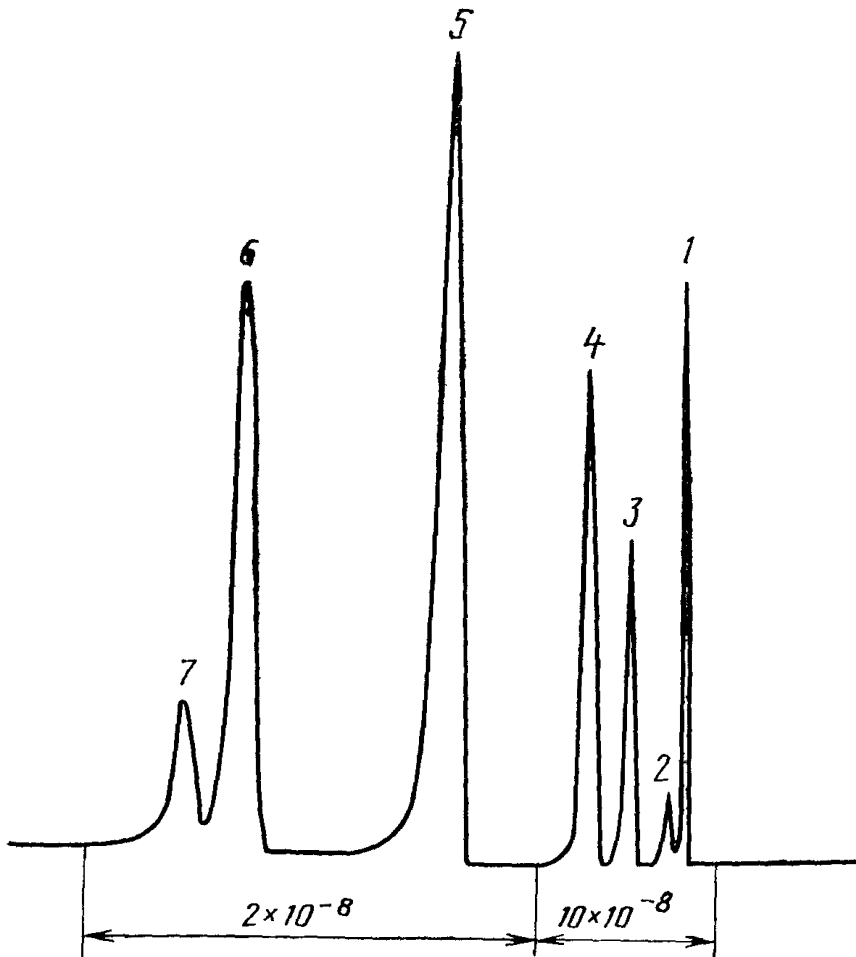
$S_{\text{ац}}$ — площадь пика ацетальдегида, мм²;

M_i — коэффициент масштаба записи примеси;

$M_{\text{ац}}$ — коэффициент масштаба записи ацетальдегида.

(Продолжение см. с. 224)

Хроматограмма искусственной смеси на колонке
с 1, 2, 3- трис-(бета-цианэтокси)-пропаном



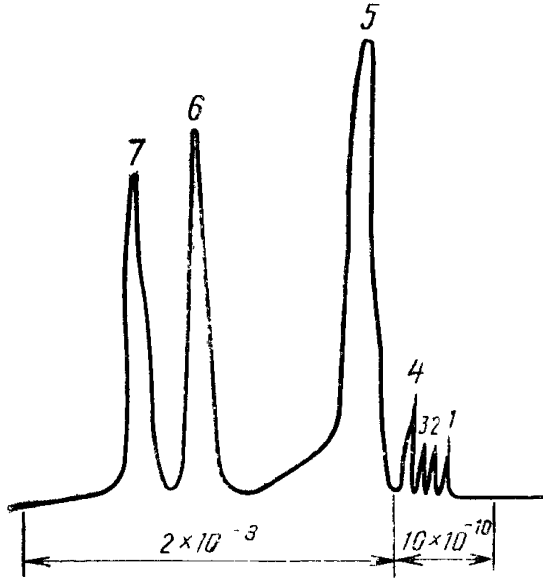
1 — этилен; 2 — пропилен; 3 — хлористый метил; 4 — хлористый этил; 5 — уксусный альдегид; 6 — кротоновый альдегид; 7 — паральдегид

Черт. 1

(Продолжение см. с. 225)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9585—77)

**Хроматограмма искусственной смеси
на колонке с полиэтиленгликолядипинатом**



1 — этилен; 2 — проилен; 3 — хлористый метил; 4 — хлористый этил; 5 — уксусный альдегид; 6 — крогоновый альдегид; 7 — паральдегид

Черт 2

(Продолжение см. с. 226)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9585—77)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительные расхождения между которыми не превышают допускаемое расхождение, равное 15 % для кротонowego альдегида и 20 % для паральдегида.

Результат анализа округляют до второго десятичного знака».

Пункт 4.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Уксусный альдегид транспортируют в специальных железнодорожных цистернах модели 15—1568, изготовленных из стали марок 03X13AG19 (чс—36) или 07X13AG20 (чс-46) и автомобилях-цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида»;

дополнить абзацем: «Степень (уровень) заполнения цистерн рассчитывают с учетом полного использования их вместимости, а также объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования».

Пункт 4.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «Уксусный альдегид по классификации опасных грузов в соответствии с ГОСТ 19433—88 относится к классу 3, подклассу 3.1, классификационный шифр 3111, серийный номер ООН 1089».

(ИУС № 3 1990 г.)