Вне сум № 2 (изм 5-97) во все часы

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 2706.1-74—ГОСТ 2706.13-74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.715.7 : 543.06 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

Метод определения содержания сероуглерода в бензоле

Benzene hydrocarbons and allied products.
Methods of determination of carbon sulphide in benzene

ГОСТ 2706.4—74*

Взамен ГОСТ 2706—63 и части разд. 7

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 5-94)

Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда и устанавливает метод определения содержания сероуглерода в бензоле.

Метод основан на взаимодействии сероуглерода, содержащегося в бензоле, с диэтиламином и уксуснокислой медью с образованием растворимой в толуоле желто-коричневой или светло-желтой соли диэтилдитиокарбамината меди, с последующим измерением оптической плотности раствора и определением содержания сероуглерода по градуировочному графику.

Метод позволяет определять массовую долю сероуглерода в пределах 0,00002—0,001%.

При большем содержании сероуглерода пробу бензола соответственно разбавляют толуолом.

1. 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).

Колонка ректификационная лабораторная, разделительной способностью, эквивалентной примерно 20—25 теоретическим тарелкам.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

Цилиндры измерительные с носиком по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 100 см³.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 10 см³.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5 и 50 см³.

Колбы мерные с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 500 см³.

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 500 см³.

Колбы конические с пришлифованной пробкой по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 и 100 см³.

Медь уксуснокислая по ГОСТ 5852—79, тонко растертый порошок.

Диэтиламин, свежеперегнанный.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Сероуглерод синтетический технический по ГОСТ 19213—73 или сероуглерод, приготовленный из технического каменноугольного сероуглерода (ГОСТ 445—75) по п. 2.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 15 20%-ный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77.

Реактив смешанный, готовят следующим образом: 0,05 г уксуснокислой меди взвешивают на часовом стекле с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в мерную колбу, вместимостью 500 см³. Затем в колбу приливают 7,5 см³ диэтиламина и доводят объем колбы толуолом до метки.

Реактивом можно пользоваться через сутки после приготовления. Реактив годен для использования в течение одного месяца, хранят его в темном месте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление чистого сероуглерода

Чистый сероуглерод может быть приготовлен из технического каменноугольного сероуглерода следующим образом: технический сероуглерод дважды промывают серной кислотой в делительной воронке из расчета 10—20% серной кислоты для каждой промывки от объема взятого сероуглерода. После 20—30 мин отстаивания кислотный слой сливают, а сероуглерод промывают дистиллированной водой, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия и снова

промывают водой до нейтральной реакции, которую определяют по фенолфталеину. После этого продукт сушат хлористым кальцием.

Высушенный продукт подвергают ректификации и отбирают сероуглерод с температурой кипения 46,3°С. Отгонку сероуглерода на колонке производят с помощью электронагрева с соблюдением правил по технике безопасности для легкокипящих и пожароопасных химических продуктов. Полученный сероуглерод хранят под водой и перед применением сушат хлористым кальцием.

2.2. Построение градуировочных графиков

2.2.1. Для построения градуировочных графиков 1 и 2 готовят два исходных раствора сероуглерода в толуоле.

Исходный раствор I с массовой долей сероуглерода около 0,05% готовят следующим образом: в предварительно взвешенную мерную или коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают около 50 см³ толуола и взвешивают. Затем в эту же колбу добавляют примерно 50 мг (несколько капель) сероуглерода, взвешивают, доводят объем раствора толуолом до метки в мерной колбе или до 100 см³ в конической колбе при помощи цилиндра и снова взвешивают. Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г. Рассчитывают полученную концентрацию сероуглерода

Исходный раствор II с массовой долей сероуглерода около 0,005% готовят разбавлением 10 см³ исходного раствора I, отмеренного бюреткой до 100 см³ толуолом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Градуировочный график I предназначен для определения массовой доли сероуглерода от 0,0001 до 0,001%.

В девять мерных или конических колб вместимостью 50 см³ наливают из бюреток толуол и исходный раствор II в объемах, указанных в табл. 1.

В десятую контрольную колбу наливают только 20 см³ толуола.

