

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения содержания
малеинового ангидрида

Phthalic 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 шупа или шупа 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 см³.

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.



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

Пирогаллол А по ГОСТ 6408--75, 20%-ный раствор в 50%-ном растворе гидроксида 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 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$. 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

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

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/см³»;

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 с (HCl) = 1 моль/дм³ (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 гидроксида 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 $\pm 0,7500$ 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 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ ».

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. Полярнографический 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. Полярнографический 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/дм³ (около 0,2 н.).

2.5. Ангидрид малеиновый, раствор в ацетоне массовой концентрации 0,200 г/дм³.

0,0200 г малеинового ангидрида (C₄H₂O₃) взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в ацетоне (п. 2.1) в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки тем же самым ацетоном и перемешивают, 1 см³ этого раствора содержит 0,200 мг малеинового ангидрида.

2.6. Ангидрид малеиновый, раствор в ацетоне массовой концентрации 0,020 г/дм³.

10,0 см³ раствора малеинового ангидрида в ацетоне (п. 2.5) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки ацетоном (п. 2.1) и перемешивают. 1 см³ этого раствора содержит 0,020 мг малеинового ангидрида.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

3. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и

3.1. Полярнограф.

3.2. Воронка делительная вместимостью 300 см³.

4. Проведение анализа

4.1. Построение градуировочного графика

4.1.1. *Приготовление растворов сравнения*

В семь химических стаканов вместимостью 100 см³ 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 малинового ангидрида (п. 2.6), указанные в табл. 2.

Таблица 2

Объем раствора малинового ангидрида (п. 2.6), см ³	Соответствующая масса малинового 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 малинового 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 ковической 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 маленного ангидрида в миллиграммах, соответствующую среднему значению диффузионного тока для анализируемого раствора.

Массовую долю маленного 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 маленного ангидрида, найденная в анализируемом растворе (п. 4.2.2), мг.

(ИУС № 7 1992 г.)