

**АНГИДРИД МАЛЕИНОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ.
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ**

Часть III.

**ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СВОБОДНОЙ КИСЛОТНОСТИ**

Издание официальное



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 21.09.93 № 212
- 3 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения аутентичного 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 воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

**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 1390/1.

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 1390/1—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/дм³. 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 см³ с ценой деления 0,02 см³ 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 см³ и растворяют в 75 см³ 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 см³, отмечая каждый раз соответствующий потенциал.

6.3 Если навеска содержит менее 0,006 г малениновой кислоты, приращения потенциала Δ_1 , Δ_0 и Δ_2 будут соответствовать наибольшим изменениям потенциала в начале титрования. Поэтому, если израсходованный объем раствора триэтиламина меньше 0,5 см³, добавляют по крайней мере 0,010 г малениновой кислоты и повторяют определение.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Подсчитывают приращения потенциала, соответствующие прибавлению 0,02 см³ раствора триэтиламина. Оставляют три наибольших приращения Δ_1 , Δ_0 и Δ_2 , где Δ_0 — наибольшее приращение, Δ_1 — предыдущее и Δ_2 — следующее за Δ_0 приращения. Рассчитывают объем V_1 в кубических сантиметрах раствора триэтиламина по формуле

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

где V_0 — объем раствора триэтиламина, добавленный для получения потенциала между Δ_0 и Δ_1 , см³.

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, см³.

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

ОКСТУ 2409

Редактор *Т. С. Шко*
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. 0,38,
Уч.-изд. л. 0,27 Тир. 255 экз. С 963

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 107070, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6. Зак. 642