МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
28687—
2016**

РЕАКТИВЫ

Метод определения пероксидов в органических растворителях

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации, материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2016 г. № 1644-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28687—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 28687—90

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения пероксидов в органических растворителях

Reagents. Method for determination of peroxides in organic solvents

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

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

Настоящий стандарт не распространяется на растворители, взаимодействующие с йодом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025

При взвешивании применяют лабораторные весы высокого класса точности (II) по ГОСТ 24104.

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

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

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

3.5 Органические растворители, не смешивающиеся с водой, должны быть предварительно подготовлены к анализу способом, указанным в нормативном документе или технической документации на анализируемый растворитель.

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

4 Сущность метода

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

5 Реактивы и оборудование

Азот газообразный по ГОСТ 9293, не содержащий кислорода (очищенный перед введением в аппаратуру барботированием через раствор пирогаллола).

Калий йодистый 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, раствор молярной 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 1(2)—1(2)—2—5(10,25) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1—1(2)—2—10—0,02 по ГОСТ 29251.

6 Проведение анализа

6.1 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 йодистого калия, энергично перемешивают в течение 30 с и оставляют колбу в покое в течение 5 мин, если в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив отсутствуют другие указания. Добавляют 100 $см^3$ воды и прекращают пропускание азота.

Титруют 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.

6.2 Допускается проведение анализа без пропускания тока азота.

Допускается титрование до исчезновения желтой окраски без добавления крахмала.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю пероксидов в пересчете на активный кислород (О) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0008 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

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

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

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

7.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

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

УДК 66.061—41:543.06:006:354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, метод анализа, определение пероксидов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 09.04.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru