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 реактифицированный 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