
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
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 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

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

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—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 4212—2016 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 24104—200 Весы лабораторные. Общие технические требования**

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

* 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».

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

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 ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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/см³ по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³ H_2CO .

Раствор массовой концентрации ацетальдегида CH_3CHO 1 мг/см³ по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³ CH_3CHO .

Цилиндр 2(4)—5—2 по ГОСТ 1770 или колба типа Кн вместимостью 50 см³ 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 см³, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 2 см³ 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 см³ фуксинсернистого реактива.

4.3.3 Чувствительность определения формальдегида составляет 0,01 мг в 25 см³ раствора, ацетальдегида — 0,1 мг в 25 см³ раствора.

5 Объемный метод с гидрохлоридом гидроксилamina

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении соляной кислоты, выделяющейся при взаимодействии в спиртовой среде альдегидов с гидрохлоридом гидроксилamina.

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.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ по ГОСТ 25794.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,05$ моль/дм³ 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-100—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 см³ этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см³ 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 см³ раствора гидрохлорида гидроксилamina, 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 см³ этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см³, прибавляют 0,5 см³ раствора бромфенолового синего и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого 25 см³ буферного раствора pH 4,0 помещают в такую же колбу, прибавляют 15 см³ этилового спирта, 0,5 см³ 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 см³ раствора гидрохлорида гидроксилamina, 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

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

где V — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³;

m_1 — масса определяемого альдегида, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, г/см³;

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 см³ воды и 0,15 см³ 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 см³ 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 ИСО 6353-1, раздел 4.

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 см³, доводят до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г CH₃CНО или 0,001 г НСНО.

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 *А.Э. Елин*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 11.11.2016. Подписано в печать 19.12.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 35 экз. Зак. 3224.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru