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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
16457—
2016**

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси альдегидов

(ISO 6353-1:1982, NEQ)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 ноября 2016 г. № 1668-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 16457—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 6353-1:1982 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний» («Reagents for chemical analysis. Part 1: General test methods», NEQ) в части визуально-нефелометрического метода с димедоном и в части приготовления применяемых при определении растворов

6 ВЗАМЕН ГОСТ 16457—76

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси альдегидов

Reagents. Methods for determination of aldehydes impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

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

- визуально-колориметрический с фуксинсернистым реактивом;
- объемный с гидрохлоридом гидроксиламина;
- визуально-нефелометрический с димедоном.

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 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

Издание официальное

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 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.

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.

3.2 Масса навески анализируемого реактива должна быть указана в нормативном документе или 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.

4 Визуально-колориметрический метод с фуксинсернистым реактивом

4.1 Сущность метода

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

4.2 Реактивы и оборудование

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Реактив фуксинсернистый по ГОСТ 4517.

Раствор массовой концентрации формальдегида H_2CO 1 мг/см^3 по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см^3 H_2CO.

Раствор массовой концентрации ацетальдегида CH_3CHO 1 мг/см^3 по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см^3 CH_3CHO.

Цилиндр 2(4)—5—2 по ГОСТ 1770 или колба типа Кн вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Пипетка 1(2)—1(2)—2—2 по ГОСТ 29227

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 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.

4.3.2 Определение формальдегида и ацетальдегида

Навеску анализируемого реактива, растворенную в воде, или водную вытяжку анализируемого реактива 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 нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив, и 2 $см^3$ фуксинсернистого реактива.

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

5 Объемный метод с гидрохлоридом гидроксиламина

5.1 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.

5.2 Реактивы и оборудование

Раствор буферный янтарно-кислотно-боратный или фосфатно-цитратный pH 4,0 по ГОСТ 4919.2.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Бюретка 1(2)—1(2)—2—5(10)—0,02 по ГОСТ 29251.

Стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)—1(2)—2—1(5) по ГОСТ 29227.

Колба Кн-10—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Иономер универсальный ЭВ-74.

Электроды стеклянный и хлорсеребряный.

Мешалка магнитная.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 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 гидроокиси натрия или соляной кислоты до 4,0 pH, 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 гидроокиси натрия, используя те же электроды, до pH 4,0.

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

5.3.2 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 гидроокиси 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 гидроокиси 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.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю альдегида X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)\mathrm{K} \cdot m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3;

m_1 — масса определяемого альдегида, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески реактива, г.

5.4.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми и допускаемая суммарная погрешность результата анализа при доверительной вероятности P = 0,95 должны быть указаны в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

6 Визуально-нефелометрический метод с димедоном

6.1 Альдегиды

К известному объему испытуемого раствора прибавляют 5 см^3 воды и 0,15 см^3 раствора димедона с массовой долей 5 % в этиловом спирте 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 настоящим стандартом.

6.2 Реактивы и оборудование

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

6.2.1 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.

6.2.2 Разбавленные растворы сравнения

Разбавленные растворы I, II и III готовят непосредственно перед использованием разбавлением основных растворов (6.2.1) в мерной колбе соответствующего объема, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100, 1/1000 соответственно.

УДК 54-41:543.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение альдегидов

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.04.2019. Подписано в печать 25.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
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