УДК 661.715.7 : 543.871.3 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

Метод определения бромного числа

Benzene hydrocarbons and allied products. Method of determination of bromine value

ГОСТ 2706.11—74*

Взамен ГОСТ 2706—63 в части разд. 5

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 ноября 1974 г. № 2593 срок введения установлен

с 01.07 1975 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

до 01.07 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону 01.07.94 (Пункт 5-ФЗ)

Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда и устанавливает метод определения бромного числа.

Метод основан на взаимодействии брома с примесями, содержащимися в анализируемом продукте, с последующим определением расхода брома титрованием.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Мешалка механическая типа ММК.

Цилиндр измерительный со шлифом по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³ или колба коническая со шлифом по ГОСТ 10394—72, той же вместимости.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 5 см³.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 2 и 5 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1 дм³.

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 1 и 5 мин или секундомер.

Груша резиновая.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. и раствор 1 : 5.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74, ч. д. а.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, х. ч. или ч. д. а.

Бромид-бромат калия, 0,1 н. раствор, готовят следующим образом: в мерной колбе с небольшим количеством воды растворяют 9,9167 г бромистого калия и 2,7833 г бромноватокислого калия. Затем объем раствора доводят водой до метки и проверяют его титр точно 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч. или ч. д. а. 25%-ный раствор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (июль 1982 г.) с Изменением № 1, утвержденным в августе 1980 г. (ИУС 10—80 г.).

gost.e-ecolog.ru

Натрий серноватистокислый, ч. д. а., 0,1 н. раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5-ный раствор.

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. В цилиндр или коническую колбу помещают 10 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ анализируемого продукта и из бюретки добавляют раствор бромид-бромата калия в таком количестве, чтобы избыток его составлял от 0,2 (для бромных чисел до 0,2 г/100 см³) до 0,5 см³. Избыток раствора бромид-бромата калия устанавливают предварительно в отдельной пробе продукта. Цилиндр или колбу обертывают темной тканью или черной бумагой для защиты от действия света, закрывают пробкой, содержимое тщательно взбалтывают вручную или с помощью мешалки в течение 5 мин и оставляют в покое на 1 мин. При этом верхний углеводородный слой должен окраситься в желтый цвет. К содержимому цилиндра или колбы приливают 2 см³ раствора йодистого калия и смесь энергично встряхивают, при этом желтая окраска углеводородного слоя переходит в красно-фиолетовую. Выделившийся свободный йод в количестве, эквивалентном избыточному брому, оттитровывают 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия. При этом основной объем добавляют в один прием, а затем по 0,01 см³ до обесцвечивания раствора.

Допускается применение индикатора раствора крахмала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Бромное число (X) в граммах брома на 100 см³ продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}008 \cdot 100}{5},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора бромид-бромата калия, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

0,008 — масса брома, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора бромид-бромата калия, г;

5 — объем продукта, взятый для анализа, см³.

3.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать:

для бромного числа

до 0,12 г/100 см³	0,01 г/100 см³.
св. 0,12 до 0,2 г/100 см³	0,02 г/100 см³.
св. 0,2 до 0,6 г/100 см³	0,03 г/100 см³.

Изменение № 2 ГОСТ 2706.11—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Метод определения бромного числа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.02.87 № 200

Дата введения 01.07.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

Наименование стандарта. Заменить слово: **«Метод»** на **«Методы»**, «Method» на «Methods».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда и устанавливает титриметрический и фотометрический методы определения числа.

Методы основаны на взаимодействии брома с примесями, содержащимися в анализируемом продукте, с последующим определением его избытка титрованием либо с помощью фотоэлектроколориметра (спектрофотометра).

Методы позволяют определять бромные числа от 0,01 до 0,5 г брома на 100 см³ продукта».

Раздел 1. Второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

шестой абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10576—74»;

девятый, десятый абзацы исключить;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции. «Калий бромноватокислый (калий бромид-бромат), растворы концентраций c ($^1/_6$ $KBrO_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и c ($^1/_6$ $KBrO_3$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор массовой концентрации 0,25 г/см³»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 5-водный, по ГОСТ 27068—86, ч. д. а., раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

последний абзац. Заменить слова: «0,5-ный раствор» на «раствор массовой концентрации 0,005 г/см³»;

дополнить абзацами: «Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или спектрофотометр СФ-18 или аналогичные приборы, позволяющие проводить измерения при длине волны 410—420 нм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными характеристиками.

Допускается для титрования использовать автоматический титратор типа «Титрипоз» или аналогичный».

Пункт 2.1 перед словами «В цилиндр» дополнить словами: «Титриметрический метод». после слов «бромид-бромата калия» дополнить словами: «концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)» (2 раза); исключить значение: 0,1 н.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Фотометрический метод (для бензола и толуола)

(Продолжение см. с. 132)

Анализ проводят с двумя одинаковыми объемами анализируемого продукта, добавляя разные объемы раствора бромид-бромата калия концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 н.). Для этого в цилиндр или колбу помещают 10 см³ раствора серной кислоты, добавляют 5 см³ продукта. Затем туда же добавляют раствор бромид-бромата калия, объем которого в зависимости от предполагаемого бромного числа приведен в таблице.

Бромное число г/100 см³	Объем раствора бромид-бромата калия, см³
0,01—0,03	0,2—0,5
0,04—0,06	0,6—1,0
0,07—0,09	1,1—1,5
0,1—0,15	1,6—2,0
0,15—0,5	2,0—3,0

Цилиндр или колбу обертывают темной тканью или черной бумагой для защиты от действия света, закрывают пробкой, содержимое тщательно взбалтывают 5 мин и оставляют в покое на 1 мин. После этого верхний слой сливают в кювету, накрывают крышкой и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр № 3, или на спектрофотометре при длине волны 415 нм. Измерения проводят в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения чистый бензол или толуол. Аналогичные операции проводят с другой порцией продукта, при этом объем раствора бромид-бромата калия должен быть на 0,2—0,4 см³ больше, чем для первой порции».

Пункт 3.1. Первый абзац после слова «продукта» дополнить словами: «определяемое титриметрическим методом»;

формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора бромид-бромата калия» на «раствора бромид-бромата калия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)» (2 раза); «точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия» на «раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)».

Пункт 3.2 исключить.

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.3, 3.4:

«3.3. Бромное число (X) в граммах брома на 100 см³ продукта, определяемое фотометрическим методом, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_x \cdot 0{,}004 \cdot 100}{5},$$

где V_x — объем раствора бромид-бромата калия концентрации точно 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), пошедший на бромирование непредельных соединений и вычисляемый по формуле

(Продолжение см. с. 133)

$$V_x - V_2 - \frac{V_2 - V_1}{D_1 - D} D,$$

где V_2 и V_1 — объемы раствора бромид-бромата калия, взятые для анализа, см³;

D и D_1 — оптические плотности растворов брома, не вступившего в реакцию бромирования.

3.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать (при доверительной вероятности $P=0,95$):

(Продолжение см. с. 134)

для бромного числа
от 0,01 до 0,05 г/100 см³ . . . . . 0,005 г/100 см³
св. 0,05 до 0,15 г/100 см³ . . . . . 0,01 г/100 см³
св. 0,15 г/100 см³ . . . . . 0,03 г/100 см³».

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru