

**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 вентиляцией» 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 высоту 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 указаниям 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 0,15—0,18 мм (80—100 меш ASTM)
Длина колонки . . . . .	3 м
Внутренний диаметр колонки . . . . .	2 мм
Материал, из которого изготовлена колонка . . . . .	Нержавеющая сталь
Температура колонки . . . . .	Увеличивается от 90 до 240 °С (6 °С/мин)
Температура испарителя . . . . .	250 °С

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

(Продолжение см. с. 115)

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±2) °С 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±0,1) °С ( $m_2$ ). Пикнометр освобождают от воды, высушивают, заполняют анализируемым веществом и определяют аналогичным способом массу вещества при (20±0,1) °С ( $m_1$ ).

##### 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

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \cdot \rho_v,$$

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

$m_2$  — масса навески воды, г;

$\rho_v$  — плотность воды при 20 °С (0,9982 г/см<sup>3</sup>);

$A$  — поправка к массе при взвешивании на воздухе;  $A = \rho_a \cdot V$ , где  $\rho_a$  — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 г/см<sup>3</sup>);  $V$  — 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.)