ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56346— 2015

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ

Определение бромного индекса методом электрометрического титрования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 февраля 2015 г. № 73-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 5776–07(2012) «Стандартный метод определения бромного индекса ароматических углеводородов электрометрическим титрованием» (ASTM D 5776–07 (2012) «Standard test method for bromine index of aromatic hydrocarbons by electro metric titration»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ 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 Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ

Определение бромного индекса методом электрометрического титрования

Aromatic hydrocarbons. Determination of bromine index by electrometric titration

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения бромного индекса ароматических углеводородов по взаимодействию с бромом и, следовательно, позволяет определить следовые количества ненасыщенных соединений. Настоящий метод применим к материалам, имеющим бромный индекс не более 500.

1.2 Настоящий метод можно использовать для анализа ароматических углеводородов, содержащих следовые количества олефинов, и не содержащих веществ с температурой кипения ниже температуры кипения изобутана и выше 288 °С (550 °F).

1.3 Результаты испытаний по настоящему стандарту округляют по АСТМ Е29.

1.4 Значения в единицах системы СИ считаются стандартными. Значения в скобках приведены только для информации.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Предостережение приведено в разделе 8.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты (документы).

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

АСТМ Д 1159 Метод определения бромного числа нефтяных дистиллятов и товарных алифатических олефинов электрометрическим титрованием (ASTM D 1159, Test method for bromine numbers of petroleum distillates and commercial aliphatic olefins by electrometric titration)

АСТМ Д 1193 Спецификация на воду реактив (ASTM D 1193, Specification for reagent water)

АСТМ Д 3437 Практика отбора проб и обращения с жидкими циклическими продуктами (ASTM D 3437, Practice for sampling and h and ling liquid cyclic products)

АСТМ Д 6809 Руководство по контролю качества и процедуры обеспечения качества ароматических углеводородов и родственных материалов (ASTM D 6809, Guide for quality control and quality assurance procedures for aromatic hydrocarbons and related materials)

АСТМ Е29 Практика использования значащих цифр в результатах испытаний для определения соответствия спецификациям (ASTM E29, Practice for using significant digits in test data to determine conformance with specifications)

АСТМ Е 691 Практика проведения межлабораторных исследований для определения прецизионности метода испытания (ASTM E 691, Practice for conducting an inter laboratory study to determine the precision of attest method)

2.2 Другие документы

Постановления OSHA, часть 29 Свода федеральных правил (США),параграфы 1910.1000 и 1910.1200 (OSHA Regulations, 29 CFR paragraphs 1910.1000 and1910.1200[1)]).

[1)] Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ gost.e-ecolog.ru лужбе поддержки клиентов АСТМ: gost.e-ecolog.ru нформационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **бромный индекс** (bromine index): Количество миллиграммов брома, израсходованное на титрование 100 г пробы в заданных условиях.

4 Сущность метода

4.1 Растворяют пробу в установленном растворителе и титруют стандартным раствором бромид-бромата. За конечную точку титрования принимают точку, фиксируемую электрометрическим аппаратом, обусловленную присутствием свободного брома, вызывающего резкое изменение напряжения поляризации системы.

5 Назначение и применение

5.1 Настоящий метод можно использовать при разработке спецификаций на продукцию, для внутреннего контроля качества, а также при разработке или исследовании товарных ароматических углеводородов и родственных материалов. По настоящему методу определяют содержание олефиновых соединений, но не различают типы ненасыщенных алифатических соединений.

6 Аппаратура

6.1 Аппарат для электрометрического титрования с заданной конечной точкой

Используют любой аппарат для электрометрического титрования с заданной конечной точкой с источником поляризующего тока с высоким внутренним сопротивлением, обеспечивающий поддержание силы тока между двумя пластинчатыми платиновыми электродами или на комбинированном платиновом электроде примерно от 10 до 50 мкА, чувствительность которого при изменении напряжения на электродах приблизительно на 500 мВ обеспечивает определение конечной точки(см. примечание 1).

Примечание 1 – Реактивы и методики можно проверить определением бромного индекса раствора 100 мг/кг циклогексена в гептане. Бромный индекс должен быть в пределах от 18 до 20 мг на 100 г пробы. Перечень ожидаемых бромных индексов различных соединений приведен в АСТМ Д1159.

6.2 Сосуд для титрования

Высокий стеклянный стакан вместимостью примерно 250 $см^3$ или сосуд для титрования вместимостью примерно 250 $см^3$ с водяной рубашкой, подключенной к охлаждающей циркуляционной водяной бане с температурой, регулируемой от 0 °С до5 °С. Платиновые электроды устанавливают на расстоянии не более 5 мм друг от друга значительно ниже уровня жидкости. Сосуд должен быть оснащен механической или электромагнитной мешалкой. Перемешивание должно быть достаточно быстрым, но не вовлекающим пузырьки воздуха.

