

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

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Спирт этиловый для промышленного применения

## МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Определение альдегидов.  
Визуальный колориметрический методГОСТ Р  
50469—93  
(ИСО 1388-5—81)Ethanol for industrial use. Methods of test.  
Determination of aldehydes content. Visual colorimetric methodОКС 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<sup>3</sup> абсолютизированного этанола кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 2 ч с 15 г *m*-фенилендиамина, затем перегоняют смесь, удаляя первую и последнюю порции этанола — дистилята по 50 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> воды наливают в коническую колбу вместимостью 3000 см<sup>3</sup>, прибавляют (4,500 ± 0,005) г солянокислого *l*-розанилина (основной фуксин) и тщательно перемешивают до полного растворения фуксина. Прибавляют (9,60 ± 0,05) г динатрия пентаоксидисульфита (метабисульфита натрия Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), перемешивают и дают отстояться в течение 5—10 мин. Добавляют около 40 см<sup>3</sup> серной кислоты массовой концентрации 295 г/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> обесцвеченного реактива Шиффа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, затем добавляют 20 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> свежеприготовленного раствора крахмала и оттитровывают свободную двуокись серы стандартным раствором йода молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до появления характерной голубой окраски.

1 см<sup>3</sup> раствора йода молярной концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 0,0032 г двуокиси серы.

Если массовая концентрация двуокиси серы не соответствует оптимальному пределу 0,18—0,31 г на 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> готовят следующим образом: 0,6930 г оксима ацетальдегида (СН<sub>3</sub>СН(ОН)ОН) 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 см<sup>3</sup>, объем колбы доводят до метки этанолом (2.1), затем тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> этого стандартного раствора содержит 1 г ацетальдегида.

**П р и м е ч а н и е.** 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 (С<sub>2</sub>Н<sub>5</sub>ОС<sub>2</sub>Н<sub>5</sub>), 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/см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

25 см<sup>3</sup> стандартного раствора ацетальдегида, приготовленного по п. 2.3, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки этанолом, приготовленным по 2.1, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> этого стандартного раствора содержит 0,0001 г ацетальдегида.

### 3 ПРИБОРЫ

Приборы обычные лабораторные

3.1 Пробирки колориметрические, снабженные пришлифованными пробками, вместимостью 20 см<sup>3</sup> и градуированные от 10 до 14 см<sup>3</sup>.

3.2 Пипетки градуированные вместимостью 5 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>.

### 4 МЕТОД АНАЛИЗА

#### 4.1 Анализируемая проба

3,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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), см <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и далее вносят реактив Шиффа до 14 см<sup>3</sup>. 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;

$\rho$  — плотность анализируемого этанола при 20°C, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см<sup>3</sup>.

## 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