



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1165985** **A**

4(51) G 01 N 31/22, 24/77

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3663779/23-26

(22) 09.11.83

(46) 07.07.85. Бюл. № 25

(72) Л.В.Айзенберг, Н.Н.Горюнова
и А.Н.Дворников

(53) 543.062(088.8)

(56) ГОСТ 11097-73. Нитрил акри-
ловой кислоты технический.

Яцимирский К.Б. Кинетические
методы анализа. М., "Химия", 1967,
с. 10, 118, 197.

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА
В АКРИЛОВЫХ МОНОМЕРАХ по его ката-
литическому действию на реакцию окис-
ления метилового оранжевого перок-
сидом водорода с последующим фотомет-
рированием образующегося раствора, о т-
л и ч а ю щ и й с я тем, что, с
целью повышения точности анализа,
реакцию окисления проводят в присут-
ствии комплексообразователя о-фенан-
тролина при 38-42°C.

(19) **SU** (11) **1165985** **A**

Изобретение относится к аналитической химии, а именно к методам анализа железа в акриловых мономерах, например нитриле акриловой кислоты, кристаллическом акриламиде, и может быть использовано в практике химического контроля.

Цель изобретения - повышение точности анализа.

Пример 1. Определение железа в нитриле акриловой кислоты. Все растворы готовят на бидистиллированной воде и термостатируют (кроме перекиси) при 42°C в течение 15 мин.

В градуированную пробирку помещают 0,5 см³ анализируемого нитрила акриловой кислоты и разбавляют водой до 4 см³.

Затем помещают пробирку в термостат с температурой 42°C и последовательно вводят 0,3 см³ 0,1%-ного раствора о-фенантролина, 1,2 см³ 0,1%-ной азотной кислоты, 1,2 см³ 0,02%-ного раствора метилового оранжевого.

Затем прибавляют 0,5 см³ 1 н. раствора перекиси водорода и в момент прибавления последней капли включают секундомер. Доводят объем водой до 10 см³, перемешивают и измеряют оптическую плотность по отношению к воде на фотоэлектроколориметре при длине волны 520 нм через минуту, а затем через 2 мин в течение 9 мин, каждый раз наливая часть раствора из пробирки в термостате в кювету с толщиной слоя 0,5 см. Строят график изменения оптической плотности во времени и находят тангенс угла наклона прямой к оси абсцисс ($\text{tg } \alpha$).

По полученному значению с помощью градуировочного графика определяют содержание железа (мг), а затем пересчитывают на процентное содержание, учитывая удельный вес нитрила

акриловой кислоты. Для построения градуировочного графика в пробирке помещают 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 см³ раствора железа с концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ и анализируют каждый раствор в отдельности, вводя все реактивы, как при анализе пробы, и измеряют оптическую плотность в тех же условиях. Для каждого раствора находят $\text{tg } \alpha$ и строят график зависимости $\text{tg } \alpha$ от концентрации железа в мг. Обнаружено железа $8,1 \cdot 10^{-6}$ %.

Пример 2. Определение железа в кристаллическом акриламиде.

Все растворы готовят на бидистиллированной воде и предварительно (кроме перекиси) термостатируют при 38°C в течение 15 мин. Навеску 0,2 г кристаллического акриламида помещают в градуированную пробирку и растворяют в 4 см³ воды. Помещают в термостат и добавляют те же реактивы в той же последовательности и выполняют те же операции, как в примере 1.

Содержание железа в акриламиде, мг, находят по градуировочному графику и рассчитывают в процентах с учетом взятой на анализ навески. Обнаружено $2 \cdot 10^{-4}$ % железа.

Пример 3. Определение акриламида в кристаллическом акриламиде.

Все растворы готовят на бидистиллированной воде и термостатируют (кроме перекиси) при 48°C в течение 15 мин. Навеску 0,4 г анализируемого раствора акриламида помещают в градуированную пробирку и доводят объем до 4 см³ водой.

Помещают пробирку в термостат и добавляют те же реактивы в той же последовательности как в примерах 1 и 2. Ошибка определения увеличилась в несколько раз.

Составитель Г.Цой

Редактор Р.Цирика

Техред. О. Неце

Корректор Л. Бескид

Заказ 4304/38

Тираж 897

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4