

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

ПИРОГАЛЛОЛ А

ГОСТ 6408—75

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических реактивов и особо чистых химических веществ (ИРЕА)

Зам. директора по научной работе **Грязнов Г. В.**
Руководители темы: **Брудзь В. Г., Ротенберг И. Л.**
Исполнители темы: **Комиссаренко Л. Д., Никонова Н. П., Кидиярова Л. В.**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **Ростунов В. Ф.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 октября 1975 г. № 2593

УДК 547.565.3—41(083.74) Группа Л52

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 6408—75

Реактивы

ПИРОГАЛЛОЛ А

Reagents
Pyrogallol A

Взамен
ГОСТ 6408—52

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.10. 1975 г. № 2593 срок действия установлен

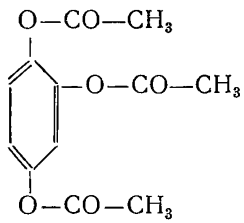
с 01.01.77
до 01.01.82

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пирогаллол А (триацетат 1,2,4-триоксибензол), который представляет собой белый, желтоватый или сероватый кристаллический порошок, темнеющий при хранении с появлением коричневых включений; растворим в хлороформе, четыреххлористом углероде, ацетоне, бензоле, толуоле, метиловом, этиловом и изо-пропиловом спиртах; нерастворим в воде.

Формулы: эмпирическая $C_{12}H_{12}O_6$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 252,22.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

©Издательство стандартов, 1976

Наименования показателей	Нормы
	Чистый для анализа (ч. д. а.)
1. Пирогаллол А ($C_{12}H_{12}O_6$), %, не менее	99
2. Температура плавления, °С	97—99
Препарат должен плавиться в интервале, °С	1
3. Поглотительная способность по отношению к кислороду	Должен выдерживать испытание по п. 3.4
4. Кислотность (в пересчете на CH_3COOH), %, не более	0,05
5. Остаток после прокаливания (в виде сульфатов), %, не более	0,1

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. При установившемся технологическом процессе поглотительную способность по отношению к кислороду допускается определять в каждой десятой партии.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы не должна быть менее 130 г.

3.2. Определение содержания пирогаллола А

3.2.1. *Применяемые реактивы и приборы:*

аскарит;

вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—66;

воск пчелиный;

канифоль сосновая по ГОСТ 19113—73;

кислород газообразный технический или медицинский по ГОСТ 5583—68;

магний хлорнокислый безводный (ангидрон);

микровесы электрические ВМ-20;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66;

меди окись по ГОСТ 16539—71;

смазка; готовят сплавлением четырех частей воска с одной частью канифоли;

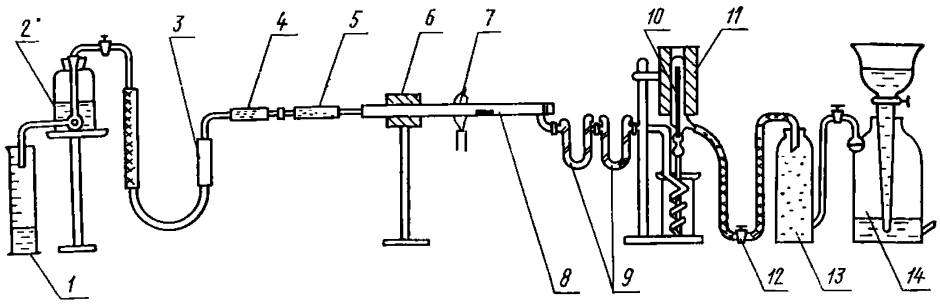
сахароза по ГОСТ 5833—54, х.ч.;

установка для определения углерода и водорода (см. чертеж).

3.2.2. *Подготовка к анализу*

Поглотители (аскарит, ангидрон) помещают в поглотительные аппараты и трубки между двумя маленькими тампонами ваты.

Стеклянные шлифы поглотительных аппаратов и трубок слегка смазывают смазкой.



1—мерный цилиндр; *2*—склянка-аспиратор; *3*—предохранительная трубка с ангидроном; *4*—поглотительный аппарат с аскаритом ($^4/_5$ объема) и ангидроном ($^1/_5$ объема); *5*—поглотительный аппарат с ангидроном; *6*—электропечь с нагревом 950°С; *7*—газовая горелка; *8*—трубка для сжигания; *9*— U -образные трубки с аскаритом и ангидроном; *10*—прибор для очистки кислорода с окисью меди; *11*—электропечь с нагревом 750°С; *12*—зажим винтовой; *13*—осушительная склянка с ангидроном и аскаритом; *14*—газометр с кислородом.

Концы трубок и поглотительных аппаратов соединяют между собой вплотную резиновыми трубками. Аскарит заменяют свежим, когда он использован на $^3/_4$ объема.

Поглотительный аппарат *4* предварительно взвешивают в условиях проведения испытания.

Перед началом сожжения навесок препарата установку обычным путем проверяют на герметичность и на отсутствие углерода в системе. Для этого после достижения максимальной температуры в печах *6* и *11* пропускают через систему 500 мл кислорода со скоростью 25—30 мл/мин (скорость устанавливают регулированием зажима *12*). При отсутствии привеса поглотительного аппарата *4* установка считается подготовленной к испытанию. Периодически установку проверяют сжиганием образцов сахарозы.

3.2.3. *Проведение анализа*

5—6 мг препарата взвешивают в кварцевой пробирке с погрешностью не более 0,01 мг и помещают пробирку с препаратом в трубку для сжигания *8* открытым концом вперед на расстоянии 4—5 см от электропечи *6*. Трубку для сжигания тотчас же закрывают резиновой пробкой и через систему пропускают кислород равномерно со скоростью 25—30 мл/мин. Затем зажигают газовую горелку и сжигают навески анализируемого препарата, постепенно передвигая газовую горелку *7* по направлению ко дну пробирки. Через 20 мин сжигание заканчивают, поглотительный аппарат *4* отключают, обтирают кусочком замши и через 10 мин взвешивают.

3.2.4. *Обработка результатов*

Содержание пирогаллола А (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 0{,}4776 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса двуокиси углерода (CO_2), мг;

m — масса навески препарата, мг;

0,4776 — коэффициент пересчета молекулярной массы двуокиси углерода (CO_2) на молекулярную массу пирогаллола А.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 1%.

3.3. Температуру плавления определяют по ГОСТ 18995.4—73.

3.4. Определение поглотительной способности по отношению к кислороду

3.4.1. *Применяемые реактивы и аппаратура:*

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 21%-ный водный раствор; содержание гидрата окиси калия в растворе предварительно определяют титрованием соляной кислотой по фенолфталеину после осаждения карбонатов хлористым барием;

газоанализатор типа ГХПЗ по ГОСТ 6329—52.

3.4.2. *Проведение анализа*

Поглотительную способность определяют газоанализатором по количеству поглощенного из воздуха кислорода при комнатной температуре.

24 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и растворяют в 160 мл раствора едкого кали. Колбу плотно закрывают корковой пробкой и взбалтывают до полного растворения препарата. При этом раствор разогревается. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры и помещают в поглотительный сосуд газоанализатора.

Для испытания поглотительной способности анализируемого раствора анализируют 50 проб воздуха. Объем пробы воздуха для каждого анализа — 100 мл. При анализе каждой пробы отсчитывают число прокачиваний воздуха, при котором наступает полное поглощение кислорода. Воздух в помещении, где проводят анализ, не должен быть загрязнен посторонними газами и парами.

Полное поглощение кислорода должно давать уменьшение объема воздуха от 20,6% (нижний предел) до 21% (верхний предел).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при анализе 30-й пробы воздуха число прокачиваний через анализируемый раствор не превышает 6, а при анализе 50-й пробы воздуха не превышает 9. При этом общая продолжительность шести прокачиваний воздуха через анализируемый раствор должна составлять 2—5 мин, а жидкость в поглотительном сосуде при каждом прокачивании должна подниматься до метки на шейке сосуда.

3.5. Определение кислотности

3.5.1. *Применяемые реактивы и растворы:*

вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—75;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66, 0,01 н. раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919—68;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3.5.2. *Проведение анализа*

1 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу (с притертой пробкой) вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл воды и встряхивают в течение 5 мин. Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр и промывают фильтр 10 мл воды, присоединяя промывные воды к фильтрату. К полученному раствору прибавляют две-три капли раствора фенолфталеина и титруют из микробюретки раствором едкого натра до появления неисчезающей в течение 1 мин розовой окраски, сравнивая ее в проходящем свете на фоне молочного стекла с неоттитрованным раствором, помещенным в такую же колбу.

3.5.3. *Обработка результатов*

Кислотность в пересчете на CH_3COOH (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}0006 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,01 н. раствора едкого натра, израсходованный на титрование, мл;

m — масса навески препарата, г;

0,0006 — количество уксусной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,01 н. раствора едкого натра, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005%.

3.6. Определение остатка после прокаливания

5 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, прибавляют 1 мл серной кислоты (ГОСТ 4204—66), нагревают на песчаной бане до прекращения выделения паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи при 800—900°С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после прокаливания не будет превышать 5 мг.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Вид упаковки: Бо-1, Бо-3п, Бо-5п.

Группа фасовки: III, IV, V.

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. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие пирогаллола А требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения препарата, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Пирогаллол А при соприкосновении с кожным покровом вызывает дерматиты, кожу окрашивает в коричневый цвет.

6.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, защитные очки, резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Препарат в лабораториях следует испытывать в вытяжном шкафу.

Редактор *Т. И. Василенко*

Сдано в наб. 28.10.75 Подп. в печ. 04.01.76 0,5 п. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2033