

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ
ГЛИЦЕРИН
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.11.75 № 3711
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6259—71
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1277—75	3.14.1
ГОСТ 1770—74	3.6, 3.8.1, 3.10, 3.12.1, 3.14.1, 3.15.1
ГОСТ 3118—77	3.12.1
ГОСТ 3760—79	3.14.1
ГОСТ 3885—73	2.1.3.1, 4.1
ГОСТ 4165—78	3.15.1
ГОСТ 4204—77	3.13, 3.15.1
ГОСТ 4212—76	3.8
ГОСТ 4328—77	3.8.1, 3.12.1
ГОСТ 4517—87	3.8.1, 3.12.1, 3.14.1, 3.15.1
ГОСТ 4919.1—77	3.12.1
ГОСТ 5845—79	3.15.1
ГОСТ 6709—72	3.8.1, 3.12.1, 3.15.1
ГОСТ 10485—75	3.10
ГОСТ 10555—75	3.9
ГОСТ 10671.5—74	3.6
ГОСТ 10671.7—74	3.7
ГОСТ 14871—76	3.2, 3.13
ГОСТ 14919—83	3.12.1
ГОСТ 17319—76	3.11
ГОСТ 18300—87	3.12.1
ГОСТ 18995.1—73	3.3
ГОСТ 18995.2—73	3.4
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 24104—2001	3.1a
ГОСТ 25336—82	3.2, 3.6, 3.7, 3.9, 3.12.1, 3.13, 3.14.1, 3.15.1
ГОСТ 25794.1—83	3.12.1
ГОСТ 27025—86	3.1a
ГОСТ 27184—86	3.5
ГОСТ 29227—91	3.6, 3.7, 3.8.1, 3.9, 3.10, 3.11, 3.12.1, 3.13, 3.14.1, 3.15.1
ГОСТ 29251—91	3.12.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)
6. ИЗДАНИЕ (ноябрь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1980 г., марте 1988 г. (ИУС 11—80, 5—88)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы
ГЛИЦЕРИНГОСТ
6259—75

Технические условия

Reagents. Glycerin. Specifications

ОКП 26 3214 0070 02

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на глицерин, который представляет собой густую, бесцветную, прозрачную гигроскопическую жидкость, смешивается с водой в любых соотношениях. Формулы: эмпирическая $C_3H_8O_3$;

структурная $CH_2OH-CHON-CH_2OH$

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 92,1.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1. По физико-химическим показателям глицерин должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3214 0072 00	Чистый (ч.) ОКП 26 3214 0071 01
1. Внешний вид	Бесцветная прозрачная жидкость	
2. Плотность ρ_{4}^{20} , г/см ³	1,258—1,261	1,256—1,261
3. Массовая доля глицерина ($C_3H_8O_3$), %, не менее	99,3	98,5
4. Показатель преломления n_D^{20}	1,4728—1,4744	1,4710—1,4744
5. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,001	0,002
6. Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,0005	0,0010
7. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,0001	0,0002
8. Массовая доля аммонийных солей (NH_4), %, не более	0,0005	0,002
9. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,00005	0,00010
10. Массовая доля мышьяка (As), %, не более	0,00004	0,00010
11. Массовая доля тяжелых металлов (Pb), %, не более	0,00005	0,00020
12. Массовая доля эфиров жирных кислот и жирных кислот в пересчете на масляную кислоту, %, не более	0,025	0,050
13. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Выдерживает пробу с серной кислотой	
14. Вещества, восстанавливающие серебро из аммиачного раствора	Выдерживает пробу с раствором азотнокислого серебра	
15. Сахароза и глюкоза	Выдерживает пробу с реактивом Фелинга	

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 2001

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Определение массовых долей сульфатов, хлоридов, аммонийных солей, железа, мышьяка и тяжелых металлов изготовитель проводит периодически в каждой двадцатой партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104 2-го или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие, обеспечивающие заданную точность взвешивания.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы не должна быть менее 2160 г.

3.1а, 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Определение внешнего вида

Определение проводят по ГОСТ 14871 в пробирках П1—П6—150 ХС (ГОСТ 25336) по отсутствию окраски. При этом препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если 5 см³ анализируемого препарата не будут отличаться по внешнему виду от дистиллированной воды.

3.3. Определение плотности и массовой доли глицерина

Плотность определяют денсиметром по ГОСТ 18995.1.

Массовую долю глицерина определяют по плотности. При этом пределы плотности 1,258—1,261 г/см³ и 1,256—1,261 г/см³ соответствуют массовой доле глицерина:

для препарата чистый для анализа — 99,3—100 %;

для препарата чистый — 98,5—100 %.

3.4. Определение показателей преломления

Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2 сразу после вскрытия склянки с препаратом.

3.2—3.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Определение остатка после прокаливания в виде сульфатов

Определение проводят по ГОСТ 27184 (из навески 100 г).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 30 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.6. Определение массовой доли сульфатов

125,00 г препарата растворяют в мерной колбе 2—250—2 (ГОСТ 1770), объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. 8 см³ полученного раствора (соответствует 4 г препарата) помещают пипеткой 6(7)—2—10 (ГОСТ 29227) в колбу Кн-2—50—18 ТХС (ГОСТ 25336), прибавляют пипеткой 6(7)—2—25 (ГОСТ 29227), 17 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.5 визуально-нефелометрическим методом (способ 1).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг SO₄;

для препарата чистый — 0,04 мг SO₄;

1 см³ раствора соляной кислоты, 3 см³ раствора крахмала и 3 см³ раствора хлористого бария.

Оставшийся раствор препарата сохраняют для определения массовой доли хлоридов, тяжелых металлов, мышьяка, железа, сахарозы и глюкозы.

3.7. Определение массовой доли хлоридов

20 см³ раствора, приготовленного в соответствии с п. 3.6 (соответствует 10 г препарата), пипеткой 2—2—20 или 6(7)—2—25 (ГОСТ 29227) помещают в колбу Кн-2—100—22 ТХС (ГОСТ 25336), прибавляют 10 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом в объеме 40 см³.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Cl,

для препарата чистый — 0,02 мг Cl,

2 см³ раствора азотной кислоты и 1 см³ раствора азотнокислого серебра.

3.8. Определение массовой доли солей аммония

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Пипетки 4(5)—2—1(2) и 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 2(4)—50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %, не содержащий NH₄; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий NH₄; готовят по ГОСТ 4212.

Реактив Несслера; готовят по ГОСТ 4517.

3.8.2. Проведение анализа

5,00 г препарата помещают в цилиндр, растворяют в 40 см³ воды, прибавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ реактива Несслера и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая через 1 мин окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в таких же условиях и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,025 мг NH₄,

для препарата чистый — 0,100 мг NH₄,

5 см³ раствора гидроокиси натрия и 1 см³ реактива Несслера.

3.9. Определение массовой доли железа

20 см³ раствора, приготовленного в соответствии с п. 3.6 (соответствует 10 г препарата), пипеткой 2—2—20 или 6(7)—2—25 (ГОСТ 29227) помещают в коническую колбу Кн-2—100—34 ТХС (ГОСТ 25336) и далее определение проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса железа не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,005 мг,

для препарата чистый — 0,010 мг.

3.5 — 3.9. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.10. Определение массовой доли мышьяка

10 см³ раствора, приготовленного в соответствии с п. 3.6 (соответствует 5 г препарата), помещают пипеткой 6(2)—2—10 (ГОСТ 29227) в колбу прибора для определения мышьяка, прибавляют цилиндром 1(3)—25 (ГОСТ 1770) 20 см³ воды и далее определение проводят по ГОСТ 10485 визуальным методом с применением бромно-ртутной бумаги в сернистой среде.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если наблюдаемая окраска бромнортутной бумаги от анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски бромнортутной бумаги от раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,002 мг As,

для препарата чистый — 0,005 мг As,

20 см³ раствора серной кислоты, 0,5 см³ раствора 2-водного двухлористого олова, 5 г цинка.

3.11. Определение массовой доли тяжелых металлов

Определение проводят по ГОСТ 17319 сероводородным методом. При этом для анализа берут пипеткой 2(6)—2—20 (ГОСТ 29227) 40 см³ раствора, приготовленного по п. 3.6 (соответствует 20 г препарата), и проводят определение по ГОСТ 17319 без добавления уксуснокислого аммония.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,01 мг Pb,

для препарата чистый — 0,04 мг Pb,

1 см³ уксусной кислоты и 10 см³ сероводородной воды.

3.10—3.11. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.12. Определение массовой доли эфиров жирных кислот и жирных кислот в пересчете на C_3H_7COOH

3.12.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 1—2—(10)25—0,05 или 1(4)—2—25—061 по ГОСТ 29251.

Капельница по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—2—10 по ГОСТ 29227.

Термометр.

Холодильник ХШ-1—300—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(HCl) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.12.2. *Проведение анализа*

25,00 г препарата помещают в колбу, прибавляют 90 см³ воды, 10 см³ гидроокиси натрия, перемешивают, присоединяют обратный холодильник и нагревают на водяной бане в течение 30 мин.

Не снимая колбы, охлаждают водяную баню до 50 °С. Затем холодильник и шлиф колбы обмывают небольшим количеством воды, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и сразу титруют избыток гидроокиси натрия из бюретки раствором соляной кислоты. После охлаждения до 50 °С холодильник и пробирку смывают небольшим количеством воды, прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют избыток щелочи раствором соляной кислоты.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях с таким же объемом раствора гидроокиси натрия.

3.12.3. *Обработка результатов*

Массовую долю эфиров жирных кислот и жирных кислот в пересчете на C_3H_7COOH (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,008811 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование избытка гидроокиси натрия в анализируемом растворе, см³;

K — коэффициент поправки раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³;

0,008811 — масса масляной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 50 % для препарата ч.д.а. и 40 % — для ч.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.13. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты

2,5 см³ препарата помещают пипеткой 4(5)—2—5(10) (ГОСТ 29227) в пробирку П1—16—150 ХС (ГОСТ 25336) и осторожно прибавляют 2,5 см³ серной кислоты (ГОСТ 4204, х.ч., выдерживающая пробы Саваля) и перемешивают. Пробирку помещают в холодную водяную баню и охлаждают в течение 20 мин. Далее определение проводят по ГОСТ 14871.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора через 1 ч не будет интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного

одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме 0,2 см³ раствора хлористого кобальта, 1,5 см³ раствора хлорного железа и 3,3 см³ воды.

3.12.1—3.13. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.14. Определение веществ, восстанавливающих серебро из аммиачного раствора

3.14.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетки 4(5)—2—1(2)—6(7)—2—5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П1—16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Термометр.

Секундомер.

Аммиак по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %: готовят по ГОСТ 4517.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.14.2. *Проведение анализа*

4 см³ препарата помещают в пробирку из бесцветного стекла, прибавляют 4 см³ раствора аммиака, перемешивают и нагревают на водяной бане до 60 °С. Затем быстро, не касаясь стенок пробирки, прибавляют 0,2 см³ раствора азотнокислого серебра, замечая время в момент внесения, перемешивают и оставляют в темном месте.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора будет не интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым в тех же условиях и содержащего в таком же объеме 4 см³ препарата, 4 см³ раствора аммиака:

для препарата чистый для анализа — через 5 мин;

для препарата чистый — через 3 мин.

3.15. Определение сахарозы и глюкозы

3.15.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Пипетки 4(5)—2—2, 6(7)—2—5(10) и 6(7)—2—25 по ГОСТ 29227.

Пробирка П1—16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—500 по ГОСТ 1770.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 16 %: готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и раствор с массовой долей 10 %: готовят по ГОСТ 4517.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Реактив Фелинга; готовят следующим образом: 34,65 г 5-водной сернокислой меди (II) растворяют в 500 см³ воды — раствор 1; 1,173 г 4-водного виннокислого калия-натрия и 52 г гидроокиси натрия растворяют в 500 см³ воды — раствор 2.

Растворы 1 и 2 смешивают в равных объемах непосредственно перед применением.

3.15.2. *Проведение анализа*

12 см³ раствора, приготовленного по п. 3.6 (соответствует 6 г препарата) помещают в пробирку, прибавляют 1 см³ раствора серной кислоты, нагревают на водяной бане в течение 5 мин (без соприкосновения пробирки с дном бани), прибавляют 2 см³ раствора гидроокиси натрия; 5 см³ реактива Фелинга и снова нагревают 10 мин на водяной бане.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при наблюдении на темном фоне анализируемый раствор для препарата чистый для анализа остается прозрачным, для препарата чистый — допускается опалесценция раствора.

3.15.1, 3.15.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.16. (Исключен, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка и маркировка — по ГОСТ 3885 с нанесением на тару знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 9, подкласс 9.1, классификационный шифр 9123, серийный номер ООН 9017), манипуляционного знака «Беречь от влаги» и дополнительно для потребительской тары 3—1, 3—5, 8—1, 8—2— манипуляционных знаков «Хрупкое. Осторожно», «Верх».

Вид и тип тары: 3—1, 3—5, 8—1, 8—2, 4—2 (без дополнительной герметизации).

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Препарат транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в закрытой таре в крытых складских помещениях, оборудованных общей вентиляцией.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Глицерин — бесцветная горючая сиропообразная жидкость. Температура самовоспламенения 400 °С, температура вспышки 198 °С (в закрытом тигле), температура воспламенения 203 °С, область воспламенения 2,6—11,3 % (по объему); температурные пределы распространения пламени: нижний — 182 °С, верхний — 217 °С.

Взаимодействие глицерина с марганцовокислым калием приводит к воспламенению. Глицерин термически неустойчив, при длительном нагреве (даже до 90—130 °С) разлагается с образованием легковоспламеняющихся веществ (акролеина, ацетона), понижающих температуру вспышки до 112 °С.

6.2. При загорании следует тушить тонкораспыленной водой, пеной, порошками. При объемном тушении диффузионного пламени минимальная огнегасительная концентрация азота — 46 % (по объему), углекислого газа — 34 % (по объему).

6.3. Глицерин не токсичен.

Разд. 6. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.11.2001. Подписано в печать 03.12.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,83. Тираж 150 экз. С 3008. Зак. 1113.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102