

10437-80



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ФУРФУРОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10437—80

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ФУРФУРОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical furfural,
SpecificationsГОСТ
10437-80*Взамен
ГОСТ 10437-71

ОКП 92 9161 0000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1980 г. № 481 срок введения установлен

с 01.01.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 19.04.85 № 1123 срок действия продлен

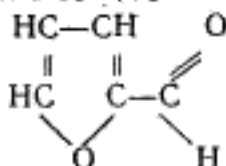
до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический фурфурол, представляющий собой продукт химической переработки растительного сырья. Технический фурфурол применяется для производства полимерных материалов, производных фурфурола, а также в качестве растворителя.

Формулы: эмпирическая $C_5H_4O_2$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 96,086.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 2888—73 в части, касающейся метода определения кислотности.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технический фурфурол должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям технический фурфурол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (сентябрь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

© Издательство стандартов, 1986

Поправки Δt_1 и Δt_2 подставляют в формулы со своим знаком, полученным при расчете или по паспорту к термометру.

Поправки Δt_2 и Δt_3 вычисляют по следующим формулам:

$$\Delta t_2 = 0,00012 \cdot [273 + (t_1 + \Delta t_1)] \cdot (p - 760),$$

$$\Delta t_3 = 0,00016 \cdot h [(t_1 + \Delta t_1 + \Delta t_2) - t_4],$$

где 0,00012 — эмпирический коэффициент;

p — атмосферное давление по барометру; наблюдаемое во время перегонки, мм рт. ст.;

0,00016 — средний коэффициент линейного расширения стекла;

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

t_4 — температура воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой (измеряется другим термометром), °C.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Фурфурол упаковывают в чистые сухие стальные бочки по ГОСТ 6247—79, типа 1, вместимостью 200 или 275 дм³ или ГОСТ 13950—84, типа 1, вместимостью 200 дм³. Бочки с продуктом должны быть опломбированы.

5.2. Груз формируют в транспортные пакеты по ГОСТ 21929—76, ГОСТ 24597—81 и ГОСТ 21650—76.

При укрупнении грузовых мест в транспортные пакеты схема пакетирования согласовывается в установленном порядке.

5.3. Маркировка

5.3.1. На каждую упаковочную единицу наносят транспортную маркировку в соответствии с ГОСТ 14192—77, а также маркировку, содержащую данные об упакованной продукции.

5.3.2. На каждую упаковочную единицу наносят маркировку, содержащую данные об упакованной продукции:

наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии и места;

массу брутто и нетто;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта;

знак опасности по ГОСТ 19433—81, класс опасности 3, подкласс

3.3.

5.4. Фурфурол, упакованный в бочки, транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки легковоспламеняющихся жидкостей, действующих на транспорте данного вида.

При транспортировании по железной дороге фурфурол перевозят также наливом в специально выделенных вагонах-цистернах с нижним сливом.

5.5. Вычисление степени (уровня) заполнения цистерн и бочек производить с учетом объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

На цистерны должны быть нанесены предупредительные надписи «Огнеопасно», «Ядовито».

5.6. Фурфурол в бочках хранят в упаковке изготовителя в крытых хорошо вентилируемых помещениях, открытых или полуподземных складах, защищенных от воздействия солнечных лучей и атмосферных осадков.

Фурфурол из цистерн хранят в полуподземных горизонтальных металлических емкостях, снабженных погружным насосом, или в складских, хорошо вентилируемых помещениях.

Допускается хранение фурфурола в наземных емкостях, снабженных дистанционными насосами.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. Гарантийный срок хранения со дня изготовления партии продукта: один месяц — для нестабилизированного фурфурола, семь месяцев — для стабилизированного фурфурола.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ВЕЛИЧИНЫ ОТНОСИТЕЛЬНЫХ ПОПРАВочНЫХ КОЭФФИЦИЕНТОВ

Газ-носитель — азот.

Относительные поправочные коэффициенты:

0,25 — для воды;

1,00 — для фурфурола;

1,60 — для метилфурфурола.

Газ-носитель — гелий.

Относительные поправочные коэффициенты:

0,75 — для воды;

1,00 — для фурфурола;

1,60 — для метилфурфурола.

Относительный поправочный коэффициент других примесей независимо от газа-носителя I.

Изменение № 2 ГОСТ 10437—80 Фурфурол технический. Технические условия
 Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.03.90 № 572

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Последний абзац исключить.

Пункт 1.2. Таблицу изложить в новой редакции:

(Продолжение изменения к ГОСТ 10437—80)

Наименование показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт ОКП 92 9161 0004	1-й сорт ОКП 92 9161 0002	
1. Внешний вид	Прозрачная жидкость светло-желтого цвета, темнеющая при хранении до бурого цвета, без посторонних примесей, с характерным запахом		По п. 4.2
2. Массовая доля фурфурола, %, не менее	99,3	98,5	По п. 4.3
3. Массовая доля метилфурфурола, %, не более	0,5	1,0	По п. 4.3
4. Массовая доля воды, %, не более	0,15	0,25	По п. 4.3
5. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,04	0,05	По п. 4.4
6. Массовая доля веществ, нерастворимых в воде, %	Отсутствие		По п. 4.5
7. Плотность ρ при 20 °С, г/см ³	1,159—1,160	1,159—1,160	По ГОСТ 18995.1—73 и п. 4.6 настоящего стандарта
8. Показатель преломления n_D^{20}	1,525—1,526	1,525—1,526	По ГОСТ 18995.2—73

(Продолжение см. с. 271)

Примечание. Показатель 5 для нестабилизированного фурфурола определяют на момент отгрузки продукта потребителю.

Пункт 2.2 после слов «опасности-3» дополнить словами: «по ГОСТ 12.1.005—88».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2а (перед п. 4.2): «4.2а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86».

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Определение массовой доли фурфурола, метилфурфурола и воды».

Пункт 4.3.1. Восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88;

тринадцатый абзац исключить.

Пункт 4.3.2.3. Второй абзац. Заменить слова: «по 10 г чистого фурфурола, затем в каждую пробирку последовательно прибавляют равные количества чистого метилфурфурола и воды по 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; 0,30; 0,45 г» на, «по 10,0000 г чистого фурфурола, затем в каждую пробирку последовательно прибавляют равные количества чистого метилфурфурола и воды по 0,0100; 0,0200; 0,0500; 0,1000; 0,1500; 0,3000; 0,4500 г».

Пункт 4.3.4.3 изложить в новой редакции: «4.3.4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать для фурфурола 0,1 %, для метилфурфурола и воды — 0,02 %».

Пункт 4.4.1. Второй абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 5850—72»; последний абзац исключить.

Пункт 4.4.2 до слов «растворяют в 100 см³» изложить в новой редакции: «4.4.2. В колбу для титрования вместимостью 250 см³ помещают навеску фурфурола массой от 2,50 до 3,50 г».

Пункт 4.6. Заменить слово: «денсиметр» на «ареометр» (2 раза).

Пункты 4.7, 4.8 исключить.

Пункт 5.2. Исключить ссылку: ГОСТ 21929—76.

Пункт 5.3.2. Последний абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 19433—81 на ГОСТ 19433—88.

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 24.07.86 Подп. в печ. 23.09.86 1,0 усл. н. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,78 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопрессненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 4182.

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международное	русское

ОСНОВНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ

Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

ПРОИЗВОДНЫЕ ЕДИНИЦЫ СИ, ИМЕЮЩИЕ СПЕЦИАЛЬНЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	s^{-1}
Сила	ньютон	N	Н	$m \cdot kg \cdot s^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$s \cdot A$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^4 \cdot A^2$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-2}$
Электрическая проводимость	сиemens	S	См	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^3 \cdot A^2$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	кд · ср
Освещенность	люкс	lx	лк	$m^{-2} \cdot кд \cdot ср$
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	s^{-1}
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грей	Gy	Гр	$m^2 \cdot s^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$m^2 \cdot s^{-2}$

Наименование показателя	Норма			Метод анализа
	Высший сорт ОКП 92 9161 0004	1-й сорт ОКП 92 9161 0007	2-й сорт ОКП 92 9161 0003	
1. Внешний вид	Жидкость светло-желтого цвета с характерным запахом, не содержащая взвешенных частиц, темнеющая при хранении до бурого цвета			По п. 4.2
2. Массовая доля карбонильных соединений, %, не менее	99,8	99,5	97,0	По п. 4.3 По п. 4.3
3. Массовая доля воды, %, не более	0,15	0,25	Не нормируется	
4. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,04	0,05	0,10	По п. 4.4
5. Массовая доля веществ, нерастворимых в воде	Отсутствует			По п. 4.5
6. Плотность ρ при 20°C, г/см ³	1,159—1,160	1,159—1,160	1,152—1,160	По ГОСТ 18995,1—73 и п. 4.6 настоящего стандарта
7. Показатель преломления, n_D^{20}	1,525—1,526	1,525—1,526	1,517—1,524	По ГОСТ 18995,2—73
8. Температурные пределы перегонки при давлении 101325 Па (760 мм рт. ст.); температура кипения, °C, не ниже объемная доля отгона до 158°C, %, не более	152	152	Не нормируется	По ГОСТ 18995,7—73 и п. 4.8 настоящего стандарта
объемная доля отгона до конечной температуры перегонки (165°C), %, не менее	98,5	98,5	97,0	

Примечание. Нормы по показателю 4 таблицы для нестабилизированного фурфурола устанавливаются к моменту отгрузки продукта потребителю.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. По требованию потребителей технический фурфурол высшего и 1-го сортов может быть стабилизирован триэтаноламином в количестве 0,01% от массы фурфуrolа.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Фурфурол — горючая жидкость с характерным запахом горького миндаля. Температура самовоспламенения 260°C, вспышки 61°C.

Концентрационные пределы воспламенения паров фурфуrolа в воздухе при 101325 Па (760 мм рт. ст.) 1,8—3,4% (по объему). Температурные пределы воспламенения — нижний 60°C, верхний 72°C.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Класс опасности — 3. Фурфурол — ядовитое вещество. Предельно допустимая концентрация (ПДК) фурфуrolа в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м³. Порог восприятия запаха фурфуrolа 1,0—1,5 мг/м³. При превышении ПДК пары фурфуrolа поражают нервную систему, вызывают острое отравление.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. При работе с фурфуrolом необходимо применять индивидуальные средства защиты от попадания препарата на кожные покровы и слизистые оболочки, а также соблюдать правила личной гигиены.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Помещения, в которых проводят работы с фурфуrolом, должны быть оборудованы приточно-вытяжными вентиляционными установками общего и местного назначения. Анализ продукта в лаборатории необходимо проводить в вытяжном шкафу. Все работы с фурфуrolом должны проводиться вдали от огня.

2.5. При попадании фурфуrolа на кожу его необходимо смыть струей воды и протереть пораженное место спиртом.

2.6. Загоревшийся фурфурол необходимо тушить тонкораспыленной водой, омыленной химической пеной, воздушно-механической пеной на основе ОВП-10.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Фурфурол принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по своим показателям качества, оформленное одним документом о качестве.

При отгрузке фурфуrolа в цистернах за партию принимают каждую цистерну.

Документ должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак:

наименование и сорт продукта;
 номер партии;
 массу брутто (для бочек) и нетто;
 дату изготовления продукта;
 результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
 сведения о стабилизации продукта;
 обозначение настоящего стандарта.

3.2. Объем выборки продукта, упакованного в бочки — 10% от партии, но не менее трех единиц продукции, если партия состоит менее чем из 30 бочек.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенной выборки той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Пробу из цистерны отбирают пробоотборником от верхнего, среднего и нижнего слоев продукта в цистерне. Из бочек пробу отбирают чистой стеклянной трубкой с оттянутым концом диаметром 10—15 мм, погружая ее до дна. Объем точечной пробы из бочки должен быть не менее 0,2 дм³.

4.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и среднюю лабораторную пробу не менее 0,5 дм³ помещают в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой или плотно завинчивающейся пробкой.

На склянку со средней пробой наклеивают этикетку с обозначениями: наименования продукта, номера партии и даты отбора пробы.

4.2. Внешний вид продукта определяют визуально.

4.3. Определение массовой доли карбонильных соединений и воды

4.3.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый с детектором по теплопроводности.

Колонки газохроматографические, изготовленные из нержавеющей стали, внутренним диаметром 3—5 мм, длиной 1 м—2 шт. Носитель твердый — полихром-1 с частицами размером 0,25—0,5 мм.

Фаза жидкая неподвижная — жидкость кремнийорганическая марки ПФМС-4 по ГОСТ 15866—70.

Газ-носитель — гелий газообразный особой чистоты или азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Стакан по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50 или 100 см³.

Весы аналитические 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 с ценой деления шкалы 0,2 мм или лупа измерительная с четырехкратным увеличением.

Секундомер типа С-1 по ГОСТ 5072—79.

Микрошприц типа МШ-10.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2. Подготовка к анализу

4.3.2.1. Приготовление насадки

Кремнийорганическую жидкость марки ПФМС-4 в количестве 15% от массы твердого носителя растворяют в 150—200 см³ ацетона или хлороформа. Затем при постоянном помешивании в раствор насыпают полихром-1. Объем растворителя должен быть таким, чтобы весь твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. Избыток растворителя удаляют нагреванием на водяной бане или естественным самоиспарением при комнатной температуре. После удаления растворителя насадку сушат в сушильном шкафу при $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 24 ч.

Масса насадки для заполнения колонок должна быть не менее 50 г.

Приготовленной насадкой заполняют чистые сухие хроматографические колонки. Концы заполненных колонок закрывают стеклотканью, помещают в термостат хроматографа и выдерживают в токе газа-носителя, не подключая к детектору, в течение 16—24 ч при 170°C .

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2.2. Пуск и вывод прибора на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к хроматографу.

Хроматограммы снимают при условиях, указанных ниже.

Температура, $^\circ\text{C}$:

испарителя	220—250
колонок	160—170
детектора	200
Ток моста детектора, мА	100
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	720—2400
Расход газа-носителя, см ³ /мин	30—40
Продолжительность анализа, мин	3—4.

4.3.2.3. Градуировка прибора

Градуировку прибора осуществляют по искусственным смесям.

Их готовят из хроматографически чистых фурфурола и метилфурфурола.

Для приготовления искусственных смесей в семи пробирках взвешивают по 10 г чистого фурфурола, затем в каждую пробирку последовательно прибавляют равные количества чистого метилфурфурола и воды по 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; 0,30; 0,45 г. Относительный поправочный коэффициент для каждого определяемого компонента (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{\phi} \cdot m_i}{S_i \cdot m_{\phi}}$$

где m_i — масса определяемого компонента, г;

S_{ϕ} — площадь пика фурфурола, мм²;

m_{ϕ} — масса фурфурола, г;

S_i — площадь пика определяемого компонента (воды или метилфурфурола), мм².

За величину относительного поправочного коэффициента для каждой примеси принимают среднее арифметическое результатов всех анализов семи искусственных смесей.

Величины относительных поправочных коэффициентов приведены в рекомендуемом приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3. Проведение анализа

При установившемся режиме в испаритель хроматографа микрошприцем вводят пробу анализируемого фурфурола (1—3 мкл). Порядок выхода компонентов и относительное время удерживания указаны ниже.

Вода	0,25
Фурфурол	1,00
Метилфурфурол	1,50

Типовая хроматограмма технического фурфурола показана на чертеже.

4.3.4. Обработка результатов

4.3.4.1. Массовую долю каждого компонента анализируемого продукта и воды, определяемых методом внутренней нормализации (X_i), в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i \cdot 100}{\sum S_i \cdot K_i}$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²;

K_i — относительный поправочный коэффициент определяемого компонента;

$\sum S_i \cdot K_i$ — сумма произведений площади пика на соответствующий поправочный коэффициент всех компонентов анализируемого продукта, мм².

4.3.4.2. Площадь пика каждого компонента и воды (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

b_i — ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм;

M_i — масштаб записи сигнала пика.

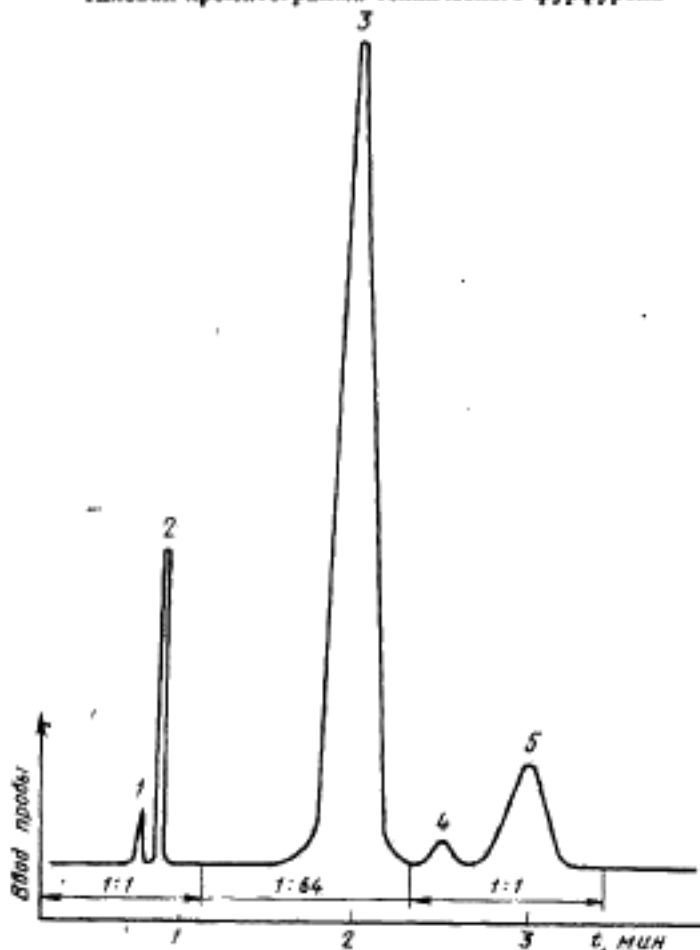
4.3.4.3. Массовую долю карбонильных соединений (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = X_1 + X_2,$$

где X_1 — массовая доля фурфурола, %;

X_2 — массовая доля метилфурфурола, %.

Типовая хроматограмма технического фурфурола



1 и 4 — неидентифицированные компоненты; 2 — вода; 3 — Фурфурол; 5 — метилфурфурол

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать: для фурфурола — 0,1%, для метилфурфурола — 0,01%, для воды — 0,01%.

4.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

4.4.1. Реактивы и растворы

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,05$ моль/дм³.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бюретка по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,01 см³.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 см³.

Весы аналитические 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.2. Проведение анализа

Около 3 г фурфурола взвешивают и результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака, помещают в колбу для титрования вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и титруют раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до появления устойчивой, не исчезающей в течение 10—15 с розовой окраски раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,003 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,003 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

m — масса навески фурфурола, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,004%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в воде

10 см³ фурфурола помещают в мерную колбу вместимостью

500 см³ и растворяют в дистиллированной воде (ГОСТ 6709—72) при 60—70°C и оставляют в покое в течение 30 мин.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 30 мин на поверхности раствора (в верхней части горла колбы) не соберутся нерастворимые в воде вещества.

4.6. Плотность определяют денсиметром по ГОСТ 18995.1—73.

Измерение плотности темно-окрашенного (нестабилизированного) фурфурола проводят по верхнему краю мениска. При отсчете по верхнему краю мениска к показанию денсиметра добавляют поправку +0,002.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2—73. Допускается применять рефрактометры других марок, обеспечивающие ту же погрешность измерения.

4.8. Температурные пределы перегонки определяют по ГОСТ 18995.7—73 с дополнениями, указанными ниже.

Перегонку ведут равномерно, со скоростью 4—5 см³ в минуту (две капли в секунду).

Температуру, показанную термометром в момент падения первой капли дистиллята (с учетом поправок), принимают за температуру начала кипения.

Объемную долю отгона летучих примесей до вычисленной температуры (158°C с учетом поправок), определяют по количеству дистиллята, собранного в приемный цилиндр.

По достижении вычисленной температуры конца перегонки (165°C с учетом поправок) нагревание колбы прекращают, для этого убирают источник нагрева.

Фурфуролу, сконденсировавшемуся в холодильнике, дают стечь в течение 5 мин. Полученный объем дистиллята в миллилитрах отмечают как объемную долю отгона до 165°C в процентах.

Разность между 100 см³ фурфурола, взятого для анализа, и отогнанным дистиллятом составляет остаток при перегонке.

Температуру начала кипения, конечную температуру перегонки и температуру отгона летучих примесей вычисляют по формуле

$$t = t_1 + \Delta t_1 + \Delta t_2 - \Delta t_3,$$

где t_1 — температура перегонки в момент падения первой капли дистиллята из холодильника или температура конца перегонки (165°C), или температура отгона летучих примесей (158°C), °C;

Δt_1 — поправка к термометру по паспорту, °C;

Δt_2 — поправка на барометрическое давление, °C;

Δt_3 — поправка на выступающий над пробкой столбик ртути термометра, °C.