ГОСТ Р 50467—93
(ИСО 1388—3—81)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ДЛЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРИМЕНЕНИЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ, СОДЕРЖАЩИХСЯ В МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВАХ. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Издание официальное

БЗ 12—92/1166

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.722:547.281.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ДЛЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРИМЕНЕНИЯ

Методы анализа

Определение карбонильных соединений, содержащихся в малых количествах. Фотометрический метод

ГОСТ Р 50467—93

Ethanol for industrial use. Methods of test. Erlimation of content of carbonye compounds present in small amounts. Photometric method

(ИСО 1388—3—81)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения карбонильных соединений, содержащихся в малых количествах в этиловом спирте, предназначенном для промышленного применения.

Метод применим для анализа спирта с массовой долей карбонильных соединений в пересчете на ацетальдегид от 0,00025 до 0,01 %.

Примечание. Метод позволяет определять только те карбонильные соединения, которые вступают в реакцию при данных условиях.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается во взаимодействии 2,4-динитрофенилгидразина с карбонильными соединениями, содержащимися в анализируемом спирте, и фотометрическом измерении при длине волны около 445 нм окрашенных в красный цвет растворов 2,4-динитрофенилгидразонов в щелочной среде.

2. РЕАКТИВЫ

Для анализа используют только чистые реактивы и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

2.1. Спирт этиловый, не содержащий карбонильных соединений, очищают следующим образом: 500 см³ спирта кипятят в колбе с обратным холодильником в присутствии 5 г 2,4-динитрофенилгидразина и пяти капель раствора соляной кислоты (п. 2.3) в те-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

чение 2—3 ч. Далее спирт медленно отгоняют с помощью ректификационной колонки Видмера длиной 300 мм и диаметром 25 мм или любой другой подходящей колонки.

Первые 50 см³ дистиллята отбрасывают, отбирают 400 см³ дистиллята, отбрасывая последние порции.

Если основная часть дистиллята окрашена, необходимо отгонку повторить.

2.2. 2,4-динитрофенилгидразин, насыщенный раствор в этиловом спирте (п. 2.1) при температуре окружающей среды.

2.3. Кислота соляная плотностью 1,19 г/см³ с массовой долей около 38 %.

2.4. Калия гидроокись массовой концентрации 100 г/дм³ в растворе этилового спирта с объемной долей 70 %.

2.5. Карбонильные соединения, стандартный раствор с массовой долей карбонильных соединений в пересчете на ацетальдегид 0,440 г/дм³.

Взвешивают 1,200 г ацетофенола с точностью до 0,0001 г и растворяют в небольшом количестве спирта (п. 2.1), далее переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки спиртом такого же качества и тщательно перемешивают. Отбирают 10,0 см³ этого раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки спиртом (п. 2.1) и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 440 мкг карбонильных соединений в пересчете на ацетальдегид.

3. ПРИБОРЫ

Обычные лабораторные приборы и

3.1. Баня водяная, в которой обеспечивается температура (50±2) °С.

3.2. Пробирки с пришлифованными стеклянными пробками.

3.3. Спектрофотометр или

3.4. Фотоэлектроколориметр, снабженный фильтрами, обеспечивающими максимальное поглощение света при длине волны около 445 нм.

4. МЕТОД АНАЛИЗА

4.1. Анализируемая проба

1,0 см³ анализируемого спирта помещают в одну из пробирок.

4.2. Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят одновременно с проведением анализа, тем же методом с использованием тех же количеств реактивов, но с заменой анализируемой пробы на 1,0 см³ спирта, приготовленного по п. 2.1.

4.3. Построение градуировочного графика

4.3.1. Приготовление стандартных растворов, используемых для приготовления стандартных колориметрических растворов.

В семь мерных колб вместимостью по 25 см³ каждая помещают определенные объемы стандартного раствора карбонильных соединений (п. 2.5), указанные в таблице, разбавляют до метки спиртом (п. 2.1) и перемешивают.

