ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57820— 2017

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Метод определения кислотности и щелочности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией «Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП КИЦ СНГ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2017 г. № 1485-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д2989—01 (2016) «Стандартный метод определения кислотности и щелочности галогенсодержащих органических растворителей и их смесей» (ASTM D2989—01 (2016) «Standard test method for acidity-alkalinity of halogenated organic solvents and their admixtures», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Метод определения кислотности и щелочности

Halogenated organic solvents and their admixtures. Test method for determination of acidity and alkalinity

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотности в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях. Щелочность может быть определена по АСТМ Д2106, подставляя конечную точку, измеренную при pH 7 с помощью бромтимолового синего или pH-метра.

1.2 Значения, записанные в единицах системы СИ, считают стандартными. Никакие другие единицы измерений не включены в стандарт.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов безопасности, связанных с использованием данных методов испытаний. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение правил безопасности и охраны здоровья (персонала), а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ASTM D2106, Test methods for determination of amine acid acceptance (alkalinity) of halogenated organic solvents [Метод определения кислотности (щелочности) галогенсодержащих органических растворителей]

ASTM D2110, Test methods for pH of water extractions of halogenated organic solvents (Метод определения pH экстрагированной воды галогенсодержащих органических растворителей и их смесей)

3 Сущность метода

3.1 Измеряют pH образцов галогенсодержащих растворителей или их смесей по АСТМ Д2110. Если pH выше 7,0, щелочность определяется с использованием методов испытаний по АСТМ Д2106 (до конечной точки pH 7). Если pH ниже 7,0, содержание свободной кислоты галогенсодержащих органических растворителей или их смесей определяют после экстракции воды с помощью метода А, или могут быть определены непосредственно с помощью метода В.

3.1.1 Метод *А*, с использованием стеклянных электродов pH-метра.

3.1.2 Метод *В*, безводное титрование метанольным оксидом натрия.

4 Назначение и применение

4.1 Данный метод испытаний может быть использован при разработке производства и требований к поставляемой продукции. Он также может быть использован для определения состояния растворителей при их использовании.

Издание официальное

5 Аппаратура и посуда

5.1 Делительная воронка вместимостью 250 $см^3$.
5.2 Градуированный цилиндр вместимостью 100 $см^3$.
5.3 Пипетки вместимостью 1, 10, 25 и 50 $см^3$.
5.4 Мерный стакан вместимостью 100 $см^3$.
5.5 Боросиликатный или нержавеющий стакан вместимостью 2 $дм^3$.
5.6 Колба Эрленмейера вместимостью 100 $см^3$.
5.7 pH-метр с электродами.
5.8 Бюретка вместимостью 10 $см^3$.
5.9 Мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ и 1 $дм^3$.
5.10 Микробюретка вместимостью 5 $см^3$ или шприц вместимостью 100 $мм^3$.

6 Реактивы

6.1 Степень чистоты реактивов

При проведении испытаний следует использовать реактивы степени квалификации х.ч. Если не указано иное, предполагается, что все реактивы должны соответствовать техническим условиям Комитета аналитических реактивов Американского химического общества. Иная степень чистоты может быть использована при условии, если установлено, что реактив обладает достаточно высокой степенью чистоты при его использовании без уменьшения точности определения.

6.2 Вода. Подготавливают нейтральную, дистиллированную или деионизированную воду следующим образом: кипятят 1 л дистиллированной или деионизированной воды в течение 5 мин в боросиликатном стекле или нержавеющем стакане, затем накрывают и охлаждают до комнатной температуры. Титруют до pH от 7,0 до 7,3 либо с раствором гидроксида натрия NaOH молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$, либо с соляной кислотой HCl молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$, в зависимости от того, выше или ниже 7 исходный уровень pH.

6.3 Бромтимоловый синий индикатор, 0,1 %-ный раствор. Индикаторный раствор может быть приобретен или получен в лаборатории следующим образом: Растворяют 0,1 г дибромтимолсульфофталеина в 1,6 $см^3$ раствора NaOH молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ и разбавляют в 100 $см^3$ метанола.

6.4 Раствор гидроксида натрия, молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ для метода А. Растворяют 4 г гидроксида натрия в кипяченой нейтральной дистиллированной или деионизированной воде и доводят до 1000 $см^3$. Готовят раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ путем разбавления 10,0 $см^3$ гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до 100 $см^3$ кипяченой, нейтральной, дистиллированной или деионизированной водой в градуированной мерной колбе. Стандартизируют этот раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ любой принятой процедурой для определения требуемой нормальности. Этот реагент также доступен у большинства поставщиков. Защищают раствор от поглощения углекислого газа из атмосферы и стандартизируют еженедельно.

6.5 Метанольный раствор гидроксида натрия, молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ для метода В. Растворяют 4 г гидроксида натрия особой степени чистоты в безводном метаноле и разбавляют до 1000 $см^3$ безводным метанолом. Готовят метанольный раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ путем разбавления 10,0 $см^3$ раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до 100 $см^3$ безводным метанолом в градуированной мерной колбе. Стандартизируют этот раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ любой принятой процедурой для определения требуемой нормальности. Этот реагент также доступен у большинства поставщиков. Защищают раствор от поглощения углекислого газа из атмосферы и стандартизируют еженедельно.

7 Требования безопасности

7.1 Требования безопасности при работе с растворителем. Следует избегать контакта растворителей с кожей. Растворители не горючи, но каждый из них имеет предельное пороговое значение для контакта с парами. Эти пороговые значения должны быть определены до того, как растворитель в списке.

7.2 Гидроксид натрия в виде твердого вещества или растворителя опасен при контакте с кожей.

8 Проведение анализа

8.1 Метод *A*

Пипеткой отбирают 50 см^3 галогенсодержащего органического растворителя или смеси в делительную воронку вместимостью 250 см^3, содержащую 50 см^3 свежекипяченой, нейтральной (pH от 7,0 до 7,3), дистиллированной или деионизированной воды. Перемешивают смесь в течение 2 мин, затем оставляют и дают слоям разделиться. Сливают нижний органический слой из делительной воронки и переносят слой воды в мерный стакан, вместимостью 100 см^3. Перемешивая, титруют образец с помощью раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, используя бюретку вместимостью 5 см^3 до тех пор, пока pH не будет стабилен в интервале между от 7,0 до 7,3 в течение 30 с. Шприц вместимостью 100 мм^3 может быть заменен на микробюретку. Этот метод часто используется для измерения очень низких уровней кислотности, ниже 1 ppm. Титруют медленно, убедившись, что титрант попадает в воду. Записывают объем и рассчитывают кислотность по 9.1.

8.2 Метод *B*

Пипеткой отбирают 50 см^3 галогенсодержащего органического растворителя или смеси в чистую сухую колбу Эрленмейера вместимостью 100 см^3. Добавляют 1 см^3 бромтимолового синего индикатора и, перемешивая, титруют образец с помощью метанольного раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 до конечной точки титрования.

Примечание — Конечная точка титрования бромтимолового синего может быть интерпретирована от сине-зеленого до светло-голубого цвета.

9 Обработка результатов

9.1 Кислотность галогенсодержащих органических растворителей или их смесей в пересчете на массовую долю соляной кислоты, % масс. или ppm, вычисляют по формуле

$$\text{Эквивалент HCl, \% масс.} = \frac{VN \cdot 0{,}0365}{W} \cdot 100,$$

$$\text{Эквивалент HCl, ppm} = \frac{VN \cdot 0{,}0365}{W} \cdot 1000000, \quad (1)$$

где V — объем гидроксида натрия, требуемый для титрования образца, см^3;

N — нормальность гидроксида натрия, моль/дм^3;

W — масса используемого образца, г.

10 Прецизионность*

10.1 При использовании Метода *A* стандартное отклонение между результатами выборки при проведении испытаний в разных лабораториях не должно превышать ±0,5 ppm. Внутрилабораторное стандартное отклонение между результатами не должно превышать 0,2 ppm. В данном методе отклонение не определялось.

10.2 При использовании Метода *B* стандартное отклонение между результатами выборки при проведении испытаний в разных лабораториях не должно превышать ±1,0 ppm. Внутрилабораторное стандартное отклонение между результатами не должно превышать 0,1 ppm. Отклонение составляет приблизительно +1 ppm.

* Протоколы исследований имеются в наличии в штаб-квартире АСТМ (ASTM Headquarters). Их можно получить, запросив протокол RR:D26-1016.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D2106	—	*
ASTM D2110	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM.		

УДК 547.22:006.354 ОКС 71.080.20

Ключевые слова: бромтимоловый синий, галогенсодержащие растворители, гидроксид натрия, кислотность, соляная кислота, титрование, щелочность, pH-метр

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 03.04.2019. Подписано в печать 09.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru