

Изменение № 1 ГОСТ 16457—76 Реактивы. Методы определения содержания примеси альдегидов

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.09.91 № 1506

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания»; «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «содержания»;

второй абзац. Заменить слово: «колориметрический» на «визуально-колориметрический»;

последний абзац изложить в новой редакции: «объемный с гидрохлоридом гидроксилamina»;

дополнить абзацем: «визуально-нефелометрический с димедоном».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1):

«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».

Пункт 1.1. Первый абзац. Заменить слово: «устанавливается» на «должна быть указана»;

второй абзац. Заменить слово: «колориметрическим» на «визуально-колориметрическим»;

второй и пятый абзацы. Заменить слова: «содержание» на «масса»; «должно быть» на «должна быть».

Пункты 1.2—1.4 исключить.

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «2. Визуально-колориметрический метод».

Пункт 2.1. Исключить слова: «Определение проводят фотометрически или визуально-колориметрически».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции:

«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 3(4)—2—2 по ГОСТ 20292—74».

Пункты 2.3, 2.4 исключить.

Пункт 2.5.1. Первый абзац. Исключить слова: «и заканчивают определение фотометрически».

Пункты 2.5.2—2.5.6 исключить.

Пункты 2.6.2, 2.6.2.1, 2.6.3 изложить в новой редакции:

«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 фо-

(Продолжение см. в. 120)

не 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.

Пункты 2.6, 2.6.1, 2.6.1.1, 2.6.1.2, 2.7, 2.7.1, 2.7.1.1, 2.7.1.2, 2.7.2, 2.7.2.1, 2.7.3, 2.8 исключить.

Пункт 3.1. Заменить слова: «солянокислым гидроксиламином» на «гидрохлоридом гидроксиламина».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«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 $c(\text{NaOH}) = 0,1$ 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 ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 высшего сорта;

бюретка 6—2—2(5) или 7—2—3(10) по ГОСТ 20292—74;

стакан В(Н)-1—100 ТХС по ГОСТ 25336—82;

пипетки 4(5)—2—1 и 6(7)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

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».

Пункт 3.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «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».

Пункты 3.3.1, 3.3.2. Последний абзац. Заменить слова: «таким же образом» на «с теми же количествами реактивов».

Пункт 3.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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»;

второй абзац. Заменить значение: рН 4 на рН 4,0; исключить слово: «боратного»;

второй, третий, четвертый абзацы. Заменить единицу: мл на см³;

третий абзац. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроксида натрия»;

четвертый абзац. Заменить слова: «солянокислого» на «гидрохлорида»; «микробюретки» на «бюретки»; «едкого натра» на «гидроксида натрия».

Пункты 3.4.1, 3.4.2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 121)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16457—76)

«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».

Стандарт дополнить разделом — 4:

«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)

K известному объему испытуемого раствора прибавляют 5 см³ воды и
(Продолжение см. с. 122)

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».

(ИУС № 12 1991 г.).