Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# РЕАКТИВЫ

## Методы определения примеси альдегидов

ГОСТ 16457—76

Reagents. Methods for determination of aldehide impurities

Взамен ГОСТ 16457—70

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 сентября 1976 г. № 2242 дата введения установлена**

**01.07.77**

**Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.09.91 № 1506**

Настоящий стандарт распространяется на органические реактивы и устанавливает следующие методы определения примеси альдегидов:

визуально-колориметрический с фуксинсернистым реактивом;

объемный с гидрохлоридом гидроксиламина;

визуально-нефелометрический с димедоном.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

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

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

1.1. Масса навески анализируемого реактива должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

При определении альдегидов визуально-колориметрическим методом масса альдегида в навеске анализируемого реактива должна быть:

0,02 — 0,06 мг при определении формальдегида,

0,2 — 0,6 мг при определении ацетальдегида.

При определении альдегидов объемным методом масса альдегида в навеске анализируемого реактива должна быть более 30 мг.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2—1.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

## 2. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании розового хиноидного красителя при взаимодействии фуксинсернистого реактива с водорастворимыми альдегидами.

### 2.2. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

*Издание с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1991 г. (ИУС 12—91).*



gost.e-ecolog.ru

Реактив фуксинсернистый; готовят по ГОСТ 4517—87.

Раствор, содержащий формальдегид; готовят по ГОСТ 4212—76.

Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см$^3$.

Раствор, содержащий альдегиды (ацетальдегид); готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см$^3$.

Цилиндр 2(4)—50—2 по ГОСТ 1770—74 или колба типа Кн вместимостью 50 см$^3$ по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 2 см$^3$.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3, 2.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

**2.5. Подготовка к анализу**

2.5.1. При определении альдегидов в реактивах, смешивающихся с водой, опытным путем устанавливают влияние реактива на развитие окраски. При необходимости в растворы сравнения вводят анализируемый реактив.

Альдегиды в реактивах, несмешивающихся с водой, определяют из водной вытяжки после отделения ее от органического слоя.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.5.2—2.6.1.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

2.6.2. *Определение примеси формальдегида и ацетальдегида*

Навеску анализируемого препарата, растворенную в воде, или водную вытяжку анализируемого препарата помещают в цилиндр или коническую колбу с меткой на 23 см$^3$, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 2 см$^3$ фуксинсернистого реактива и перемешивают.

Через 30 мин для формальдегида или через 20 мин для ацетальдегида розовую окраску анализируемого раствора сравнивают в проходящем свете на фоне молочного стекла с окраской раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме массу формальдегида или ацетальдегида в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и 2 см$^3$ фуксинсернистого реактива.

2.6.3. Чувствительность определения формальдегида составляет 0,01 мг в 25 см$^3$ раствора, ацетальдегида — 0,1 мг в 25 см$^3$ раствора.

2.6.2, 2.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.7—2.7.3, 2.8. **(Исключены, Изм. № 1).**

## 3. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД

**3.1. Сущность метода**

Сущность метода заключается в определении соляной кислоты, выделяющейся при взаимодействии в спиртовой среде альдегидов с гидрохлоридом гидроксиламина.

Определение проводят потенциометрическим титрованием или титрованием с индикатором.

**3.2. Реактивы, растворы и аппаратура**

Раствор буферный янтарно-кислотно-боратный или фосфатно-цитратный (pH 4,0); готовят по ГОСТ 4919.2—77.

Бромфеноловый синий (индикатор), щелочной раствор с массовой долей 0,04 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 5 %.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации $c$ (NaOH) = 0,1 моль/дм$^3$; готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации $c$ (HCl) = 0,05 моль/дм$^3$; готовят по ГОСТ 25794.1—83 соответствующим разбавлением растворов большей концентрации.

Спирт этиловый реактификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Бюретка вместимостью 2(5) см$^3$ или 3(10) см$^3$.

Стакан В(Н)-1 — 100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см$^3$.
Колба Кн-1—100—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.
Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770—74.
Иономер универсальный ЭВ-74.
Электроды стеклянный и хлорсеребряный.
Мешалка магнитная.
3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.3. Проведение анализа**

3.3.1. *Потенциометрическое титрование*

Навеску анализируемого реактива помещают в стакан, растворяют в 25 см$^3$ этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см$^3$ и перемешивают магнитной мешалкой. pH полученного раствора доводят раствором гидроксида натрия или соляной кислоты до 4,0, используя в качестве измерительного электрода стеклянный, а в качестве электрода сравнения — хлорсеребряный. К раствору прибавляют 5 см$^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивают магнитной мешалкой, закрывают стакан часовым стеклом или чашкой и оставляют в покое на 30 мин. Затем раствор титруют из бюретки раствором гидроксида натрия, используя те же электроды, до pH 4,0.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

3.3.2. *Титрование с индикатором*

Навеску анализируемого реактива помещают в колбу из бесцветного стекла, растворяют в 25 см$^3$ этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см$^3$, прибавляют 0,5 см$^3$ раствора бромфенолового синего и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого 25 см$^3$ буферного раствора (pH 4,0) помещают в такую же колбу, прибавляют 15 см$^3$ этилового спирта, 0,5 см$^3$ раствора бромфенолового синего и перемешивают.

При появлении в анализируемом растворе окраски, отличной от окраски раствора сравнения, к анализируемому раствору прибавляют по каплям при перемешивании раствор гидроксида натрия или соляной кислоты до появления окраски раствора сравнения.

Затем к анализируемому раствору прибавляют 5 см$^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в покое. Через 30 мин анализируемый раствор титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до появления окраски раствора сравнения, наблюдаемой в проходящем свете на фоне молочного стекла.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.4. Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю альдегида ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot m_1 \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование, см$^3$;

$V_1$ — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см$^3$;

$K$ — коэффициент поправки раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$;

$m_1$ — масса определяемого альдегида, соответствующая 1 см$^3$ раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм$^3$, г;

$m$ — масса навески препарата, г.

3.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми и допускаемая суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4. ВИЗУАЛЬНО-НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИМЕДОНОМ

## МС ИСО 6353-1—82

«Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

## 5. ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

**5.20. Альдегиды (ОМ 20)**

К известному объему испытуемого раствора прибавляют 5 $см^3$ воды и 0,15 $см^3$ раствора димедона с массовой долей 5 % в эталоне с объемной долей 95 % и нагревают на кипящей водяной бане до полного растворения. Затем быстро разбавляют горячей водой до 10 $см^3$ и охлаждают.

Сравнивают опалесценцию полученного раствора с опалесценцией раствора сравнения, полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора, содержащего альдегид.

Раствор, содержащий альдегид, готовят в соответствии с разд. 4 МС ИСО 6353-1—82.

**4. Растворы, используемые при испытаниях**

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду (3.2).

4.1.1. *Основные растворы*

Раствор, содержащий ацетальдегид или формальдегид, готовят следующим образом: растворяют 1,00 г ацетальдегида или 2,86 г раствора формальдегида с массовой долей 35 % в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г $CH_3CHO$ или 0,001 г HCHO.

4.1.2. *Разбавленные растворы*

Разбавленные растворы I, II и III готовят непосредственно перед использованием разбавлением основных растворов (п. 4.1.1) в мерной колбе соответствующего объема, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100, 1/1000 соответственно.

Примечания:

1. В международном стандарте ИСО 6353-1—82 принято сокращение: ОМ — общий метод испытаний.

2. Нумерация общих методов испытаний соответствует нумерации, приведенной в международном стандарте ИСО 6353-1—82.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru