



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 24445.10—92

(ИСО 1389/11—77)

Издание официальное

24 руб. БЗ 2—92/197

ГОССТАНДАРТ РОССИИ

Москва

**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 гидросиламина трехвалентного железа, содержащегося в полученном растворе. Образование окрашенного комплекса железа (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/см<sup>3</sup>, раствор с массовой долей основного вещества 38 % или раствор молярной концентрации около 12 моль/дм<sup>3</sup> (около 12 н.).

3.2. Кислота азотная, раствор молярной концентрации около 4 моль/дм<sup>3</sup> (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 ( $\text{NH}_2\text{—CO—NH}_2$ ), раствор.

Растворяют 100 г мочевины в 100 см<sup>3</sup> воды.

3.4. Гидроксиламин хлорид ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

3.5. Аммоний ацетат ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ), раствор массовой концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.

3.6. 2,2'-Бипиридил, раствор в соляной кислоте массовой концентрации 2,2'-бипиридила 5 г/дм<sup>3</sup>.

0,5 г 2,2'-бипиридила растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации около 1 моль/дм<sup>3</sup> (около 1 н.).

3.7. Железо, раствор, содержащий 0,100 г Fe в 1 дм<sup>3</sup>.

0,7022 г 6-водного сульфата аммоний железа (II)  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  взвешивают с точностью до 0,0001 г и растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации около 5 моль/дм<sup>3</sup> (около 5 н.). Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 0,100 мг Fe.

3.8. Железо, раствор, содержащий 0,010 г Fe в 1 дм<sup>3</sup>.

100 см<sup>3</sup> раствора, содержащего железо (п. 3.7), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 10 мкг Fe.

Готовят этот раствор непосредственно перед применением.

#### 4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

4.1. Спектрофотометр или

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

4.3. Мешалка из плагниновой 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 см<sup>3</sup> каждая помещают объемы раствора, содержащего железо (п. 3.8), указанные в таблице.

Содержимое каждой колбы обрабатывают следующим образом: прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (п. 3.2), 2 см<sup>3</sup> раствора мочевины (п. 3.3) и 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида гидроксиламина (п. 3.4), перемешивают и выдерживают в течение 2 мин. Затем добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора ацетата аммония (п. 3.5) и 5 см<sup>3</sup>

Объем раствора, содержащего железо (п. 3.8), см <sup>3</sup>	Масса железа в 100 см <sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. Далее обрабатывают, как описано в п. 5.1.1, не прибавляя 20 см<sup>3</sup> 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<sup>-1</sup>, вычисляют по формуле

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

где  $m_0$  — масса навески фталевого ангидрида, взятая для определения зольности (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  
Тиз. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1155