ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57804— 2017

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Метод определения растворимости галоген-ионов

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 20 октября 2017 г. № 1464-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д2988—96 (2015) «Стандартные методы определения растворимости галоген-ионов в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях» (ASTM D2988—96 (2015) «Standard test methods for water-soluble halide-ion in 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)

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 растворимости галоген-ионов

Halogenated organic solvents and their admixtures. Test method for halide-ions water-solubility

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения растворимости галоген-ионов.

1.1 Методы 1, 2 и 3 — настоящие методы распространяются на определение извлекаемых водой галоген-ионов в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях. Методы не распространяются на определение фторид-ион из-за растворимости фторида серебра.

1.2 Метод 4 — данный метод распространяется на определение хлорид-ионов в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях.

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

1.4 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 Сущность методов

2.1 Методы 1, 2 и 3

Галоген-ионы, присутствующие в галогенсодержащих органических растворителях, извлекают водой и осаждают в виде галогенида серебра, соли с нитратом серебра. Количество присутствующих галогенов определяют путем сравнения мутности образца с известным стандартом. В дистиллированной воде, а также во всей используемой стеклянной посуде не должны присутствовать галогениды.

2.2 Метод 4

Данный метод основан на определении ионизируемых хлоридов титрованием ацетата ртути, используя *s*-дифенилкарбазон в качестве индикатора.

3 Назначение и применение

3.1 Данные методы испытаний используются для обеспечения производства и требований к поставляемой продукции. Эти методы используют для определения требований к растворителю при его использовании. Высокий уровень растворимых в воде хлоридов может указывать на начало разложения растворителя.

4 Аппаратура и посуда

4.1 Делительная воронка вместимостью 500 $см^3$.

4.2 Трубки Несслера вместимостью 50 $см^3$.

Издание официальное

4.3 Колба Эрленмейера, вместимостью 125 $см^3$.

4.4 Колориметр или турбидиметр, для метода 2.

5 Реактивы

5.1 Степень чистоты реактивов

При проведении испытаний следует использовать реактивы степени 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.

5.2 Очищенная вода. Если не указано иное, следует использовать дистиллированную воду, не содержащую галогениды.

5.3 Стандартный раствор хлорид-иона (1 $см^3 \approx 0{,}0001$ г Cl^-), для методов 1, 2 и 3. Смешивают 0,165 г хлорида натрия с 1 л дистиллированной воды, не содержащей галогениды.

5.4 Стандартный раствор хлорид-иона (1 $см^3 = 0{,}0000001$ г Cl^-), для метода 4. Растворяют 0,0660 г хлорида натрия в дистиллированной воде и доводят до 1 л. Данный раствор пипеткой переносят в колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

5.5 Концентрированная азотная кислота.

5.6 Раствор нитрата серебра, молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Подготавливают раствор нитрата серебра молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, добавляя 16,99 г нитрата серебра в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят до метки дистиллированной водой, не содержащей галогениды. Для полного растворения нитрата серебра встряхивают колбу, после чего переносят раствор в склянку из темного стекла и хранят в ней.

5.7 Раствор ацетата ртути, для метода 4.

5.7.1 Маточный раствор ацетата ртути. Растворяют 1,6 г ацетата ртути в 500 $см^3$ воды, содержащей 3,5 $см^3$ азотной кислоты. Доводят до 1000 $см^3$ и перемешивают.

5.7.2 Стандартный раствор ацетата ртути. Разбавляют 40 $см^3$ маточного раствора ацетата ртути до 1000 $см^3$ и азотной кислотой доводят pH до 1,6. Стандартизируют по 7.5.5.

5.7.3 Раствор *s*-дифенилкарбазона (для метода 4). Растворяют 0,5 г *s*-дифенилкарбазона в 100 $см^3$ метанола.

6 Требования безопасности

6.1 Требования безопасности при работе с растворителем. Следует избегать контакта растворителей с кожей. Есть различные степени опасности для вдыхания, проглатывания и контакта с растворителем. Пользователю следует руководствоваться новейшими медико-санитарными правилами, касающимися индивидуального растворителя.

6.2 Концентрированная азотная кислота очень опасна при контакте с кожей или глазами. Пары очень токсичны и приводят к коррозии.

6.3 Следует надевать защитные очки и резиновые перчатки при обращении с нитратом серебра и его растворами.

6.4 Ацетат ртути токсичен.

6.5 Требования безопасности при работе с *s*-дифенилкарбазоном отсутствуют.

7 Проведение анализа

7.1 Метод 1

7.1.1 Переносят 100 $см^3$ образца в делительную воронку и добавляют такой же объем дистиллированной воды, не содержащей галогениды. Тщательно встряхивают в течение 2 минут для извлечения водорастворимых галогенидов (см. примечание 1).

7.1.2 Позволяют жидкости отделиться от слоя растворителя. Переносят 50 $см^3$ извлеченной воды в трубку Несслера вместимостью 50 $см^3$ и добавляют десять капель концентрированной азотной кислоты. Подготавливают стандартный раствор хлорид-ионов в трубку Несслера, добавляя объем стандарт-

ного раствора хлорид-ионов, $см^3$, равный плотности растворителя, и делят на 2 части с количеством ppm, эквивалентным требуемым хлорид-ионам (см. примечание 2). Разбавляют каждый стандарт дистиллированной водой, не содержащей галогенидов, до объема 50 $см^3$ и добавляют десять капель концентрированной азотной кислоты. Добавляют 1 $см^3$ раствора нитрата серебра молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ в каждый образец и стандарт, и тщательно встряхивают трубки Несслера в течение 30 сек. Сравнивают образец со стандартами для определения уровня хлоридов (см. примечание 3).

Примечание 1 — Время извлечения должно быть постоянным. Медленно гидролизуемые органические соединения, такие как фосген и трихлорацетилхлорид, требуют примерно 2 мин, чтобы прореагировать полностью. Чрезмерное время извлечения может способствовать галогенсодержащим органическим растворителям гидролизовать себя.

Примечание 2 — Например, если проводились измерения трихлорэтилена, то 1,46/2 или 0,73 $см^3$ стандартного раствора хлорида было бы необходимо для каждого количества ppm, эквивалентного желаемым хлорид-ионам. Для 2 ppm, следует добавить $0,73 \cdot 2 = 1,5$ $см^3$. Так как водорастворимые галогениды, как правило, менее чем 1 ppm, редко будет необходимо подготовить более одного или двух стандартов.

Примечание 3 — Стандарты и образцы следует приготавливать одновременно. Для того, чтобы свести к минимуму влияние воздуха и изменение мутности хлорида серебра, образцы оставляют в темноте в течение 15 мин. Это особенно важно при определении низкого содержания хлоридов (менее 1 ppm). Хранение в темноте предотвращает изменение концентрации нитрата серебра.

7.2 Метод 1А

Точность Метода 1 может быть улучшена для образцов с содержанием хлоридов менее 2 ppm путем увеличения соотношения растворитель — вода с 1:1 до 4:1.

7.3 Метод 2

Определяют мутность стандартов по 7.1 и 7.2 с использованием колориметра или турбидиметра. Строят график для определения уровня содержания хлоридов в образцах.

7.4 Метод 3

Извлекают образец по 7.1. Анализируют извлеченную воду с помощью ионного хроматографа, который откалиброван для стандарта в соответствующих диапазонах. Данный метод дает высокую точность результатов определения мутности.

7.5 Метод 4

7.5.1 Промывают всю стеклянную посуду дистиллированной водой, не содержащей галогениды, до тех пор, пока 10 $см^3$ промывной воды не будет показывать никаких следов мутности при добавлении 1 $см^3$ раствора нитрата серебра.

7.5.2 Переносят 100 $см^3$ образца в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ воды, не содержащей хлориды, и встряхивают в течение 1 мин. Переносят образец во вторую делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и сливают воду в колбу Эрленмейера вместимостью 125 $см^3$. Повторяют извлечение еще раз при добавлении 25 $см^3$ воды. Объединяют извлеченную воду в колбе Эрленмейера.

7.5.3 Нагревают извлеченную воду до температуры 60 °С для отгонки остаточной пробы. Охлаждают смесь до комнатной температуры.

7.5.4 Добавляют 5 капель раствора и титруют стандартным раствором ацетата ртути до достижения конечной точки титрования фиолетового цвета.

7.5.5 Отбирают пипеткой 10 $см^3$ стандартного раствора хлорида натрия и переносят в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$. Добавляют 20 $см^3$ воды, не содержащей хлориды, и 5 капель раствора *s*-дифенилкарбазона. Титруют стандартным раствором ацетата ртути до тускнения конечной точки титрования фиолетового цвета

$$\frac{см^3 \text{ хлорида натрия} \cdot 1,00}{см^3 \text{ ацетата ртути}} = F = \text{мкг хлора/}см^3, \quad (1)$$

где F — фактор для раствора ацетата ртути.

7.5.6 Обработка результатов — количество ppm хлоридов вычисляют по формуле

$$\text{Количество хлоридов} = \frac{AF}{SG}, \quad (2)$$

где A — объем раствора ацетата ртути, требуемый для титрования, $см^3$;

F — фактор для раствора ацетата ртути (по 7.5.5);

S — объем образца, $см^3$;

G — плотность образца.

8 Запись результатов

8.1 Записывают следующую информацию.

8.1.1 Методы 1, 2 и 3.

Сравнивают мутность образца со стандартами и записывают количество ppm обнаруженных галогенидов. Метод 3 является специфичным для отдельных галогенидов, таких как хлорид или бромид. Сравнения образца и стандартов могут быть проведены в течение 3 мин после подготовки качественных или полуколичественных данных. Так как мутность этих смесей изменяется, образцы следует оставить в темноте в течение 15 мин перед сравнением. Это дает лучшие количественные данные.

8.1.2 Метод 4

Записывают количество ppm хлоридов

9 Прецизионность и отклонение

9.1 Методы 1, 2 и 3

Предел прецизионности метода 1 составляет ±1 ppm при уровне растворимых галоген-ионов ниже 5 ppm (см. примечание 4). При использовании методов 1А и 2 предел прецизионности составляет ±0,3 ppm. Для метода 3, использующего ионный хроматограф, предел прецизионности составляет ±0,1 ppm.

Примечание 4 — Точность данных не задокументирована. Эти значения считаются точными и основанными на повторяемости ряда стандартов.

9.2 Метод 4

9.2.1 Повторяемость (единичного анализа) — Стандартное отклонение результатов (при трех сериях измерений, полученных одним оператором в два различных дня) не превышает 0,005 массовых ppm при 4 степенях свободы. Два таких результата следует считать подозрительными (при 95 % вероятности), если они отличаются на 0,02 массовых ppm.

9.2.2 Воспроизводимость (межлабораторная) — Стандартное отклонение результатов (при трех сериях измерений, полученных в четырех различных лабораториях) не превышает 0,06 массовых ppm при 3 степенях свободы. Два таких результата следует считать подозрительными (при 95 % вероятности), если они отличаются на 0,3 массовых ppm.

УДК 547.22:006.354 ОКС 71.080.20

Ключевые слова: галогенид, галоген-ион, ионная хроматография, мутность, растворитель, хлорид

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 03.04.2019. Подписано в печать 16.04.2019. 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