

# ПОЛИВИНИЛАЦЕТАЛИ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЦЕТАЛЬНЫХ И АЦЕТАТНЫХ ГРУПП

Издание официальное



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

С.С. Иванчев, Г.С. Попов, В.М. Южин, Г.В. Худобина, Е.И. Новикова, Н.Б. Каширина

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.12.81 № 5265

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 15874—70

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1625—89	1.2
ГОСТ 1770—74	2.2
ГОСТ 2603—79	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4204—77	1.2
ГОСТ 4328—77	1.2, 2.2
ГОСТ 4658—73	1.2
ГОСТ 5456—79	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2, 2.2
ГОСТ 8595—83	1.2
ГОСТ 10930—74	1.2
ГОСТ 11293—89	1.2
ГОСТ 14043—78	1.5.1, 1.5.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25336—82	1.2, 2.2

## 5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 27.06.91 № 1050

## 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1986 г., июне 1991 г. (ИУС 9—86, ИУС 10—91)

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *М.С. Кабацова*  
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.05.99. Подписано в печать 29.06.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.  
Тираж 108 экз. С3211. Зак. 533.

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

**ПОЛИВИНИЛАЦЕТАЛИ****Методы определения ацетальных и ацетатных групп****ГОСТ  
15874—81**

Polyvinylacetals.

Methods for determination of acetal and acetate groups

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.07.82

Настоящий стандарт распространяется на поливинилацетали и устанавливает методы определения ацетальных и ацетатных групп в поливинилформальэтилале и поливинилбутиральфурфурале.

**1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЦЕТАЛЬНЫХ ГРУПП****1.1. Сущность метода**

Сущность метода заключается в полярографическом определении формальдегида, ацетальдегида и фурфурола, отогнанных с водяным паром после кислотного гидролиза поливинилацеталей. Масляный альдегид определяют по разнице между суммой альдегидов, определенной методом оксимирования, и фурфуролом, определенным полярографически.

**1.2. А п п а р а т у р а ,   п о с у д а ,   р е а к т и в ы**Полярограф электронный, чувствительностью ( $10^{-8}$  —  $10^{-10}$ ) А.

рН-метр — милливольтметр типа рН-340, рН-121.

Ультратермостат жидкостный любого типа, поддерживающий температуру ( $22,5 \pm 2,5$ ) °С с погрешностью не более 0,5 °С.

Мешалка магнитная.

Электродплитка закрытого типа мощностью 400—500 Вт.

Прибор для перегонки с водяным паром (см. чертеж).

Бюретка 7—2—10 по НТД.

Пипетки 7—1—5, 7—1—10, 2—1—20, 2—1—25 по НТД.

Колбы К-1—250—29/32 ТХС, К-1—1000—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—600 ТХС, В-1—4—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., ч. д. а., 20%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., ч. д. а., 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствор.Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Формалин технический по ГОСТ 1625, высший сорт, свежеперегнанный.

Альдегид уксусный технический, первый сорт, свежеперегнанный.

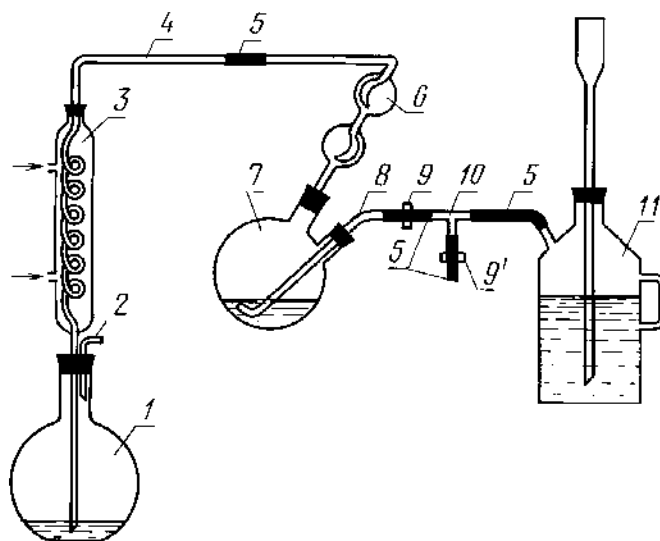
Фурфурол по ГОСТ 10930, ч.д.а., свежеперегнанный.

Альдегид масляный, свежеперегнанный.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, 0,05%-ный раствор.



Установка для перегонки с водяным паром



1 — колба-приемник П-2—1000—42 ТС по ГОСТ 25336; 2 — трубка для сообщения с атмосферой; 3 — холодильник ХСН-16 по ГОСТ 25336 с удлиненной трубкой, доходящей почти до дна приемника; 4 — переходная трубка; 5 — резиновые трубки; 6 — двойной каплеуловитель КО-60 по ГОСТ 25336; 7 — колба для перегонки КГУ-2—2—1000—34 ТС по ГОСТ 25336; 8 — трубка для ввода пара; 9, 9' — винтовые зажимы; 10 — тройник; 11 — парообразователь

Лития гидроокись, безводная, х. ч., 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор по ГОСТ 8595.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ртуть по ГОСТ 4658.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

### 1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. *Гидролиз поливинилацеталей и перегонка с водяным паром образующихся альдегидов (получение отгона)*

Гидролиз и перегонку с водяным паром проводят на установке, изображенной на чертеже.

0,7—0,8 г поливинилацетала, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в двугорлую круглодонную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и приливают 80 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты. В приемник наливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и помещают его в баню со льдом.

Содержимое колбы при закрытом зажиме нагревают 5—10 мин на электроплитке, находящейся на расстоянии 4—5 мм от дна колбы, затем открывают зажим и в колбу пускают водяной пар при непрерывающемся нагревании колбы. Перегонку ведут 2 ч со скоростью 7—7,9 см<sup>3</sup>/мин (собирают 840—950 см<sup>3</sup> отгона). После окончания перегонки содержимое приемника переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, термостатируют при (22,5±2,5) °С с погрешностью не более 0,5 °С, а затем доводят объем отгона до метки дистиллированной водой.

### 1.3.2. Приготовление растворов сравнения альдегидов

Растворы сравнения альдегидов с концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> готовят растворением свежеперегнанных реактивов в дистиллированной воде. Точную концентрацию альдегидов в растворах определяют методом оксимирования. Раствор формальдегида или ацетальдегида наливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, раствор фурфуrolа или масляного альдегида — в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Раствор количественно переносят в колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup>, для чего мерную колбу промывают 2—3 раза небольшими порциями дистиллированной воды общим объемом 25 см<sup>3</sup>. К раствору приливают пипеткой 25 см<sup>3</sup> гидрохлорида гидроксилamina и выдерживают в течение 1 ч.

В аналогичных условиях с тем же объемом дистиллированной воды и гидроксилamina готовят контрольный раствор.

Растворы сравнения и контрольный раствор после оксимирования переносят в химические стаканы. На рН-метре замеряют рН контрольного раствора по инструкции, прилагаемой к прибору.