УДК 661.73:547.584:543.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения содержания малеинового ангидрида

Phtalic anhydride.
Method of determination
of maleic anhydride content

ГОСТ 24445.3—80 (СТ СЭВ 1677—79)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 ноября 1980 г. № 5594 срок действия установлен

с 01.12.1980 г.
до 01.01.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический фталевый ангидрид (ангидрид бензол-1,2-дикарбоновой кислоты) и устанавливает полярографический метод определения содержания малеинового ангидрида.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1677—79.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—80 с помощью поршневого щупа или щупа с продольным вырезом. Допускается отбор проб по ГОСТ 5445—79.

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА

Для проведения анализа применяют, если нет других указаний, дистиллированную воду и химические реактивы со степенью чистоты «химически чистый» (х. ч.).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Ангидрид малеиновый по ГОСТ 5854—78, ч .д. а., раствор сравнения с концентрацией 0,5 мг малеинового ангидрида в 1 $см^3$.

Бензол по ГОСТ 5955—75, ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а., 20%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., 1 н. раствор.

gost.e-ecolog.ru

Азот по ГОСТ 9293—74, содержащий не более 1% кислорода.

Пирогаллол А по ГОСТ 6408—75, 20%-ный раствор в 50%-ном растворе гидроокиси натрия.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 50%-ный раствор.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Полярограф чувствительностью не менее 5 мкА на всю шкалу самописца.

Ртутный капельный электрод и насыщенный каломельный электрод. В качестве анода можно также использовать ртутный анод (так называемое «ртутное дно»).

Электролизер термостатированный (полярографическая ячейка) вместимостью 5—10 см³.

Устройство для удаления кислорода из азота, состоящее из соединенных последовательно четырех промывных склянок, в первые две склянки помещают раствор пирогаллола, в третью — серную кислоту, в четвертую — дистиллированную воду. Содержимое склянок заменяют один раз в 3 мес.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2 г фталевого ангидрида взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в мерной колбе вместимостью 100 см³, туда же прибавляют около 90 см³ этилового спирта и перемешивают до растворения. Допускается подогревание колбы в теплой воде. После охлаждения полученного раствора до комнатной температуры доливают раствор в колбе до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Затем по 25 см³ полученного раствора вводят пипеткой в две мерные колбы вместимостью 50 см³. В обе колбы прибавляют по 1 см³ раствора соляной кислоты и по 5 см³ раствора хлористого натрия.

Одну колбу доливают до метки дистиллированной водой. В другую вводят такой объем раствора сравнения, содержащего малеиновый ангидрид, чтобы высота полярографической волны была вдвое больше высоты полярографической волны, полученной для раствора первой колбы. Затем доливают раствор в колбе до метки дистиллированной водой и дважды снимают полярограммы для растворов из обеих колб.

При анализе фталевого ангидрида, полученного из нафталина, растворы из обеих колб предварительно переносят в делительные воронки и дважды экстрагируют бензолом порциями по 25 см³ для удаления 1,4-нафтохинона. Водные слои переносят в колбы вместимостью 50 см³ и также дважды снимают полярограммы для растворов из обеих колб.

Полярограммы снимают следующим образом: наполняют электролизер анализируемым раствором и погружают в раствор ртутный и каломельный электроды. Термостат устанавливают на температуру (20±1)°С. Из раствора удаляют кислород, пропуская через электролизер из устройства для удаления кислорода медленную струю азота в течение 5 мин (со скоростью, при которой можно считать отдельные пузырьки газа).

После отключения азота двукратно снимают полярограмму в пределах потенциалов от E_1, равного минус 0,5 В, до E_2, равного минус 1,2 В, применяя такую чувствительность измерения, чтобы волна малеинового ангидрида для раствора с добавкой раствора сравнения заняла почти всю ширину ленты самописца.

Измеряют высоту полученных полярографических волн и вычисляют среднее арифметическое значение для растворов из каждой колбы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю малеинового ангидрида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m\ h\cdot 100\cdot 100}{(h_1-h)m_1\cdot 25\cdot 1000},$$

где m — массовая доля малеинового ангидрида в объеме раствора сравнения, добавленном во вторую мерную колбу, г;

h — высота полярографической волны пробы без добавления раствора сравнения, мм;

h_1 — высота полярографической волны пробы с добавлением раствора сравнения, мм;

m_1 — масса навески анализируемого фталевого ангидрида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не превышают 10% относительно меньшей величины.

Изменение № 1 ГОСТ 24445.3—80 Ангидрид фталевый технический. Метод определения содержания малеинового ангидрида

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 30.03.92 № 346

Дата введения 01.01.93

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Ангидрид фталевый технический. Метод определения малеинового ангидрида**

Phthalic anhydride for industrial use. Method for the determination of maleic anhydride».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 1677—79).**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

Вводная часть. Исключить слово: «содержания»;

последний абзац исключить.

Стандарт дополнить словами (перед разд. 1): **«Способ 1».**

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2517—80 на ГОСТ 2517—85.

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. Общие указания

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Раздел 2. Первый абзац исключить,

второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

третий абзац изложить в новой редакции: «Ангидрид малеиновый по ТУ 6—09—5396—88, раствор сравнения массовой концентрации 0,5 мг/см^3»;

пятый абзац. Заменить слова: «ч. д. а., 20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

шестой абзац. Заменить слова: «ч. д. а., 1 н раствор» на «раствор молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Азот или любой инертный газ с объемной долей кислорода не более 1 %.

Пирогаллол А по ТУ 6—09—5319—86, раствор с массовой долей 20 % в растворе гидроокиси натрия с массовой долей 50 %»;

девятый абзац. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %, не содержащий карбонатов; готовят по ГОСТ 4517—87»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «каломельный электрод» на «каломельный или хлорсеребряный электрод»;

четырнадцатый абзац. Исключить слово: «термостатированный»;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,7500 мг.

Колбы 1 (2, 3, 4)—50—2 и 1 (2, 3, 4)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры 1 (2, 3, 4)—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2 (3)—1—25, 4 (5)—1—1 (2), 5 (6)—1—5 по ГОСТ 20292—74.

Воронка ВД-1 (2)—100 ХС по ГОСТ 25336—82»

Раздел 3. Первый абзац. Заменить слова: «2 г фталевого ангидрида взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г» на «2,0000 г фталевого ангидрида взвешивают»;

пятый абзац после слова «каломельный» дополнить словами: «или хлорсеребряный»; исключить слова: «Термостат устанавливают на температуру (20± ±1) °С».

Раздел 4. Последний абзац после слова «результатов» изложить в новой редакции: «двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$».

Стандарт дополнить способом — 2:

(Продолжение см. с. 168)

«Способ 2

ИСО 1389/VII—77 «Ангидрид фталевый технический. Методы испытаний. Часть VII. Полярографический метод определения содержания малеинового ангидрида»

Метод следует применять вместе с ГОСТ 24445.0—92.

1. Сущность метода

Растворение анализируемой пробы в ацетоне. Удаление присутствующего в растворе 1,4-нафтохинона экстракцией бензолом. Полярографический анализ водного раствора.

2. Реактивы

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

2.1. Ацетон.

2.2. Бензол.

2.3. Азот, не содержащий кислород.

2.4. Кислота соляная, раствор молярной концентрации около 0,2 моль/дм^3 (около 0,2 н.).

2.5. Ангидрид малеиновый, раствор в ацетоне массовой концентрации 0,200 г/дм^3.

0,0200 г малеинового ангидрида ($C_4H_2O_3$) взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в ацетоне (п. 2.1) в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки тем же самым ацетоном и перемешивают, 1 см^3 этого раствора содержит 0,200 мг малеинового ангидрида.

2.6. Ангидрид малеиновый, раствор в ацетоне массовой концентрации 0,020 г/дм^3.

