



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ,
ОКИСЛЯЕМЫХ НА ХОЛОДЕ ПЕРМАНГНАТОМ
КАЛИЯ

ГОСТ 24445.9—92
(ИСО 1389/9—77)

Издание официальное



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

22 р. 20 к. 53 2—92/177

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения примесей, окисляемых
на холоде перманганатом калия

Phthalic anhydride for industrial use. Method
for determination of impurities oxidizable in
the cold by potassium permanganate

ГОСТ**24445.9—92****(ИСО 1389/9—77)**

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.93**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает йодометрический метод определения примесей, окисляемых на холоде перманганатом калия, в техническом фталевом ангидриде.

Метод является не специфичным для малеинового ангидрида, для которого следует применять полярографический метод, изложенный в ГОСТ 24445.3 (способ 2).

Стандарт следует применять вместе с ГОСТ 24445.0.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Окисление ненасыщенных органических кислот и ангидридов в анализируемой пробе избыточным количеством холодного титрованного раствора перманганата калия в присутствии серной кислоты с последующим определением йодометрически не вошедшего в реакцию перманганата калия.

3. РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа» и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

3.1. Кислота серная плотностью приблизительно $1,84 \text{ г/см}^3$, раствор с массовой долей основного вещества около 96 % или раствор молярной концентрации около 36 моль/дм³ (около 36 н.).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

3.2. Калий йодид.

3.3. Калий перманганат, раствор молярной концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.).

3.4. Натрий тиосульфат, раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.).

4. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

4.1. Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления не более 0,05 см³.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5 г анализируемой пробы взвешивают с точностью до 0,005 г, прибавляют 100 см³ воды и осторожно нагревают до полного растворения навески. Быстро охлаждают до комнатной температуры. (В данных условиях фталевый ангидрид полностью растворяется при нагревании, при охлаждении образуется осадок, но это не влияет на дальнейшее определение).

После охлаждения прибавляют 3 см³ раствора серной кислоты (п. 3.1), снова охлаждают до $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ и прибавляют 25,0 см³ раствора перманганата калия (п. 3.3). Тщательно перемешивают и оставляют стоять при $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ в течение 5 мин. Добавляют 1 г йодида калия (п. 3.2) и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия (п. 3.4) из бюретки (п. 4.1) (изменение окраски хорошо заметно и не требует добавления в качестве индикатора крахмала, за исключением тех случаев, когда раствор окрашен).

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, но без анализируемой пробы.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю окисляемых веществ в пересчете на малеиновый ангидрид ($\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$) в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{0,098 \cdot (V_0 - V_1)}{m},$$

где V_0 — объем раствора тиосульфата натрия (п. 3.4), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия (п. 3.4), израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

m — масса навески, г.

Примечание. Если концентрация применяемых титрованных растворов не соответствует требованиям, указанным в перечне реактивов, необходимо ввести соответствующие поправки.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 94 «Красители, текстильно-вспомогательные вещества и органические полупродукты»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЯСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 30.03.92 № 303
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 1389/9—77 «Ангидрид фталевый технический. Методы испытаний. Часть 9. Определение содержания примесей, окисляемых на холоде перманганатом калия. Йодометрический метод» 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
ГОСТ 24445.0—92	1
ГОСТ 24445.3—80	1

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. С. Кабакова*

Сдано в наб. 21.04.92 Подп. печ. 19.05.92 Усл. печ. л. 0,25, Усл. кр.-отт. 0,25, Уч.-изд. л. 0,18.
Тир. 374 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123597, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1154