Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения пероксидов в органических растворителях

ГОСТ 28687—90

Reagents. Method for determination of peroxides in organic solvents

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает метод определения содержания пероксидов в органических растворителях.

Стандарт не распространяется на растворители, взаимодействующие с йодом.

Метод основан на восстановлении пероксидов под действием йодистого калия и титровании выделившегося йода раствором тиосульфата натрия.

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

1.2. Масса навески анализируемого реактива и метод ее предварительной обработки, а также при необходимости температура и время проведения реакции должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый растворитель.

1.3. Масса пероксидов в навеске анализируемого растворителя в пересчете на активный кислород (О) должна быть в пределах от 0,5 до 8,0 мг.

1.4. Навески анализируемого реактива и реактивов для приготовления вспомогательных растворов, применяемых при определении, взвешивают (или отбирают по объему) с погрешностью не более 1 %.

1.5. Органические растворители, не смешивающиеся с водой, должны быть предварительно подготовлены к анализу способом, указанным в нормативно-технической документации на анализируемый растворитель.

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И ПОСУДА

Азот газообразный, не содержащий кислорода (очищенный перед введением в аппаратуру барботированием через раствор пирогаллола).

Калий йодистый (калия йодид) по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 10%, готовят по ГОСТ 4517, свежеприготовленный.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25 %, или кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %, готовят по ГОСТ 4517.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, титрованный раствор концентрации точно c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.2.

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

Пирогаллол, щелочной раствор готовят по ГОСТ 4517.

Колба Кн-1—250—19/26(24/29) ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6—2—5(10,25) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 29251.

gost.e-ecolog.ru

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу помещают анализируемую пробу и пропускают через пробу ток азота со скоростью 60 пузырьков в минуту в течение 20—30 мин. Затем, не прекращая пропускания азота, добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (или раствора серной кислоты) и уменьшают скорость тока азота до 10 пузырьков в минуту. Добавляют 20 $см^3$ раствора йодида калия, энергично перемешивают в течение 30 с и оставляют колбу в покое в течение 5 мин, если в научно-технической документации на анализируемый продукт нет других указаний. Добавляют 100 $см^3$ воды и прекращают пропускание азота.

Титруют титрованным раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Добавляют 5 $см^3$ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения голубой окраски. Титрование считают законченным, если в течение 30 с не появится снова голубая окраска.

Параллельно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов в тех же условиях, но без анализируемой пробы.

Допускается проведение анализа без пропускания тока азота.

Допускается титрование до исчезновения желтой окраски без добавления крахмала.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю пероксидов (X) в процентах в пересчете на активный кислород (О) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0008 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого растворителя, $см^3$;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = = 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование контрольного раствора, $см^3$;

0,0008 — масса кислорода (О), соответствующая 1 $см^3$ раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности 0,95.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.10.90 № 2639 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 6763—89 «Реактивы. Метод определения содержания пероксидов в органических растворителях» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.92

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4232—74	Разд. 2
ГОСТ 4517—87	Разд. 2
ГОСТ 10163—76	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 25794.2—83	Разд. 2
ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 27068—86	Разд. 2
ГОСТ 29227—91	Разд. 2
ГОСТ 29251—91	Разд. 2

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru