ГОСТ Р 50469—93
(ИСО 1388-5—81)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ ДЛЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРИМЕНЕНИЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ. ВИЗУАЛЬНЫЙ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

УДК 661.722:547.281.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Спирт этиловый для промышленного применения

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Определение альдегидов. Визуальный колориметрический метод

ГОСТ Р 50469—93 (ИСО 1388-5—81)

Ethanol for industrial use. Methods of test.
Determination of aldehydes content. Visual colorimetric method

ОКС 71.080.60
ОКСТУ 2409

Дата введения 1994—01—01

Настоящий стандарт устанавливает метод определения альдегидов в этиловом спирте, предназначенном для промышленного применения.

Метод пригоден для анализа спирта с массовой долей альдегидов в пересчете на ацетальдегид 0,00025 — 0,00125%.

1 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается во взаимодействии альдегидов, содержащихся в анализируемом спирте, с реактивом Шиффа и визуальном сравнении полученной окраски раствора с окраской образца сравнения.

2 РЕАКТИВЫ

Для анализа используют чистые реактивы и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

2.1 Спирт этиловый (этанол), 95%-ный (по объему), не содержащий альдегидов, готовят следующим образом: 1500 см^3 абсолютизированного этанола кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 2 ч с 15 г *м*-фенилендиамина, затем перегоняют смесь, удаляя первую и последнюю порции этанола — дистиллята по 50 см^3. К отогнанному этанолу добавляют воды и перемешивают до получения 95%-ного этанола (по объему).

Очищенный этанол проверяют на отсутствие альдегидов методом анализа (раздел 4).

2.2. Реактив Шиффа

Предупреждение. Основной фуксин является канцерогенным веществом. Необходимо избегать попадания раствора на кожу и вдыхания его пыли.

2.2.1 *Приготовление раствора*

1500 см^3 воды наливают в коническую колбу вместимостью 3000 см^3, прибавляют (4,500 ± 0,005) г солянокислого *п*-розанилина (основной фуксин) и тщательно перемешивают до полного растворения фуксина. Прибавляют (9,60 ± 0,05) г динатрия пентаоксидисульфита (метабисульфита натрия $Na_2S_2O_5$), перемешивают и дают отстояться в течение 5—10 мин. Добавляют около 40 см^3 серной кислоты массовой концентрации 295 г/дм^3, тщательно перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют на 12 ч. При необходимости дополнительного обесцвечивания раствора проводят обработку активированным углем.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

2.2.2 *Определение массовой доли двуокиси серы и регулирование ее до оптимальной концентрации в растворе*

10 см³ обесцвеченного реактива Шиффа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, затем добавляют 20 см³ воды и 5 см³ свежеприготовленного раствора крахмала и оттитровывают свободную двуокись серы стандартным раствором йода молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до появления характерной голубой окраски.

1 см³ раствора йода молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³ соответствует 0,0032 г двуокиси серы.

Если массовая концентрация двуокиси серы не соответствует оптимальному пределу 0,18—0,31 г на 100 см³ реактива Шиффа, то доводят ее до оптимальной концентрации или добавлением расчетного количества метабисульфита натрия, или снижают концентрацию путем пропускания горячего воздуха через раствор.

2.3. Ацетальдегид, стандартный раствор массовой концентрации ацетальдегида 1 г/дм³ готовят следующим образом: 0,6930 г оксима ацетальдегида ($CH_3CH(NH_2)OH$) взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г и растворяют в этаноле, приготовленном по 2.1. Этот раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, объем колбы доводят до метки этанолом (2.1), затем тщательно перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 1 г ацетальдегида.

Примечание. При отсутствии чистого оксима ацетальдегида очищают промышленный продукт следующим образом: около 5 г оксима ацетальдегида растворяют в небольшом количестве абсолютного этанола и осаждают диэтиловым эфиром ($C_2H_5OC_2H_5$), взятым в двойном количестве. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом. Кристаллы промывают диэтиловым эфиром, затем сразу помещают в эксикатор, содержащий концентрированную серную кислоту плотностью 1,84 г/см³ с массовой долей основного вещества 98%. В эксикаторе выдерживают в течение 3—4 ч.

Очистку продукта проводят до тех пор, пока не получатся бесцветные кристаллы.

Предостережение. Пары диэтилового эфира являются вредными для организма. Остерегайтесь вдыхать его пары. Диэтиловый эфир легко воспламеняется, его хранят далеко от нагревательных приборов.

2.4 Ацетальдегид, стандартный раствор массовой концентрации 0,1 г/дм³.

25 см³ стандартного раствора ацетальдегида, приготовленного по п. 2.3, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки этанолом, приготовленным по 2.1, и перемешивают.

1 см³ этого стандартного раствора содержит 0,0001 г ацетальдегида.

3 ПРИБОРЫ

Приборы обычные лабораторные

3.1 Пробирки колориметрические, снабженные пришлифованными пробками, вместимостью 20 см³ и градуированные от 10 до 14 см³.

3.2 Пипетки градуированные вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

4 МЕТОД АНАЛИЗА

4.1 Анализируемая проба

3,0 см³ анализируемой пробы помещают в одну из колориметрических пробирок.

4.2 Приготовление анализируемого и стандартных колориметрических растворов

В серию из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая вносят различные объемы стандартного раствора ацетальдегида, приготовленного по 2.4, указанные в таблице, разбавляют до метки этанолом (2.1) и перемешивают.

Объем стандартного раствора ацетальдегида (п. 2.4), см³	Масса ацетальдегида после разведения, г
2,0	0,0002
3,0	0,0003
5,0	0,0005
7,0	0,0007
9,0	0,0009
10,0	0,0010

С помощью пипетки вносят в серию из шести колориметрических пробирок по 3 см³ каждого стандартного раствора ацетальдегида, указанного в таблице. Обработку содержимого каждой пробирки, в том числе и анализируемой пробы, проводят следующим образом: в каждую пробирку добавляют до 10 см³ воды и далее вносят реактив Шиффа до 14 см³. Пробирки закрывают пробками, растворы перемешивают и оставляют на 25 мин.

4.3 Проведение анализа

Окраску анализируемого этанола сравнивают с окраской стандартных растворов при рассеянном свете.

Примечание. Если окраска анализируемого этанола темнее окраски раствора самой высокой концентрации, определение повторяют, используя разведение анализируемого спирта этанолом (п. 2.1).

5 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю альдегидов в пересчете на ацетальдегид в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{m}{\rho} \cdot 100,$$

где m — масса ацетальдегида (см. таблицу), используемая для приготовления стандартного раствора ацетальдегида, окраска которого соответствует окраске анализируемого этанола, г;

ρ — плотность анализируемого этанола при 20°С, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см³.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 326 «Продукция микробиологического синтеза»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 11.01.93 № 7

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1388-5—81 «Этанол для промышленного применения. Методы анализа. Часть 5. Определение массовой доли альдегидов. Визуальный колориметрический метод» и полностью ему соответствует

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 18995.1—73	5

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2001 г.

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.05.2001. Подписано в печать 20.06.2001. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л 0,37. Тираж 250 экз. С 1098. Зак. 564.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102