

25742.1-83

25742.2-83

25742.3-83

25742.4-83

25742.5-83

25742.6-83

25742.7-83



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СЧис. 7

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

63-8-83



ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

GOST
ГОСТ

ГОСТ 25742.1-83, Метанол-яд технический. Метод определения температурных пределов перегонки
Methanol poison, technical. Method for determination of distillation temperature ranges



Г О С У Д А Р С Т В Е Н НЫ Е С Т А Н Д А Р Т Ы
С О Ю З А С С Р

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25742.1-83—ГОСТ 25742.7-83
(СТ СЭВ 2964—81, СТ СЭВ 2965—81,
СТ СЭВ 2968—81, СТ СЭВ 2969—81,
СТ СЭВ 3809-82—СТ СЭВ 3811-82)

Издание официальное

Москва — 1994

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ**

**Метод определения температурных пределов
перегонки**

ГОСТ

25742.1—83

Methanol poison, technical.
Method for determination of distillation
temperature ranges

(СТ СЭВ 2964—81)**ОКСТУ 2409****Дата введения 01.07.83**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температурных пределов перегонки технического метанола-яда.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2964—81.

I. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Установка для перегонки (черт. 1) содержит следующие составные части:

электронагреватель, газовую горелку с регулятором скорости нагрева или спиртовку;

кожух (черт. 2), изготовленный из листовой стали толщиной 0,8—1,0 мм, в форме прямоугольной призмы, открытой сверху и снизу.

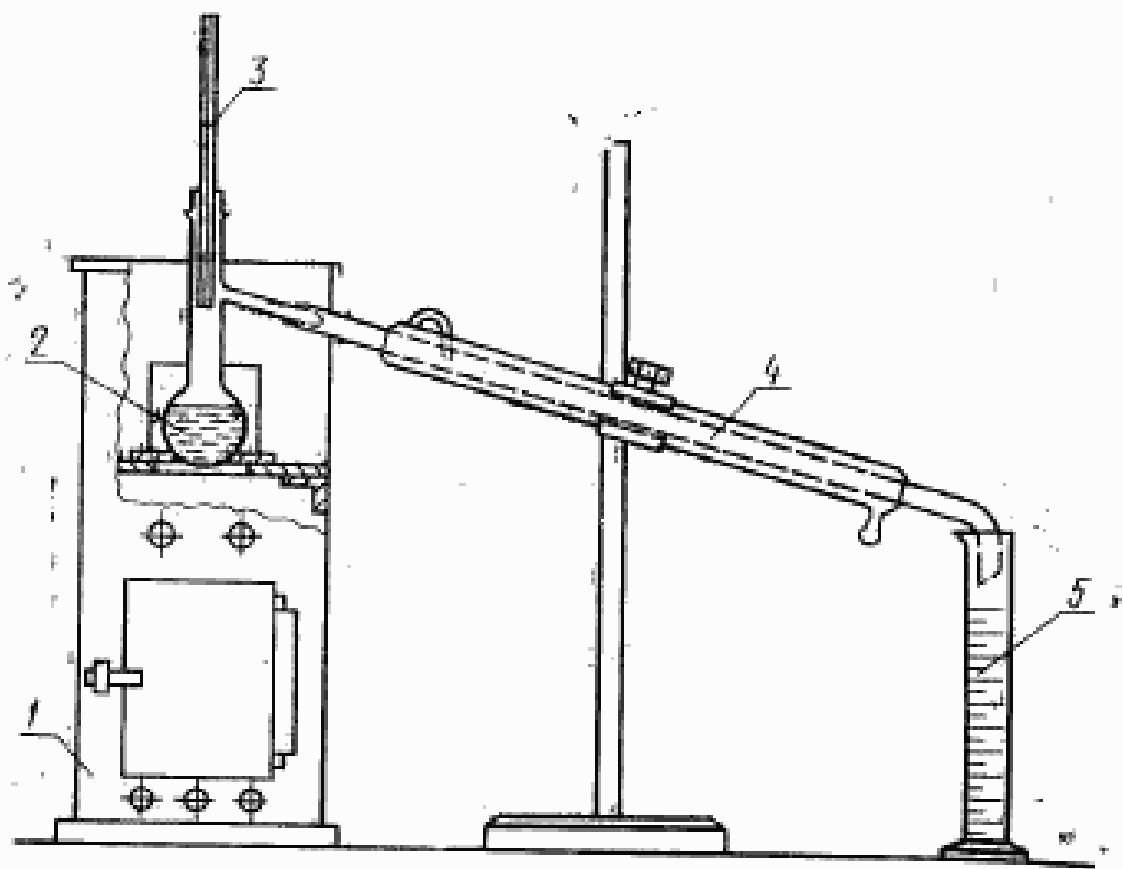
На передней стенке кожуха находится дверца для установки обогревательного устройства, на передней и задней стенках — окошко из слюды или тугоплавкого стекла и по пять отверстий для теплообмена. На боковых стенках находится по три отверстия, кроме того, вверху одной из стенок имеется прорезь для соединения отводной трубки колбы с холодильником.

Внутри кожуха на опорах из листовой стали находится асбестовая пластинка, плотно прилегающая к стенкам кожуха, с отверстием в центре диаметром 110 мм. На нее помещена вторая асбестовая пластина той же толщины, размером 150×150 мм, с отверстием в центре диаметром 50 мм.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

3

Нижнюю часть кожуха допускается модифицировать в зависимости от вида обогревательного устройства без изменения теплового режима перегонной колбы;



1—кожух; 2—перегонная колба; 3—измерительный термометр; 4—холодильник; 5—цилиндр-приемник

Черт. 1

колбу перегонную КРН-100 ТС по ГОСТ 25336—82;

термометр типа ТЛ-42 с пределами измерения 56—76 °С и ценой деления 0,1 °С или аналогичного типа;

холодильник стеклянный (черт. 3);

цилиндр 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770—74.

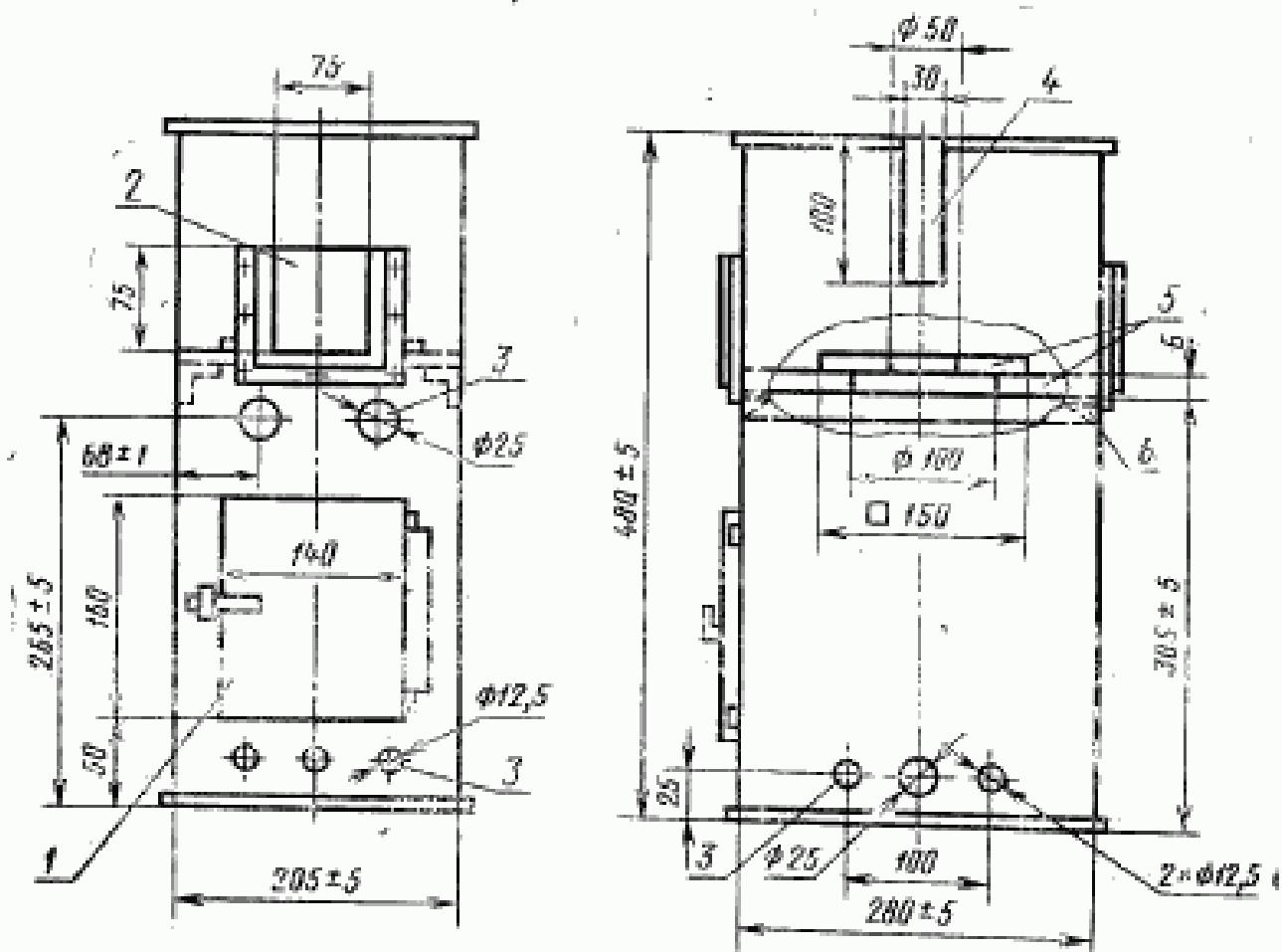
Термометр с пределами измерения 0—100, 150 °С ценой деления 1 °С (вспомогательный).

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Барометр ртутный или пружинный.

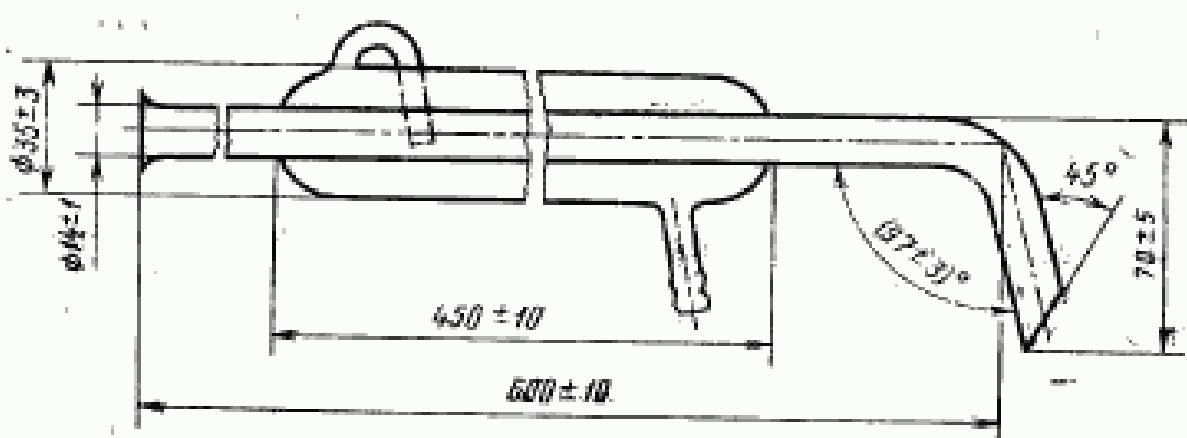
Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



1—измерца; 2—окношко; 3—отверстия; 4—прорезь; 5—асбестовые пластинки; 6—одора

Черт. 2



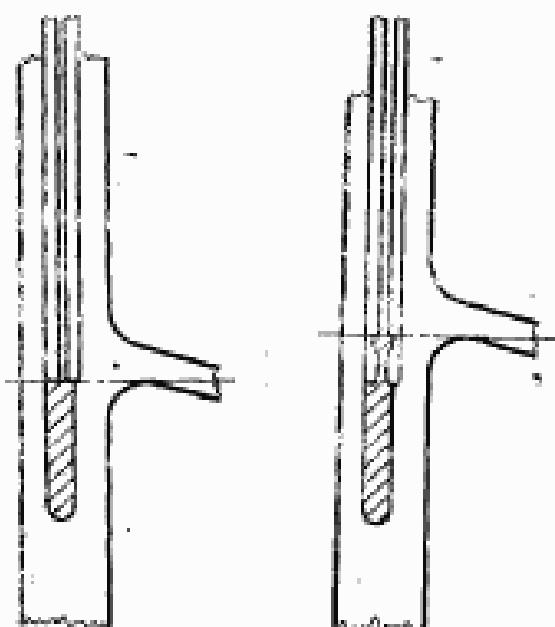
Черт. 3

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Чистую сухую перегонную колбу плотно устанавливают в отверстие верхней асбестовой пластинки.

2.2. Отводную трубку перегонной колбы соединяют с верхним концом трубы холодильника при помощи корковой пробки так, чтобы отводная трубка входила в трубку холодильника на 25—50 мм и не касалась ее.

2.3. Измерительный термометр типа ТЛ-42 в зависимости от формы ртутного резервуара устанавливают на корковой пробке в перегонной колбе в соответствии с черт. 4.



Черт. 4

Вспомогательный термометр устанавливают возле измерительного термометра над пробкой так, чтобы его можно было передвигать по длине оси.

2.4. При применении электрообогревателя с сильным инфракрасным излучением дно перегонной колбы предварительно за темняют. Для этого в сухую перегонную колбу вводят небольшое количество винной кислоты и медленно нагревают до получения темной окраски дна колбы. Затем колбу охлаждают, промывают водой и ацетоном и высушивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 100 см³ анализируемого метанола, отмеренного цилиндром, помещают в колбу, туда же вносят два-три кусочка неглазурованного фарфора и начинают нагревать колбу.

Этот же цилиндр, не промывая и не высушивая, устанавливают в качестве приемника дистиллята так, чтобы конец трубки холодильника входил в него на 25—30 мм и не касался его стенок.

3.2. Нагревание регулируют так, чтобы первая капля дистиллята упала с конца трубки холодильника через 5—10 мин от начала нагревания.

В момент падения первой капли дистиллята записывают температуру, показанную измерительным термометром.

3.3. Затем цилиндр перемещают так, чтобы конец трубки холодильника касался его стенки, и нагревают так, чтобы перегонка проходила равномерно, со скоростью 4—5 см³ в минуту.

3.4. После перегонки в приемник 50 см³ метанола измеряют высоту выступающего над пробкой столбика ртути измерительного термометра и записывают показания барометра, измерительного и вспомогательного термометров. При этом центр ртутного резервуара вспомогательного термометра должен быть на середине высоты выступающего над пробкой столбика ртути измерительного термометра.

3.5. После перегонки в приемник 99 см³ метанола записывают температуру и заканчивают анализ.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Температуру начала перегонки (t) и температуру конца перегонки (t_1) в градусах Цельсия вычисляют по формулам:

$$t = t_n + \Delta t + \Delta t_1,$$

$$t_1 = t_n + \Delta t + \Delta t_1,$$

где t_n — температура начала перегонки, показанная измерительным термометром, °C;

t_n — температура конца перегонки, показанная измерительным термометром, °C;

Δt — температурная поправка измерительного термометра по паспорту, °C;

Δt_1 — температурная поправка, учитывающая атмосферное давление и высоту выступающего столбика ртути, °C.

4.2. Температурную поправку (Δt_1) вычисляют по формуле

$$\Delta t_1 = 0,00016 \cdot h \cdot (t_1 - t_n) + K \cdot (101,3 - p),$$

где t_2 — температура, показанная измерительным термометром после перегонки 50 см³ метанола, °С;

t_3 — температура, показанная вспомогательным термометром после перегонки 50 см³ метанола, °С;

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути измерительного термометра, °С;

K — коэффициент пересчета температуры кипения при отклонении от нормального атмосферного давления для метанола равен 0,25 °С/кПа;

p — атмосферное давление, пересчитанное на давление при температуре 0 °С в соответствии с приложением 1, кПа;

0,00016 — коэффициент расширения ртути;

101,3 — нормальное атмосферное давление, кПа.

Диаграмма соотношения единиц атмосферного давления приведена в приложении 2.

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 °С.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ °С при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изд. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

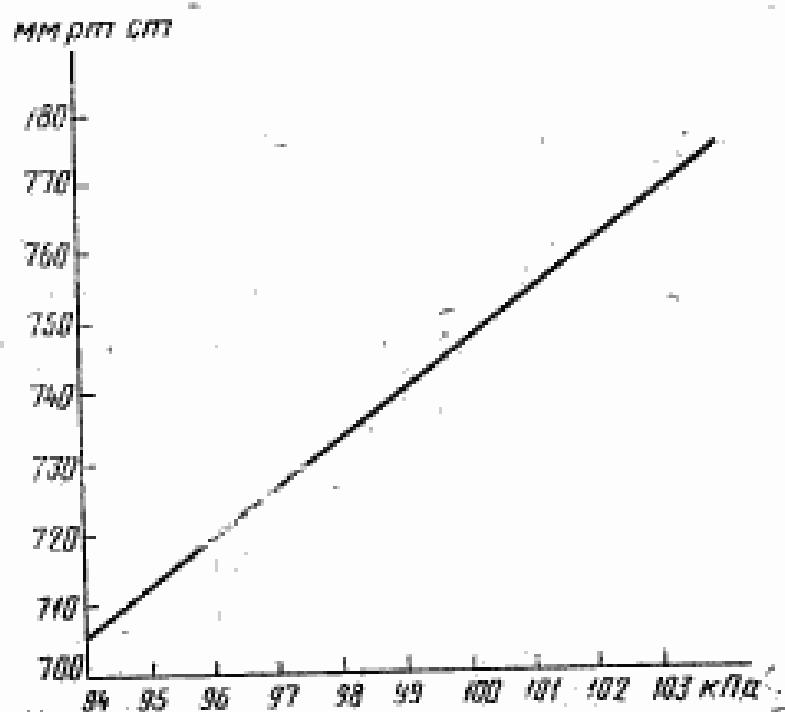
**Пересчет атмосферного давления при температуре окружающей среды
на давление при температуре 0 °C**

| Температура окружающей среды, °C | Поправки к измеренному атмосферному давлению, кПа | | | | | | | | | | |
|--|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 94 | 95 | 96 | 97 | 98 | 99 | 100 | 101 | 102 | 103 | 104 |
| 10 | 0,153 | 0,154 | 0,156 | 0,158 | 0,159 | 0,161 | 0,163 | 0,164 | 0,166 | 0,167 | 0,169 |
| 11 | 0,169 | 0,170 | 0,172 | 0,174 | 0,176 | 0,177 | 0,179 | 0,181 | 0,183 | 0,184 | 0,186 |
| 12 | 0,184 | 0,186 | 0,188 | 0,190 | 0,191 | 0,193 | 0,195 | 0,197 | 0,199 | 0,201 | 0,203 |
| 13 | 0,199 | 0,201 | 0,203 | 0,205 | 0,207 | 0,209 | 0,212 | 0,214 | 0,216 | 0,218 | 0,220 |
| 14 | 0,214 | 0,216 | 0,219 | 0,221 | 0,223 | 0,226 | 0,228 | 0,230 | 0,232 | 0,235 | 0,237 |
| 15 | 0,230 | 0,232 | 0,234 | 0,237 | 0,239 | 0,242 | 0,244 | 0,246 | 0,249 | 0,251 | 0,254 |
| 16 | 0,245 | 0,247 | 0,250 | 0,252 | 0,255 | 0,258 | 0,260 | 0,263 | 0,265 | 0,268 | 0,271 |
| 17 | 0,260 | 0,263 | 0,265 | 0,268 | 0,271 | 0,273 | 0,276 | 0,279 | 0,282 | 0,284 | 0,287 |
| 18 | 0,275 | 0,278 | 0,281 | 0,284 | 0,287 | 0,290 | 0,293 | 0,296 | 0,299 | 0,301 | 0,304 |
| 19 | 0,291 | 0,294 | 0,297 | 0,300 | 0,303 | 0,306 | 0,309 | 0,312 | 0,315 | 0,318 | 0,321 |
| 20 | 0,307 | 0,310 | 0,313 | 0,316 | 0,319 | 0,322 | 0,326 | 0,329 | 0,332 | 0,335 | 0,338 |
| 21 | 0,322 | 0,325 | 0,328 | 0,332 | 0,335 | 0,338 | 0,341 | 0,345 | 0,348 | 0,351 | 0,355 |
| 22 | 0,337 | 0,340 | 0,344 | 0,347 | 0,351 | 0,354 | 0,358 | 0,361 | 0,365 | 0,368 | 0,372 |
| 23 | 0,352 | 0,355 | 0,359 | 0,363 | 0,367 | 0,370 | 0,374 | 0,378 | 0,382 | 0,385 | 0,389 |
| 24 | 0,367 | 0,371 | 0,375 | 0,379 | 0,383 | 0,387 | 0,390 | 0,394 | 0,398 | 0,402 | 0,406 |
| 25 | 0,383 | 0,387 | 0,391 | 0,395 | 0,399 | 0,403 | 0,407 | 0,411 | 0,415 | 0,419 | 0,423 |
| 26 | 0,398 | 0,402 | 0,406 | 0,410 | 0,415 | 0,419 | 0,423 | 0,427 | 0,431 | 0,436 | 0,440 |
| 27 | 0,414 | 0,418 | 0,422 | 0,426 | 0,431 | 0,435 | 0,439 | 0,444 | 0,449 | 0,453 | 0,457 |
| 28 | 0,429 | 0,433 | 0,438 | 0,442 | 0,447 | 0,451 | 0,456 | 0,461 | 0,465 | 0,469 | 0,473 |
| 29 | 0,445 | 0,449 | 0,453 | 0,458 | 0,463 | 0,468 | 0,472 | 0,477 | 0,481 | 0,485 | 0,490 |
| 30 | 0,459 | 0,464 | 0,469 | 0,474 | 0,479 | 0,484 | 0,488 | 0,493 | 0,498 | 0,502 | 0,507 |
| 31 | 0,475 | 0,480 | 0,485 | 0,490 | 0,495 | 0,500 | 0,505 | 0,510 | 0,514 | 0,519 | 0,524 |
| 32 | 0,490 | 0,495 | 0,500 | 0,505 | 0,510 | 0,516 | 0,521 | 0,526 | 0,531 | 0,536 | 0,541 |
| 33 | 0,505 | 0,511 | 0,516 | 0,521 | 0,526 | 0,532 | 0,537 | 0,542 | 0,547 | 0,553 | 0,558 |
| 34 | 0,521 | 0,526 | 0,532 | 0,537 | 0,542 | 0,548 | 0,553 | 0,559 | 0,564 | 0,570 | 0,575 |
| 35 | 0,536 | 0,541 | 0,547 | 0,553 | 0,558 | 0,564 | 0,570 | 0,576 | 0,582 | 0,588 | 0,592 |

П р и м е ч а н и е. Значение поправок, указанное в таблице, вычитают из показания ртутного барометра с датчиком шкалы.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

**Диаграмма соотношения единиц измерения
атмосферного давления**



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

И. А. Рыжак, канд. хим. наук; Н. С. Безгубенко; Н. Т. Нестренко; Г. Д. Позигун

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЯСТИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.04.83 № 1965

3. СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ СТ СЭВ 2964—81 И МС ИСО 918—83

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение ИТД, на который даны ссылки | Номер раздела |
|---|---------------|
| ГОСТ 1770—74 | 1 |
| ГОСТ 5072—79 | 1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1 |

5. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 4—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 10—89)