

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**

Б3 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/І.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 1390/І—93 Ангидрид малеиновый технический. Методы испытаний. Часть І. 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 гидроксилиамина трехвалентного железа, содержащегося в полученном растворе.

воре, образовании окрашенного комплекса железа (II) с 2,2'-би-пиридилом 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<sup>3</sup>, раствор с массовой долей 38% или раствор 12 моль/дм<sup>3</sup>.

4.2 Кислота азотная, раствор около 4 моль/дм<sup>3</sup>.

4.3 Мочевина (NH<sub>2</sub>—CO—NH<sub>2</sub>), раствор; готовят растворением 100 г мочевины в 100 см<sup>3</sup> воды.

4.4 Гидроксиламин хлорид (NH<sub>2</sub>OH · HCl), раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

4.5 Аммоний ацетат (CH<sub>3</sub>COO NH<sub>4</sub>), раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

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

4.7 Раствор, содержащий 0,100 г Fe в 1 дм<sup>3</sup>; готовят: 0,7022 г 6-водного сульфата аммония железа (II) [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O] взвешивают с точностью до 0,0001 г, растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты около 3 моль/дм<sup>3</sup>, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

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

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> каждая помещают объемы раствора, содержащего железо (4.8), указанные в таблице.

Объемы раствора, содержащего железо (4.8), см <sup>3</sup>	Масса железа в 100 см <sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида гидроксиламина, перемешивают и выдерживают в течение 2 мин. Затем добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора ацетата аммония и 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

6.2.2 *Приготовление окрашенного раствора*

Полученный раствор далее обрабатывают, как описано в 6.1.2, не прибавляя 20 см<sup>3</sup> 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.

П р и м е ч а н и е — 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

Л129

Ключевые слова: ангидрид малеиновый, методы испытаний, фотометрическое определение железа, 2,2'-билиридилил

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