10,0 см^3 раствора малеинового ангидрида в ацетоне (п. 2.5) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки ацетоном (*п. 2.1*) и перемешивают. 1 см^3 этого раствора содержит 0,020 мг малеинового ангидрида.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

3. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и

3.1. Полярограф.

3.2. Воронка делительная вместимостью 300 см^3.

4. Проведение анализа

4.1. Построение градуировочного графика

4.1.1. *Приготовление растворов сравнения*

В семь химических стаканов вместимостью 100 см^3 каждый помещают объемы раствора малеинового ангидрида (*п. 2.5*), указанные в табл. 1.

Таблица 1

Объем раствора малеинового ангидрида (п. 2.5), см^3	Соответствующая масса малеинового ангидрида, мг
3,0	0,600
5,0	1,000
7,0	1,400
10,0	2,000
12,0	2,400
15,0	3,000
20,0	4,000

(Продолжение см. с. 169)

В пять химических стаканов вместимостью 100 см³ каждый помещают объемы раствора малеинового ангидрида (п. 2.6), указанные в табл. 2.

Таблица 2

Объем раствора малеинового ангидрида (п. 2.6), см³	Соответствующая масса малеинового ангидрида, мг
1,0	0,020
2,0	0,040
5,0	0,100
10,0	0,200
20,0	0,400

Содержимое каждого из двенадцати химических стаканов обрабатывают следующим образом: разбавляют ацетоном (п. 2.1) до объема около 20 см³, прибавляют 50 см³ раствора соляной кислоты (п. 2.4) и выпаривают на кипящей водяной бане до объема около 25 см³.

После охлаждения фильтруют через фильтровальную бумагу и промывают около 20 см³ воды, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

4.1.2. *Полярографическое определение*

Раствор переносят в полярографическую ячейку и медленно пропускают азот (п. 2.3) в течение 10—15 мин для удаления кислорода. Снимают полярограмму каждого раствора сравнения (п. 4.1.1) при потенциалах от —0,4 до —0,8 В. Для каждого раствора сравнения находят среднее значение диффузионного тока.

4.1.3. *Построение графика*

Строят график, откладывая, например, по оси абсцисс массу малеинового ангидрида в миллиграммах, содержащуюся в 100 см³ растворов сравнения (п. 4.1.1), и по оси ординат — соответствующие средние значения диффузионного тока.

4.2. Определение

4.2.1. *Навеска*

Около 0,5 г анализируемой пробы взвешивают с точностью до 0,001 г в конической колбе вместимостью 200 см³.

(Продолжение см. с. 170)

4.2 2. *Приготовление анализируемого раствора*

В коническую колбу с навеской (п. 4.2.1) прибавляют 20 см³ ацетона (п. 2.1). После растворения навески прибавляют 50 см³ раствора соляной кислоты (п. 2.4) и выпаривают на кипящей водяной бане до объема около 25 см³.

После охлаждения фильтруют через фильтровальную бумагу и промывают около 20 см³ воды. Фильтрат и промывные воды количественно переносят в делительную воронку (п. 3.2) и дважды экстрагируют порциями бензола (п. 2.2) по 25 см³ для удаления 1,4- нафтохинона. Водный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

4.2.3. *Полярографическое определение*

Снимают полярограмму анализируемого раствора, как описано в п. 4.1.2.

Примечание. Температура и скорость падения капель ртути должны быть такими же, как при построении градуировочного графика.

5. Обработка результатов

С помощью градуировочного графика (п. 4.1.3) определяют массу малеинового ангидрида в миллиграммах, соответствующую среднему значению диффузионного тока для анализируемого раствора.

Массовую долю малеинового ангидрида ($C_4H_2O_3$) *(B)* в процентах вычисляют по формуле

$$B = \frac{100m_1}{1000m_0} = \frac{m_1}{10m_0},$$

где m_0 — масса навески (п. 4.2.1), г;

m_1 — масса малеинового ангидрида, найденная в анализируемом растворе (п. 4.2.2), мг».

(ИУС № 7 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru