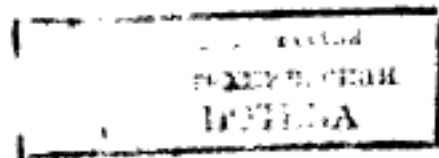




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ
ФУРФУРОЛ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ГОСТ 10930—74

Издание официальное



БЗ 1—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Реактивы

ФУРФУРОЛ

Технические условия

Reagents. Furfurol. Specifications

ГОСТ
10930—74

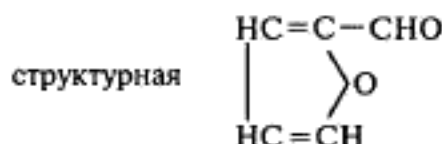
ОКП 26 3314 0190 10

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 марта 1974 г. № 740 срок введения установлен

с 01.07.1975 г.

Настоящий стандарт распространяется на фурфурол, который в свежеперегнанном виде представляет собой бесцветную жидкость с характерным запахом горького миндаля и коричневого масла; легко осмоляется под действием воздуха и света и приобретает окраску от соломенно-желтой до темно-коричневой в зависимости от времени хранения; растворяется в воде, спирте, эфире; летуч с водяным паром; горюч.

Формулы: эмпирическая $C_5H_4O_2$



Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 96,09.

В качестве стабилизатора в фурфурол добавляют 0,05 % гидрохинона (ГОСТ 19627).

По соглашению с потребителями фурфурол допускается поставлять без стабилизации гидрохиноном.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974
 © ИПК Издательство стандартов, 1997
 Переиздание с изменениями

6. Постановлением Госстандарта от 30.07.92 № 834 снято ограничение срока действия
7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1987 г., в июле 1992 г. (ИУС 12—87, 10—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.03.97. Подписано в печать 07.04.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 176 экз. С 389. Зак. 274.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Финанс. ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Фурфурол 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 фурфурол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 3314 0192 08	Чистый (ч.) ОКП 26 3314 0191 09
1. Массовая доля фурфурола ($C_5H_4O_2$), %, не менее	99,7	99,5
2. Плотность (ρ) при 20 °С, г/см ³	1,159—1,160	1,159—1,160
3. Показатель преломления, n_D^{20}	1,5250—1,5260	1,5250—1,5260
4. Температура кипения при 101325 Па, °С	161—162	161—163
5. Массовая доля остатка после прокаливания в виде сульфатов, %, не более	0,005	0,010
6. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH), %, не более	0,05	0,05
7. Растворимость в воде	Должен выдерживать испытание по п. 3.8	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Плотность, температуру кипения и массовую долю остатка после прокаливания в виде сульфатов изготовитель определяет периодически в каждой 20-й партии.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

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

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 270 г.

Количество фурфурола, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с точностью до 1 % по объему.

3.1а, 3.1. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Определение массовой доли фурфурола

Массовую долю фурфурола определяют, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей в процентах.

3.2.1. *Определение массовых долей органических примесей*

3.2.1.1. *Аппаратура и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706 и линейка металлическая по ГОСТ 427.

Азот газообразный (газ-носитель) по ГОСТ 9293, высший сорт.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Гексанол-1 (гексилловый спирт).

Сорбент для газохроматографической колонки (15 % полиэтиленгликоля 1500 на хроматоне N-AW с размером частиц 0,200—0,250 мм).

3.2.1.2. *Подготовка к анализу*

Хроматографическую колонку заполняют в соответствии с ГОСТ 21533, сорбентом, помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, выдерживают в токе азота в течение 6—8 ч при 150 °С.

Включение и пуск прибора осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

3.2—3.2.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1.3. *Проведение анализа*

Массовые доли органических примесей определяют при следующих условиях:

температура колонки	(120±5) °С
температура испарителя	(200±10) °С
расход азота (газа-носителя)	(30±5) см ³ /мин
расход водорода	(30±5) см ³ /мин
расход воздуха	(300±20) см ³ /мин
шкала усилителя	2·10 ⁻¹⁰ —5·10 ⁻¹⁰ А
шкала потенциометра	10 мВ
объем анализируемой пробы	1 мм ³
скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
продолжительность анализа	30 мин

При установленном режиме в испаритель хроматографа с помощью микрошприца вводят соответствующий объем анализируемой пробы.

Массовые доли органических примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют гексанол-1, который добавляют в анализируемый препарат в количестве от 0,05 до 0,10 % от массы пробы.

Последовательность выхода компонентов из колонки, относительные объемы удерживания и ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительный объем удерживания	Градуировочный коэффициент
1. Неидентифицированный компонент	0,16	1,0
2. Метанол	0,24	1,5
3. Неидентифицированный компонент	0,36	1,0
4. Неидентифицированный компонент	0,44	1,0
5. Гексанол-1 («внутренний эталон»)	1,00	1,0
6. Метилфурилкетон	1,28	1,3
7. Фурфурол (начало пика)	1,60	—
8. Метилфурфурол	2,50	1,3

3.2.1.4. Обработка результатов

Площади пиков определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Измерения проводят при помощи металлической линейки и измерительной лупы.

Допускается определять площади пиков при помощи электронного интегратора.

Массовую долю каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_{\text{эт}} \cdot S_i \cdot K_i \cdot 100}{m \cdot S_{\text{эт}}}$$

где m — масса анализируемой пробы без добавления «внутреннего эталона», г;

$m_{\text{эт}}$ — масса введенного «внутреннего эталона», г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

S_i — площадь пика i -го компонента, мм²;

K_i — градуировочный коэффициент i -го компонента.

Градуировочные коэффициенты определяют по ГОСТ 21533 по искусственным смесям, близким по составу к анализируемой пробе.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 25 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.2.2. Массовую долю фурфурола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_p$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей, %.

3.2.1.3—3.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Плотность определяют ареометром по ГОСТ 18995.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

3.5. Температуру кипения определяют по Павлевскому по ГОСТ 18995.6.

3.6. Определение массовой доли остатка после прокаливания в виде сульфатов проводят по ГОСТ 27184.

При этом 50,00 г (43,1 см³) препарата предварительно осторожно выпаривают досуха в фарфоровой чашке сначала на водяной, а затем на песчаной бане. Прокаливание проводят при 600 °С.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата квалификации «чистый для анализа» — ± 20 %, для препарата квалификации «чистый» — ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.7. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту (СН₃СООН)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 7—2—10—0,02 по НТД.

Воронка ВД-1—100 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2—100—14/23 (19/26) по ГОСТ 25336.

Пипетка 6—2—10 НТД.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

3.7.2. *Проведение анализа*

10,00 г (8,6 см³) препарата помещают пипеткой в коническую колбу, растворяют в 50 см³ воды, переносят в делительную воронку и встряхивают. Отделенный водный слой оттитровывают из бюретки в присутствии фенолфталеина раствором гидроокиси натрия до появления не исчезающей в течение 30 с слабо-розовой окраски, наблюдаемой на фоне молочного стекла в проходящем свете в сравнении с водой.

3.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислот 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 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески препарата, г;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,002$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.7.1—3.7.3 (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. *Определение растворимости в воде*

5 см³ препарата помещают в коническую колбу (ГОСТ 25336) вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды (ГОСТ 6709) при перемешивании.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если раствор будет прозрачным.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1 Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

На транспортную тару наносят знаки опасности по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3313), серийный номер ООН 1199. Манипуляционный знак «Беречь от нагрева» — по ГОСТ 14192.

Вид и тип тары: 1т-1, 3т-1, 3т-5, 3т-6, 8т-1, 8т-2.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII.

Склянки, ампулы, бутылки предварительно наполняют углекислым газом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. (Исключен, Изм. № 1).

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

4.4. (Исключен, Изм. № 1).

4.5. Препарат хранят в упаковке изготовителя в помещениях, защищенных от воздействия прямых солнечных лучей и атмосферных осадков и специально приспособленных для хранения огнеопасных веществ.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три месяца со дня изготовления.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Фурфурол является нервным ядом, вызывающим судороги и паралич. Оказывает раздражающее действие на слизистые оболочки глаз, кожи и верхних дыхательных путей. При попадании на кожу вызывает изменения в крови.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. Предельно допустимая концентрация фурфурола в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м³, порог восприятия запаха фурфурола 1,0—1,5 мг/м³.

Препарат по степени воздействия на организм человека относится к веществам 3-го класса опасности (по ГОСТ 12.1.005).

6.3. При работе с фурфуролом необходимо применять индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки) от попадания препарата на кожные покровы и слизистые оболочки, а также соблюдать правила личной гигиены.

6.2, 6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. Все рабочие помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы непрерывно действующей приточно-вытяжной вентиляцией. Испытание препарата в лабораториях следует проводить в вытяжном шкафу. Все работы с фурфуролом должны проводиться вдали от огня.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.5. При попадании препарата на кожу пораженное место необходимо промыть струей воды и протереть спиртом.

6.6. Фурфурол — горючая жидкость с характерным запахом горького миндаля. Температура вспышки 61 °С, температура самовоспламенения 260 °С. Концентрационные пределы воспламенения: нижний 1,8 % (по объему), верхний — 3,4 % (по объему). Температурные пределы воспламенения: нижний 60 °С, верхний 72 °С.

В случае воспламенения следует тушить тонкораспыленной водой, омыленной химической пеной, воздушно-механической пеной на основе ПО-11.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 марта 1974 г. № 740
3. Периодичность проверки 5 лет
4. ВЗАМЕН ГОСТ 10930—74
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	6.2
ГОСТ 427—75	3.2.1.1
ГОСТ 1770—74	3.7.1
ГОСТ 3022—80	3.2.1.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4328—77	3.7.1
ГОСТ 4517—87	3.7.1
ГОСТ 4919.1—77	3.7.1
ГОСТ 6709—72	3.8
ГОСТ 9293—74	3.2.1.1
ГОСТ 14192—77	4.1
ГОСТ 18300—87	3.7.1
ГОСТ 18995.1—73	3.3
ГОСТ 18995.2—73	3.4
ГОСТ 18995.6—73	3.5
ГОСТ 19433—88	4.1
ГОСТ 19627—74	Вводная часть
ГОСТ 21533—76	3.2.1.2, 3.2.1.4
ГОСТ 25336—82	3.7.1, 3.8
ГОСТ 25706—83	3.2.1.1
ГОСТ 25794.1—83	3.7.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27184—86	3.6