6.3 Йодные колбы

Конические стеклянные колбы со стеклянными притертыми пробками вместимостью 500 $см^3$.

7 Реактивы и материалы

7.1 Используют реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификации Комитета аналитических реактивов Американского химического общества[2)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при условии, что степень чистоты реактива не снижает точности определения.

7.2 Чистота воды

Если нет других указаний, вода должна соответствовать типу III по АСТМ Д1193.

[1)] Можно ознакомиться в Управлении документов Правительственной типографии США, 732 N. Capitol St., NW, Mail Stop: SDE, Washington, DC 20401 gost.e-ecolog.ru

[2)] Reagent Chemicals, American chemical society specifications, American chemical society, Washington, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества – см. Annular standards for laboratory chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States pharmacopeia and national formulary, U.S. Pharmacopeias convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

7.3 Стандартный раствор бромид-бромата 0,10 н[1)]

Растворяют 10,1 г бромида калия (KBr) и 2,8 г бромата калия ($KBrO_3$) в воде и доводят объем до 1,0 $дм^3$. Определяют титр до четырех значащих цифр следующим образом. Помещают 50 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (относительной плотностью1,19) в йодную колбу (6.3). Охлаждают содержимое колбы приблизительно 10 мин в водяной бане со льдом при постоянном перемешивании содержимого колбы вращением, затем в течение 90−120 с из бюретки вместимостью50 $см^3$добавляют 40−45 $см^3$ раствора бромид-бромата с точностью до 0,01 $см^3$. Сразу закрывают колбу, встряхивают содержимое и опять помещают в водяную баню со льдом и добавляют 5,0 $см^3$раствора йодида калия (KI) в пространство между ободком и пробкой колбы. Через 5 мин удаляют колбу из бани со льдом и, медленно открывая пробку, позволяют раствору KI поступать в колбу. Содержимое колбы встряхивают, промывают пробку, ободок и стенки колбы100 $см^3$ воды и быстро титруют стандартным раствором тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3$). Ближе к завершению титрования добавляют 1 мл индикаторного раствора крахмала и медленно титруют до исчезновения синего окрашивания.

7.4 Электронная (автоматизированная) стандартизация раствора бромид-бромата

Стандартизацию проводят до четырех значащих цифр. Помещают 50$см^3$ ледяной уксусной кислоты и 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (относительной плотностью 1,19) в йодную колбу вместимостью 500 $см^3$. Раствор охлаждают в бане со льдом примерно 10 мин при постоянном перемешивании содержимого колбы вращением, добавляют 4,00 $см^3$раствора бромид-бромата из автоматической бюретки. Закрывают колбу пробкой и сразу встряхивают содержимое, затем ее охлаждают в бане со льдом в течение 5 мин. Добавляют 4,0 $см^3$ йодида калия (KI) в пространство между ободком и пробкой колбы, удаляют колбу из бани со льдом и осторожно открывают пробку, позволяя раствору KI медленно поступать в колбу. Энергично встряхивают, переливают содержимое в охлажденный стакан и промывают колбу и пробку 100 $см^3$ воды. Помещают электроды в раствор и титруют стандартным раствором тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3$) до конечной точки, показывающей значительное изменение потенциала, сохраняющееся в течение 30 с (см. примечание 2).

Примечание 2 –Имеющиеся в продаже титраторы показывают резкое изменение потенциала на измерительном устройстве или циферблате прибора при приближении к конечной точке титрования. Сохранение изменения потенциала в течение 30 с означает завершение титрования. Для обеспечения чувствительности цепи платинового электрода каждого прибора следует руководствоваться инструкцией изготовителя.

7.5 Раствор йодида калия (150 г/$дм^3$)

В мерной колбе вместимостью 1,0 $дм^3$ растворяют в воде 150 г йодида калия (KI) и доводят водой до метки.

7.6 Стандартный раствор тиосульфата натрия 0,10 н

В мерной колбе вместимостью 1,0 $дм^3$растворяютв воде 25,0 г пентагидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$),затем для стабилизации раствора добавляют 0,02 г карбоната натрия (Na_2CO_3),доводят раствор до метки водой и тщательно перемешивают встряхиванием. Для стандартизации используют любую принятую процедуру, обеспечивающую определение нормальности с погрешностью не более ± 0,0002. Повторную стандартизацию раствора проводят с интервалом, обеспечивающим обнаружение изменения нормальности 0,0005.

7.7 Раствор крахмала[2)]

Тщательно размельчают5 г крахмала сорта арроурутс 3−5 $см^3$ воды и добавляют к 2 $дм^3$ кипящей воды. В качестве консерванта можно добавить5−10 мг йодида ртути (HgI_2) или 0,2 г салициловой кислоты. Кипятят смесь 5−10 мин, охлаждают, а затем декантируют прозрачную жидкость в стеклянную бутылку и закрывают пробкой.

