
**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
2016**

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «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 _____ № _____)

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 Беларусь Казахстан Киргизия Россия	AM BY KZ KG RU	Минэкономики Республики Армения Госстандарт Республики Беларусь Госстандарт Республики Казахстан Кыргызстандарт Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09 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

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

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

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 28687—2016

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

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

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 O 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).

ГОСТ 28687—2016

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 с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³; 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 см³ раствора соляной кислоты (или раствора серной кислоты) и уменьшают скорость тока азота до 10 пузырьков в минуту. Добавляют 20 см³ 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 см³ воды и прекращают пропускание азота.

Титруют раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Добавляют 5 см³ 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 (O) 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 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

0,0008 – масса кислорода O, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;

m – масса навески анализируемой пробы, г.

ГОСТ 28687—2016

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

7.3 Относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ 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

Руководитель разработки

Начальника отдела 11

ФГУП «ВНИИ СМТ»

В.М. Костылева

Ответственный исполнитель

Зам. начальника отдела

ФГУП «ВНИИ СМТ»

И.А. Косоруков