Объем стандартного раствора карбонильного соединения (п. 2.5), см³	Соответствующая масса карбонильных соединений в пересчете на ацетальдегид, мкг	Масса карбонильного соединения в 1 см³ разбавленного стандартного раствора, мкг
0*	0	0
0,15	66,0	2,5
0,25	110,0	4,4
0,50	220,0	8,8
0,75	330,0	13,2
1,00	440,0	17,6
1,25	550,0	22,0

* Компенсационный раствор.

4.3.2. *Приготовление стандартных растворов для фотометрических измерений, производимых в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 1 см*

В семь пробирок помещают по 1 см³ разбавленного стандартного раствора карбонильного соединения (п. 4.3.1).

4.3.3. *Составление эталонной колориметрической шкалы*

В семь пробирок с 1 см³ разбавленных стандартных растворов добавляют по 1 см³ 2,4-динитрофенилгидразина и по одной капле соляной кислоты. Пробирки закрывают пробками и нагревают в течение 30 мин на водяной бане при температуре (50±2)°С. Далее пробирки охлаждают и в каждую добавляют по 5,0 см³ раствора гидроокиси калия, перемешивают и дают постоять в течение 5 мин.

4.3.4. *Фотометрические измерения*

Сразу проводят фотометрические измерения каждого стандартного колориметрического раствора (п. 4.3.3), используя либо спектрофотометр, настроенный на длину волны около 440 нм, либо фотоэлектроколориметр, снабженный соответствующими светофильтрами, установленными на нуль, с использованием этилового спирта, приготовленного по п. 2.1.

4.3.5. *Построение градуировочного графика*

Из полученных значений оптической плотности стандартных колориметрических растворов (п. 4.3.2) вычитают значение, соответствующее компенсирующему раствору. Строят градуировочный

график, откладывая на оси абсцисс значение массовой концентрации карбонильного соединения (мкг/см³) каждого разбавленного стандартного раствора, а на оси ординат — соответствующее значение оптической плотности.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. *Определение окраски*

Обрабатывают анализируемую пробу (п. 4.1) в пробирке, соблюдая методику, приведенную в п. 4.3.3.

4.4.2. *Фотометрические измерения*

Сразу проводят фотометрические измерения анализируемой пробы и раствора контрольного опыта по методике, приведенной в п. 4.3.4, после настройки прибора на нуль по этиловому спирту, приготовленному по п. 2.1.

Примечание. Если оптическая плотность анализируемого раствора превышает максимальное значение градуировочного графика, то повторяют определение по п. 4.4, используя разбавление 1 см³ анализируемой пробы соответствующим объемом спирта, приготовленного по п. 2.1, но не более 4 см³.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику находят массу карбонильных соединений в пересчете на ацетальдегид, соответствующую исправленному значению оптической плотности.

Массу карбонильных соединений вычисляют по формуле

$$\frac{(m_2-m_0)\cdot 100}{1{,}0\cdot\rho\cdot 10^4}\cdot r_D=\frac{(m_1-m_0)}{\rho\cdot 10^4}\cdot r_D,$$

где m_0 — масса карбонильных соединений в контрольном опыте, мкг;

m_1 — масса карбонильных соединений в анализируемой пробе, мкг;

ρ — плотность анализируемой пробы при 20 °С, г/см³, определенная по ГОСТ 18995.1 по ареометру;

r_D — отношение объема разбавленной анализируемой пробы к объему добавленного этилового спирта (см. примечание к п. 4.4.2), если анализируемая проба не была разбавлена, то r_D равно 1;

1,0 — объем анализируемой пробы, см³.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 326 «Продукция микробиологического синтеза»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 11.01.93 № 5
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1388—3—81 «Этанол для промышленного применения. Методы анализа. Часть 3. Определение массовой доли карбонильных соединений, содержащихся в малых количествах. Фотометрический метод» и полностью ему соответствует

3. Срок первой проверки — 1999 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 18995.1—73	5

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 10.02.93. Подп. в печ. 22.03.93. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5.
Уч.-изд. л. 0,35. Тир. 745 экз. С 40.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 84

gost.e-ecolog.ru