

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси альдегидов

ГОСТ
16457—76Reagents. Methods for determination of
aldehyde impuritiesВзамен
ГОСТ 16457—70МКС 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.

Реактив фуксинсернистый; готовят по ГОСТ 4517—87.

Раствор, содержащий формальдегид; готовят по ГОСТ 4212—76.

Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³.

Раствор, содержащий альдегиды (ацетальдегид); готовят по ГОСТ 4212—76. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,1 мг/см³.

Цилиндр 2(4)—50—2 по ГОСТ 1770—74 или колба типа Кн вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336—82.

Пипетка вместимостью 2 см³.

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 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 нормативно-технической документации на анализируемый реактив, и 2 см³ фуксинсернистого реактива.

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

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.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 5 %.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,05$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83 соответствующим разбавлением растворов большей концентрации.

Спирт этиловый реактивированный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта.

Бюретка вместимостью 2(5) см³ или 3(10) см³.

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

Пипетки вместимостью 1 и 5 см³.
 Колба Кн-1—100—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.
 Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770—74.
 Ионномер универсальный ЭВ-74.
 Electroды 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 см³ этилового спирта, доводят объем раствора водой до 35 см³ 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 см³ 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 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 (рН 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 гидроксида натрия или соляной кислоты до появления окраски раствора сравнения.

Затем к анализируемому раствору прибавляют 5 см³ 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/дм³, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³;

m_1 — масса определяемого альдегида, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, 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 см³ воды и 0,15 см³ 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 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 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 см³, доводят до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г СН₃СНО или 0,001 г НСНО.

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).