ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 24445.10—92
(ИСО 1389/11—77)

Издание официальное

БЗ 2—92/197

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.73:547.584:546.72.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения железа

Phthalic anhydride for industrial use.
Method for determination of iron content

ГОСТ 24445.10—92

(ИСО 1389/11—77)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает 2,2′-бипиридиловый фотометрический метод определения железа в техническом фталевом ангидриде.

Стандарт следует применять вместе с ГОСТ 24445.0.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Растворение в горячей соляной кислоте остатка, полученного при определении золы в анализируемой пробе (см. ГОСТ 24445.8). Восстановление хлоридом гидроксиламина трехвалентного железа, содержащегося в полученном растворе. Образование окрашенного комплекса железо (II) — 2,2′-бипиридил в буферном растворе. Фотометрическое измерение оптической плотности окрашенного комплекса при длине волны около 510 нм.

3. РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа» и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Кислота соляная плотностью приблизительно 1,19 г/см³, раствор с массовой долей основного вещества 38 % или раствор молярной концентрации около 12 моль/дм³ (около 12 н.).

3.2. Кислота азотная, раствор молярной концентрации около 4 моль/дм³ (около 4 н.).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

3.3. Мочевина ($NH_2—CO—NH_2$), раствор.

Растворяют 100 г мочевины в 100 см³ воды.

3.4. Гидроксиламин хлорид ($NH_2OH \cdot HCl$), раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

3.5. Аммоний ацетат (CH_3COONH_4), раствор массовой концентрации 500 г/дм³.

3.6. 2,2′-Бипиридил, раствор в соляной кислоте массовой концентрации 2,2′-бипиридила 5 г/дм³.

0,5 г 2,2′-бипиридила растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации около 1 моль/дм³ (около 1 н.).

3.7. Железо, раствор, содержащий 0,100 г Fe в 1 дм³.

0,7022 г 6-водного сульфата аммоний железа (II) $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ взвешивают с точностью до 0,0001 г и растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации около 5 моль/дм³ (около 5 н.). Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ этого раствора содержит 0,100 мг Fe.

3.8. Железо, раствор, содержащий 0,010 г Fe в 1 дм³.

100 см³ раствора, содержащего железо (п. 3.7), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ этого раствора содержит 10 мкг Fe.

Готовят этот раствор непосредственно перед применением.

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

4.1. Спектрофотометр или

4.2. Фотоэлектроколориметр, снабженный светофильтрами с максимальным пропусканием 500—520 нм.

4.3. Мешалка из платиновой проволоки.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Приготовление растворов сравнения и построение градуировочного графика

5.1.1. *Приготовление растворов сравнения*

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают объемы раствора, содержащего железо (п. 3.8), указанные в таблице.

Содержимое каждой колбы обрабатывают следующим образом: прибавляют 20 см³ раствора азотной кислоты (п. 3.2), 2 см³ раствора мочевины (п. 3.3) и 2 см³ раствора хлорида гидроксиламина (п. 3.4), перемешивают и выдерживают в течение 2 мин. Затем добавляют 30 см³ раствора ацетата аммония (п. 3.5) и 5 см³

Объем раствора, содержащего железо (п. 3.8), см³	Масса железа в 100 см³ раствора сравнения, мкг
0*	0
2,0	20
4,0	40
7,0	70
10,0	100
15,0	150
20,0	200

* Контрольный раствор для градуировочного графика.

раствора 2,2′-бипиридила (п. 3.6), доводят водой до метки и перемешивают.

5.1.2. *Измерение оптической плотности с помощью кювет с толщиной поглощающего свет слоя 1 см*

Измеряют оптическую плотность каждого раствора сравнения на спектрофотометре (п. 4.1) при длине волны 510 нм или фотоэлектроколориметре (п. 4.2), снабженном соответствующими фильтрами, после установки прибора на нулевую оптическую плотность по отношению к контрольному раствору.

5.1.3. *Построение графика*

Строят график, откладывая, например, по оси абсцисс массу железа в микрограммах, содержащуюся в 100 см³ раствора сравнения (п. 5.1.1), и по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

5.2. Определение

5.2.1. *Приготовление анализируемого раствора*

В платиновую или кварцевую чашку, содержащую остаток после определения золы (см. ГОСТ 24445.8), добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (п. 3.1). Чашку нагревают на кипящей водяной бане при перемешивании платиновой мешалкой (п. 4.3) до полного растворения остатка, дают охладиться и количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее обрабатывают, как описано в п. 5.1.1, не прибавляя 20 см³ раствора азотной кислоты (п. 3.2).

5.2.2. *Измерение оптической плотности*

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют, как описано в п. 5.1.2, после установки прибора на нулевую оптическую плотность по отношению к воде.

Примечание. Допускается содержание железа определять, сравнивая визуально анализируемый раствор, приготовленный в соответствии с п. 5.2.1, с растворами сравнения, приготовленными в тех же условиях.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

При помощи градуировочного графика (п. 5.1.3) определяют массу железа в микрограммах, соответствующую оптической плотности анализируемого раствора.

Массовую долю железа, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$\frac{m_1}{m_0},$$

где m_0 — масса навески фталевого ангидрида, взятая для определения золы (см. ГОСТ 24445.8), г;

m_1 — масса железа, найденная в анализируемом растворе (п. 5.2.1), мкг.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 94 «Красители, текстильно-вспомогательные вещества и органические полупродукты»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 30.03.92 № 304

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1389/11—77 «Ангидрид фталевый технический. Методы испытаний. Часть 11. Фотометрический метод определения содержания железа с применением 2,2′-бипиридила» и полностью ему соответствует

3. Срок проверки — 1997 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 24445.0—92	1
ГОСТ 24445.8—92	2; 6; 5.2.1

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 21.04.92 Подп. к печ. 29.05.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,27. Тираж 395 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1155

gost.e-ecolog.ru