ГОСТ Р ИСО 1390/VI—93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АНГИДРИД МАЛЕИНОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ. ЧАСТЬ VI.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ 2,2 -БИПИРИДИЛА

Издание официальное

БЗ 10—93/634

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

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

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23.09.93 № 215

3 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения аутентичного текста международного стандарта ИСО 1390/VI—77 «Ангидрид малеиновый технический. Методы испытаний. Часть VI. Фотометрический метод определения железа с применением 2,2′-бипиридила»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АНГИДРИД МАЛЕИНОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы испытаний. Часть VI.

Фотометрический метод определения железа с применением 2,2′-бипиридила

Maleic anhydride for industrial use. Methods of test. Part VI. Determination of iron content 2,2′-bipyridyl photometric method

Дата введения 1995-01-01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа с применением 2,2′-бипиридила в техническом малеиновом ангидриде.

Стандарт применяют совместно с ГОСТ Р ИСО 1390/I.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 1390/I—93 Ангидрид малеиновый технический. Методы испытаний. Часть I. Общие положения

ГОСТ Р ИСО 1390/V—93 Ангидрид малеиновый технический. Методы испытаний. Часть V. Метод определения золы

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в растворении в горячей соляной кислоте остатка, полученного при определении золы в испытуемой пробе (ГОСТ Р ИСО 1390/V), восстановлении хлоридом гидроксиламина трехвалентного железа, содержащегося в полученном раст-

Издание официальное

воре, образовании окрашенного комплекса железа (II) с 2,2′-бипиридилом в буферном растворе и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны около 510 нм.

4 РЕАКТИВЫ

При проведении испытаний применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Кислота соляная плотностью 1,19 г/см^3, раствор с массовой долей 38% или раствор 12 моль/дм^3.

4.2 Кислота азотная, раствор около 4 моль/дм^3.

4.3 Мочевина (NH_2—CO—NH_2), раствор; готовят растворением 100 г мочевины в 100 см^3 воды.

4.4 Гидроксиламин хлорид ($NH_2OH \cdot HCl$), раствор 100 г/дм^3.

4.5 Аммоний ацетат ($CH_3COO\,NH_4$), раствор 500 г/дм^3.

4.6 2,2′-бипиридил, солянокислый раствор; готовят растворением 0,5 г 2,2′-бипиридила в 100 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3.

4.7 Раствор, содержащий 0,100 г Fe в 1 дм^3; готовят: 0,7022 г 6-водного сульфата аммония железа (II) [(NH_4) Fe $SO_4 \cdot 6H_2O$] взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты около 3 моль/дм^3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 см^3 этого раствора содержит 0,100 мг Fe.

4.8 Раствор, содержащий 0,010 г Fe в 1 дм^3; готовят: 100 см^3 раствора, содержащего железо (4.7), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

1 см^3 этого раствора содержит 10 мкг Fe.

Этот раствор готовят непосредственно перед применением.

5 АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и указанная в 5.1—5.3.

5.1 Спектрофотометр или

5.2 Фотоэлектроколориметр, снабженный светофильтром с максимальным пропусканием 500—520 нм.

5.3 Мешалка из платиновой проволоки.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1 Приготовление раствора сравнения и построение градуировочного графика

6.1.1 *Приготовление растворов сравнения*

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая помещают объемы раствора, содержащего железо (4.8), указанные в таблице.

Объемы раствора, содержащего железо (4.8), см³	Масса железа в 100 см³ растворов 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.

6.1.2 Приготовление окрашенных растворов

Содержимое каждой мерной колбы обрабатывают следующим образом: прибавляют 20 см³ раствора азотной кислоты, 2 см³ раствора хлорида гидроксиламина, перемешивают и выдерживают в течение 2 мин. Затем добавляют 30 см³ раствора ацетата аммония и 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

6.1.3 Фотометрическое измерение

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

6.1.4 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят, откладывая, например, на оси абсцисс массу железа Fe в микрограммах, содержащуюся в 100 см³ раствора сравнения (6.1.1), и на оси ординат—соответствующие им значения оптической плотности.

6.2 Проведение определения

6.2.1 *Приготовление испытуемого раствора*

В платиновую или кварцевую чашку, содержащую остаток после определения золы (ГОСТ Р ИСО 1390/V), добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты. Чашку нагревают на кипящей водяной бане при перемешивании платиновой мешалкой до полного растворения остатка, дают охладиться и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

6.2.2 *Приготовление окрашенного раствора*

Полученный раствор далее обрабатывают, как описано в 6.1.2, не прибавляя 20 см^3 раствора азотной кислоты.

6.2.3. *Измерение оптической плотности*

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют, как описано в 6.1.3, после установки прибора на нулевую оптическую плотность по отношению к воде.

Примечание — Допускается содержание железа определять, сравнивая визуально испытуемый раствор, приготовленный в соответствии с 6.2.1 и 6.2.2., с раствором сравнения, приготовленным в тех же условиях.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют массу железа в микрограммах, соответствующую оптической плотности испытуемого раствора.

Массовую концентрацию железа X в миллиграммах Fe на килограмм вычисляют по формуле

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

где m_0 — масса навески малеинового ангидрида, взятая для определения золы по ГОСТ Р ИСО 1390/VI, г;

m_1 — масса железа, найденная в испытуемом растворе, мкг.

УДК 661.73:547.584:543.06:006.354 Л29

Ключевые слова: ангидрид малеиновый, методы испытаний, фотометрическое определение железа, 2,2′-бипиридил

ОКСТУ 2409

Редактор **Р. С. Федорова**
Технический редактор **О. Н. Никитина**
Корректор **А. С. Черноусова**

Сдано в наб 24.12.93. Подп. в печ 14.02 94 Усл. п л. 0,47. Усл кр.-отт. 0,47.
Уч -изд. л 0,30. Тир 265 экз С 1032.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 577