

**ГОСТ Р ИСО 1390 /III—93**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

**АНГИДРИД МАЛЕИНОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ.  
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ**

**Часть III.**

**ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СВОБОДНОЙ КИСЛОТНОСТИ**

**Издание официальное**

**БЗ 9—93 622**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

## Предисловие

- 1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом (ТК 94)  
«Красители, текстильно-вспомогательные вещества и органи-  
ческие полупродукты»
- 2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Гос-  
стандарта России от 21.09.93 № 212
- 3 Настоящий стандарт** подготовлен на основе применения аутен-  
тичного текста международного стандарта ИСО 1390/III—77  
«Ангидрид малеиновый технический. Методы испытаний.  
Часть III. Потенциометрический метод определения свободной  
кислотности»
- 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

© Издательство стандартов, 1994

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

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

АНГИДРИД МАЛЕИНОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ.  
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

## Часть III

## Потенциометрический метод определения свободной кислотности

Maleic anhydride for industrial use. Methods of test  
Part III. Determination of free acidity  
Potentiometric method

Дата введения 1995-01-01

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения свободной кислотности в техническом малеиновом ангидриде.

Стандарт применяют совместно с ГОСТ Р ИСО 1390/I.

Метод применяют для кислот с константой диссоциации не менее чем  $10^{-3}$ .

Примечание — Фумаровая кислота и другие кислоты с константой диссоциации менее  $10^{-3}$  указанным методом не определяются.

## 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.

## 3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в потенциометрическом титровании свободной кислотности в испытуемой пробе титрованием раствором триэтиламина в безводном метилэтилкетоне (бутаноне).

## 4 РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа».

## 4.1 Ацетон

4.2 Малениновая кислота  $[(\text{CHCOOH})_2]$ .

4.3 Триэтиламин  $[(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}]$ , не содержащий первичные и вторичные амины, раствор в метилэтилкетоне ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOCH}_3$ ) (бутанон) молярной концентрации точно  $c[(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}] = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>. Предварительно титр раствора устанавливают по малениновой кислоте, применяя методику, описанную в разделе 6.

Примечание — Метилэтилкетон (бутанон) необходимого качества может быть получен обработкой безводным хлористым кальцием, декантацией и перегонкой.

## 5 АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также

5.1. Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> или с меньшей.

5.2 рН-метр, снабженный стеклянным измерительным электродом и каломельным электродом сравнения.

Насыщенный водный раствор хлористого калия в каломельном электроде может быть заменен насыщенным раствором хлористого калия в метаноле. Желательно, чтобы каломельный электрод был втулочного типа со стеклянным шлифом.

5.3 Электромагнитная мешалка.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1 Массу испытуемой пробы не более 10 г, содержащую не более 0,150 г малениновой кислоты, взвешивают с точностью до 0,01 г. Навеску переносят в сухой химический стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> и растворяют в 75 см<sup>3</sup> ацетона.

6.2 В раствор помещают стеклянный и каломельный электроды, перемешивают электромагнитной мешалкой, прикрывают стакан, чтобы уменьшить испарение, и титруют потенциометрически раствором триэтиламина из бюретки. Вблизи точки эквивалентности раствор триэтиламина прибавляют порциями по 0,02 см<sup>3</sup>, отмечая каждый раз соответствующий потенциал.

6.3 Если навеска содержит менее 0,006 г малениновой кислоты, приращения потенциала  $\Delta_1$ ,  $\Delta_0$  и  $\Delta_2$  будут соответствовать наибольшим изменениям потенциала в начале титрования. Поэтому, если израсходованный объем раствора триэтиламина меньше 0,5 см<sup>3</sup>, добавляют по крайней мере 0,010 г малениновой кислоты и повторяют определение.

## 7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Подсчитывают приращения потенциала, соответствующие прибавлению 0,02 см<sup>3</sup> раствора триэтиламина. Оставляют три наибольших приращения  $\Delta_1$ ,  $\Delta_0$  и  $\Delta_2$ , где  $\Delta_0$  — наибольшее приращение,  $\Delta_1$  — предыдущее и  $\Delta_2$  — следующее за  $\Delta_0$  приращения. Рассчитывают объем  $V_1$  в кубических сантиметрах раствора триэтиламина по формуле

$$V_1 = V_0 + \frac{0,02 \cdot (\Delta_0 - \Delta_1)}{2\Delta_0 - (\Delta_1 + \Delta_2)},$$

где  $V_0$  — объем раствора триэтиламина, добавленный для получения потенциала между  $\Delta_0$  и  $\Delta_1$ , см<sup>3</sup>.

**Примечание** — Предлагаемый расчет объема раствора триэтиламина является неточным. Однако разница между теоретическими значениями и значениями, полученными описанным способом, незначительна, так как совсем незначительный объем титранта нужно добавить для достижения точки эквивалентности. Этот метод предпочтителен из-за своей простоты.

7.2 Массовую долю свободной кислотности  $A$  в пересчете на малеиновую кислоту  $[(\text{CHCOOH})_2]$  в процентах рассчитывают по формуле

$$A = \frac{(11,6 \cdot V_1) - m_1}{m_0 \cdot 10},$$

где  $m_0$  — масса навески, г;

$m_1$  — масса добавленной малеиновой кислоты, г;

$V_1$  — объем, определяемый по п. 6.1, см<sup>3</sup>.

---

УДК 661.73:547.584:543.06:006.354

Л29

Ключевые слова: ангидрид малеиновый, методы испытаний, потенциометрический метод, свободная кислотность, малеиновая кислота, триэтиламин

ОКСТУ 2409

---

Редактор *Т. С. Шеко*  
Технический редактор *О. Н. Никитина*  
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 25.11.93. Подп. в печ. 13.01.94. Усл. п. л. 0,35. Усл. кр.-отт. 0,35.  
Уч.-изд. л. 0,27. Тир. 266 экз. С 963.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 542