Таблица 1

Номер колбы	Объем толуола, см³	Объем исходного раствора II, см³	Массовая доля сероуглерода в растворах сравнения, %
1	19,6	0,4	0,0001
2	19,2	0,8	0,0002
3	18,8	1,2	0,0003
4	18,4	1,6	0,0004
5	17,6	2,4	0,0006
6	17,2	2,8	0,0007
7	16,8	3,2	0,0008
8	16,4	3,6	0,0009
9	16,0	4,0	0,001
10	20,0	—	—

Во все колбы (включая контрольную) пипеткой приливают по 2 см³ смешанного реактива, взбалтывают содержимое колб в течение 1 мин и оставляют стоять на 15 мин.

Оптические плотности растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график 1, откладывая по оси абсцисс массовую долю сероуглерода в процентах, а по оси ординат - соответствующие величины оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Градуировочный график 2 предназначен для определения массовой доли сероуглерода от 0,00002 до 0,0001%.

В девять мерных или конических колб вместимостью 100 см³ наливают из бюреток толуол и исходный раствор II в объемах, указанных в табл 2.

В десятую контрольную колбу наливают только 50 см³ толуола.

Таблица 2

Номер колбы	Объем толуола, см³	Объем исходного раствора II, см³	Массовая доля сероуглерода в растворах сравнения, %
1	49,8	0,2	0,00002
2	49,7	0,3	0,00003
3	49,6	0,4	0,00004
4	49,5	0,5	0,00005
5	49,4	0,6	0,00006
6	49,3	0,7	0,00007
7	49,2	0,8	0,00008
8	49,1	0,9	0,00009
9	49,0	1,0	0,0001
10	50,0	—	—

Примечание. В табл. 1 и 2 приведены концентрации сероуглерода в растворах сравнения при его содержании в исходном растворе II точно 0,005%.

Далее поступают так же, как и при построении градуировочного графика 1, только при измерении оптических плотностей пользуются кюветами с расстоянием между рабочими гранями 50 мм.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 50 или 100 см³ в зависимости от содержания в анализируемом продукте сероуглерода наливают соответственно 20 или 50 см³ бензола и добавляют пипеткой 2 см³ смешанного реактива.

Содержимое колбы взбалтывают в течение 1 мин и после 15 мин отстаивания измеряют оптическую плотность в тех же условиях, при которых строились градуировочные графики 1 или 2, применяя для сравнения одновременно приготовленный контрольный раствор.

3.2. По полученному значению оптической плотности определяют процентное содержание сероуглерода в анализируемом бензоле, пользуясь градуировочным графиком 1 или 2.

Если значение оптической плотности составляет менее 0,01, считают, что сероуглерод в бензоле отсутствует.

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

при массовой доле сероуглерода от 0,0001% и менее — 20% относительно среднего результата;

при массовой доле сероуглерода более 0,0001% — 10% относительно среднего результата.

Изменение № 2 ГОСТ 2706.4—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Метод определения содержания сероуглерода в бензоле

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.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «содержания»;

второй абзац. Заменить слова: «содержания» на «массовой доли»;

последний абзац. Заменить слова: «большем содержании» на «большей массовой доле».

(Продолжение см. с. 126)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2706.4—74)

Раздел 1. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10576—74»; заменить ссылки: ГОСТ 8613—75, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «15—20%-ный раствор» на «раствор массовой концентрации 0,15—0,2 г/см³»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «0,1%-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор массовой концентрации 0,001 г/см³»,

восемнадцатый абзац после слова «взвешивают» дополнить словами: «(результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»; исключить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г»; заменить слово: «колбы» на «раствора»;

дополнить абзацем: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ

(Продолжение см. с. 127)

24104—80 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными характеристиками»

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 2.2.3. Таблица. Примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Для приготовления растворов сравнения по табл. 1 и 2 массовая доля сероуглерода в исходном растворе II должна быть точно 0,005 %».

Пункт 3.2. Заменить слова: «процентное содержание» на «массовую долю».

(Продолжение см. с. 128)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2706.4—74)

Пункт 3.3. Первый абзац после слова «арифметическое» дополнить словом: «результатов»; дополнить словами: «(при доверительной вероятности $P=0,95$)»;

второй абзац. Исключить слово: «от».

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru