# ГОСТ 16457-76 Реактивы. Методы определения примеси альдегидов (с Изменением N 1)

ГОСТ 16457-76

Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси альдегидов

Reagents. Methods for determination of
aldehide impurities

MКC 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 1977-07-01

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 сентября 1976 г. N 2242

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.09.91 N 1506

ВЗАМЕН ГОСТ 16457-70

ИЗДАНИЕ с Изменением N 1, утвержденным в сентябре 1991 г. (ИУС 12-91)

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. N 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1a. Общие указания по проведению анализа - по ГОСТ 27025-86.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

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

(Введен дополнительно, Изм. N 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. N 1).

1.2-1.4. (Исключены, Изм. N 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.

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.

Раствор, содержащий альдегиды (ацетальдегид); готовят по ГОСТ 4212-76. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см.

Цилиндр 2(4)-50-2 по ГОСТ 1770-74 или колба типа Кн вместимостью 50 см по ГОСТ 25336-82.
Пипетка вместимостью 2 см.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.3, 2.4. (Исключены, Изм. N 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. N 1).

2.5.2-2.6.1.2. (Исключены, Изм. N 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, доводят объем раствора водой до метки, прибавляют 2 см 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 альдегида или ацетальдегида в миллиграммах, указанную в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и 2 см фуксинсернистого реактива.

2.6.3. Чувствительность определения формальдегида составляет 0,01 мг в 25 см раствора, ацетальдегида - 0,1 мг в 25 см раствора.

2.6.2, 2.6.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.7-2.7.3, 2.8. (Исключены, Изм. N 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 (рН 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 (NaOH)=0,1 моль/дм; готовят по ГОСТ 25794.1-83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор молярной концентрации (HCl)=0,05 моль/дм; готовят по ГОСТ 25794.1-83 соответствующим разбавлением растворов большей концентрации.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87 высшего сорта.

Бюретка вместимостью 2(5) см или 3(10) см.

Стакан В(Н)-1-100 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см.

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. N 1).

**3.3. Проведение анализа**

3.3.1. Потенциометрическое титрование

Навеску анализируемого реактива помещают в стакан, растворяют в 25 см этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см и перемешивают магнитной мешалкой. рН 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 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 рН 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 этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см, прибавляют 0,5 см раствора бромфенолового синего и перемешивают.

Одновременно готовят раствор сравнения. Для этого 25 см буферного раствора (рН 4,0) помещают в такую же колбу, прибавляют 15 см этилового спирта, 0,5 см 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 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. N 1).

**3.4. Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю альдегида () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см;

 - коэффициент поправки раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм;

 - масса определяемого альдегида, соответствующая 1 см раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм, г;

 - масса навески препара

та, 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 *=*0,95 должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

3.4.1, 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. N 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 воды и 0,15 смраствора димедона с массовой долей 95% и нагревают на кипящей водяной бане до полного растворения. Затем быстро разбавляют горячей водой до 10 см 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, доводят до метки и перемешивают. 1 см раствора содержит 0,001 г CHCHO 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. N 1).