7.8 Серная кислота (1:5)

Осторожно добавляют 1 объем концентрированной серной кислоты (H_2SO_4относительной плотностью1,84) к 5 объемам воды и тщательно перемешивают.

7.9 Ледяная уксусная кислота.

7.10 1-Метил-2-пирролидинон.

[1)]Можно использовать имеющийся в продаже стандартный 0,10 н раствор бромид-бромата.

[2)]Можно использовать имеющийся в продаже индикаторный раствор крахмала сорта арроурут.

7.11 Растворитель для титрования

Готовят 1 дм^{3}растворителядля титрования смешением 714 см^3 ледяной уксусной кислоты, 134 см^3 1-метил-2-пирролидинона, 134 см^3 метанола и 18 см^3 H_2SO_4 (1:5).

8 Предостережение

8.1 Следует строго соблюдать правила, инструкции по охране труда и технике безопасности при работе с материалами, используемыми в настоящем методе.

9 Отбор проб

9.1 Пробы отбирают по АСТМ Д3437.

10 Проведение испытаний

10.1 Включают титратор и позволяют электрической цепи стабилизироваться в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.2 Помещают 150 см^3 растворителя для титрования в сосуд для титрования и вносят отмеренную пипеткой или взвешенную пробу в соответствии с таблицей 1 (см. примечание 3). Проба должна быть полностью растворена в растворителе для титрования. Включают мешалку и регулируют скорость перемешивания, избегая вовлечения пузырьков воздуха в раствор.

Примечание 3 – Часто значение бромного индекса пробы неизвестно. Для получения приблизительного значения бромного индекса рекомендуется провести пробное испытание с использованием 8–10 г пробы. Значение, полученное в пробном испытании, используют для определения массы пробы в соответствии с таблицей 1. Массу пробы можно вычислить измерением плотности пробы и объема.

Таблица 1 –Масса пробы

Бромный индекс	Масса пробы, г
От 0 до 20 включ.	50
Св. 20 до 100 включ.	30–40
« 100 « 200 «	20–30
« 200 « 500 «	8–10

10.3 Начинают титрование раствором бромид-бромата в условиях, соответствующих оптимальной работе титратора. Продолжают титрование до значительного изменения потенциала, которое сохраняется в течение30 си означает конечную точку титрования.

10.4 Холостое титрование

Для каждой партии растворителя для титрования и реактивов проводят холостое титрование. Для холостого титрования должно требоваться не более 0,10 см^3 раствора бромид-бромата.

11 Вычисления

11.1 Нормальность N_1раствора бромид-бромата вычисляют по формуле

$$N_1 = A_2N_2/A_1, \quad (1)$$

где A_2– объем раствора$Na_2S_2O_3$;
N_2– нормальность раствора$Na_2S_2O_3$;
A_1– объем раствора бромид-бромата.

11.2 Бромный индекс вычисляют по формуле

$$\text{Бромный индекс} = [(A - B)N \cdot 7990]/W, \quad (2)$$

где A –объем раствора бромид-бромата, израсходованный на титрование пробы;
B – объем раствора бромид-бромата, израсходованный на титрование холостой пробы;
N – нормальность раствора бромид-бромата;
7990 – молекулярная массаброма×100;
W–масса пробы, г.

12 Протокол испытаний

12.1 Протокол испытаний должен содержать следующую информацию.

12.1.1 Значение бромного индекса с точностью до 0,5 мг/100 г.

13 Прецизионность и смещение[1)]

13.1 Прецизионность метода определена по АСТМ Е691сдоверительной вероятностью 95%на основании результатов межлабораторных исследований, проведенных в 7 лабораториях.

13.2 Повторяемость

Результаты испытаний, полученных в одной и той же лаборатории, считаются достоверными, если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Повторяемость и воспроизводимость для бромного индекса

Бромный индекс, мг/100 г	Повторяемость	Воспроизводимость
7,5	1,1	4,6
20,0	1,6	4,3
25,0	2,1	3,6
35,0	2,0	11,5

13.3 Воспроизводимость

Результаты испытаний, полученные в двух разных лабораториях, считаются достоверными, если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в таблице 2.

13.4 Смещение

Смещение не определено, поскольку отсутствует принятый стандартный образец для определения смещения.

14 Рекомендации по обеспечению качества

14.1 Для обеспечения качества результатов испытаний руководствуются процессами QA/QC по АСТМ Д6809.

[1)]Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и их можно получить по запросу исследовательского отчета RR:D16-1026.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта АСТМ	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 1159—07	–	*
АСТМ Д 1193—06(2011)	–	*
АСТМ Д 3437—11	–	*
АСТМ Д 6809—02(2012)	–	*
АСТМ Е29—13	–	*

*Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта АСТМ. Перевод данного стандарта АСТМ находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 547.52:543.632.572.2:543.242.2:006.354 ОКС 71.080 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: ароматические углеводороды, определение бромного индекса, электрометрическое титрование

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93 Тираж 31 экз. Зак. 1109.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru