УДК 661.715.7 : 543.06 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

Методы определения окраски серной кислоты

Benzene hydrocarbons and allied products. Methods of determination of sulphuric acid colour

ГОСТ 2706.3—74*

Взамен ГОСТ 2706—63 в части разд. 4

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 ноября 1974 г. № 2591 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 (ИУС 5-87)

Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда и устанавливает методы определения окраски серной кислоты.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

1. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Метод основан на фотоколориметрическом определении оптической плотности серной кислоты после контакта ее с анализируемым продуктом и последующем определении окраски серной кислоты по градуировочному графику.

Метод позволяет определить значение окраски серной кислоты в интервале 0,02—2,0 номеров образцовой шкалы, с точностью до 0,01.

1.2. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 с синим светофильтром или любой другой марки с аналогичным светофильтром ($\lambda = 440 \pm \pm 10$ нм).

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 50 см³ (применение смазки недопустимо).

Пипетки стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 5, 10, 20 и 25 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 200 см³.

Цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1000 см³.

Колбы конические с пришлифованными пробками по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 и 1000 см³ (применение смазки недопустимо).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. и раствор плотностью 1,395 г/см³, готовят следующим образом: 400 см³ серной кислоты небольшими порциями растворяют в 600 см³ воды. Перед прибавлением последней порции кислоты проверяют плотность охлажденного до 20°С раствора и уточняют недостающее количество кислоты.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения двухромовокислого калия в растворе серной кислоты согласно табл. 1.

Таблица 1

Концентрация двухромовокислого калия в растворе сравнения, г/дм³ (номер образцовой шкалы)	Масса навески двухромовокислого калия, г	Общий объем раствора, см³
5,0	1,0	200
4,0	0,8	200
3,0	0,6	200
2,0	0,4	200
1,0	0,2	200

Взвешивание навесок двухромовокислого калия производят с погрешностью не более 0,0002 г.

Растворы сравнения с меньшим содержанием двухромовокислого калия готовят разбавлением до 100 см³ соответствующих объемов растворов сравнения табл. 1 раствором серной кислоты согласно табл. 2.

Таблица 2

Концентрация двухромовокислого калия в растворе сравнения, г/дм³ (номер образцовой шкалы)	Раствор сравнения по табл. 1	Объем раствора сравнения табл. 1, взятый для разбавления, см³
0,6	3,0	20
0,5	2,0	25
0,4	2,0	20
0,3	3,0	10
0,2	2,0	10
0,15	3,0	5
0,1	1,0	10
0,05	1,0	5

Оптические плотности растворов сравнения с концентрацией двухромовокислого калия 0,05—2,0 г/дм³ измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм. В качестве контрольного раствора применяют раствор серной кислоты.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс номера образцовой шкалы, а на оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей.

Градуировочный график проверяют при замене отдельных частей в приборе или его ремонте.

Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Проведение анализа

10 см³ анализируемого продукта энергично взбалтывают с 10 см³ серной кислоты в делительной воронке или колбе в течение 5 мин, после чего оставляют смесь в покое на 10 мин для разделения компонентов. Нижний кислотный слой сливают из воронки или отбирают пипеткой из колбы в кювету и сразу измеряют оптическую плотность при условиях построения градуировочного графика, применяя в качестве контрольного раствора концентрированную серную кислоту. По градуировочному графику находят соответствующий номер образцовой шкалы, определяющий величину окраски серной кислоты анализируемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. МЕТОД СРАВНЕНИЯ С ОБРАЗЦОВОЙ ШКАЛОЙ

2.1. Метод основан на сравнении окраски серной кислоты после ее контакта с анализируемым продуктом с номерами образцовой шкалы. Метод позволяет определять значение окраски серной кислоты в интервале 0,2—1,0 номеров образцовой шкалы с точностью до 0,05, свыше 1,0 до 5,0 — с точностью до 0,5.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Приборы, посуда, реактивы и растворы

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 2 и 5 мин или секундомер.

Пробирки по ГОСТ 10515—75, исполнения П1, диаметром 16 мм или исполнения П2, диаметром 16 и 19 мм и пробирки аналогичных размеров с пришлифованными пробками с нанесенными двумя метками от дна пробирки по 5 $см^3$ каждая. Пробирки указанных размеров допускается изготовлять из стеклянного дрота.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. и раствор плотностью 1,395 $г/см^3$, готовят по п. 1.2.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, дважды перегнанная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Приготовление образцовой шкалы

Растворы сравнения с концентрацией двухромовокислого калия от 0,2 до 5,0 $г/дм^3$ (номера образцовой шкалы) готовят по п. 1.3, наливают в пробирки и запаивают.

Срок хранения образцовой шкалы — 3 года.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Проведение анализа

В пробирку с пришлифованной пробкой наливают по 5 $см^3$ серной кислоты и анализируемого продукта. Содержимое пробирки энергично взбалтывают в течение 5 мин и после отстаивания в течение 2 мин сравнивают цвет сернокислотного слоя в пробирке с цветом растворов образцовой шкалы в проходящем и отраженном свете.

Соответствующий номер пробирки образцовой шкалы принимают за окраску серной кислоты.

Оттенки цвета кислоты во внимание не принимают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 2706.3—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Методы определения окраски серной кислоты

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.02.87 № 198

Дата введения 01.07.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

Пункт 1.2. Заменить ссылки: ГОСТ 8613—75, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

седьмой абзац. Заменить слова: «уточняют недостающее количество кислоты» на «добавляют кислоту до требуемой плотности»;

дополнить абзацем: «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».

(Продолжение см. с. 126)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2706.3—74)

Пункт 1.3. Заменить слова: «Взвешивание навесок двухромовокислого калия производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака»;

третий абзац. Заменить слова: «меньшим содержанием» на «меньшей концентрацией».

Пункт 2.2. Заменить ссылку и слова. ГОСТ 10515—75 на ГОСТ 25336—82; «исполнения П1» на «типа П1»; «исполнения П2» на «типа П2»; исключить ссылку: «по ГОСТ 10576—74».

Пункт 2.3. Последний абзац. Заменить значение: 3 на 5.

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru