Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Углеводороды ароматические бензольного ряда МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ Benzene hydrocarbons and allied products. Test methods	ГОСТ 2706—63* Взамен ГОСТ 2706—57 Группа Л39

Настоящий стандарт устанавливает методы определения следующих показателей физико-химических свойств ароматических углеводородов бензольного ряда (бензола, толуола, ксилола, сольвента) коксохимического, нефтяного и синтетического происхождения, применяемых в промышленности в качестве сырья для синтеза, а также для других целей:

I — внешний вид;
II — плотность;
III — пределы кипения;
IV — степень окраски с серной кислотой;
V — бромное число;
VI — температура кристаллизации;
VII — содержание сероуглерода;
VIII — содержание тиофена;
IX — испытание на медной пластинке;
X — определение сероводорода и меркаптанов (докторская проба);
XI — содержание сульфируемых веществ;
XII — определение реакции;
XIII — высота слоя воды в цистерне;
XIV — испаряемость.

Внесен Украинским научно-исследовательским углехимическим институтом	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 19/IV 1963 г.	Срок введения 1/VII 1963 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Применение методов предусматривается в стандартах и технических условиях на ароматические углеводороды бензольного ряда, устанавливающих технические требования на них.

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВНЕШНЕГО ВИДА

1. Для определения внешнего вида испытуемый продукт наливают в цилиндр типа II (по ГОСТ 9545—60) и просматривают продукт в проходящем и отраженном свете. При просмотре устанавливают цвет и прозрачность испытуемого продукта и содержание в нем взвешенных и осевших на дно цилиндра посторонних примесей, в том числе и воды.

Определение производят при температуре 20 ± 1° С.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 9 1965 г.).

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

2. Плотность ароматических углеводородов бензольного ряда определяют нефтеденсиметром (ареометром) или пикнометром.

3. Определение плотности нефтеденсиметром (ареометром)

а) *Применяемая аппаратура*

Нефтеденсиметры стеклянные (ареометры) по ГОСТ 1289—57, тип А, с пределом денсиметрической шкалы от 0,830 до 0,890 *г/см*^{3}.

Цилиндры для ареометров по ГОСТ 9545—60, размер III или IV.

Термометр стеклянный лабораторный Б-I № 2 по ГОСТ 215—57.

б) *Проведение испытаний*

Чистый сухой ареометр медленно и осторожно опускают в испытуемый продукт, налитый в цилиндр. После того, как ареометр установится (прекратятся его колебания), производят отсчет делений по верхнему краю мениска. Температуру продукта замеряют термометром ареометра или термометром Б-I № 2.

Если определение велось при температуре испытуемого продукта выше или ниже 20° С, то значение плотности при температуре 20° С (ρ_{20}) вычисляют по формуле:

$$\varrho_{20} = \varrho_t + \alpha\,(t - 20),$$

где:

ϱ_t — плотность испытуемого продукта при температуре испытания в *г/см*^{3};

t — температура испытуемого продукта во время испытания в °С;

α — средняя температурная поправка плотности, взятая по табл. 1, в *г/см*^{3}.

Таблица 1

Наименование продукта	Средняя поправка плотности α в *г/см*³ на 1° С	Примечание
Бензол	0,00100	Температура продукта при испытании должна быть в пределах 15—25° С
Толуол	0,00090	
Ксилол	0,00086	
Сольвент	0,00085	

4. Определение плотности пикнометром

а) *Применяемая аппаратура*

Пикнометр по ГОСТ 7465—55 шаровидный или цилиндрический с меткой, номинальной вместимостью 10—25 *мл*.

Термостат (или водяная баня), дающий возможность поддерживать постоянную температуру 20 ± 0,1° С. В качестве водяной бани можно пользоваться стеклянным лабораторным стаканом с мешалкой вместимостью не менее 1 *л*.

Термометры ртутные стеклянные лабораторные Б-IV № 2 по ГОСТ 215—57 с пределом измерения температуры от 0 до 30° С с ценой деления шкалы 0,1° С.

Пипетка с оттянутым капилляром.

б) *Проведение испытаний*

Чистый сухой пикнометр наполняют с помощью пипетки испытуемым продуктом при температуре 18—20° С, наливая последний немного выше метки. Затем пикнометр закрывают пробкой и помещают в 30 *мин* в термостат (или водяную баню), в котором поддерживают постоянную температуру 20 ± 0,1° С. После этого фильтровальной бумагой снимают избыток продукта (находящийся выше метки), вытирают пикнометр снаружи и взвешивают его с точностью до 0,0002 *г*.

При соблюдении вышеописанных условий определяют вес свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды в объеме пикнометра.

Плотность испытуемого продукта по сравнению с плотностью воды при 20° С — «видимую» плотность ($\varrho_в$) вычисляют по формуле:

$$\varrho_в = \frac{G_2 - G}{G_1 - G},$$

где:

G — вес порожнего пикнометра в *г*;

G_1 — вес пикнометра с водой в *г*;

G_2 — вес пикнометра с испытуемым продуктом в *г*.

Значение плотности в *г/см*³ при 20° С (ϱ_{20}) вычисляют по формуле:

$$\varrho_{20} = \varrho_{в} (0{,}99823 - 0{,}0012) + 0{,}0012 = 0{,}99703\varrho_{в} + 0{,}0012,$$

где:

$\varrho_{в}$ — «видимая» плотность;

0,99823 — значение плотности воды при 20° С;

0,0012 — значение плотности воздуха при 20° С и барометрическом давлении 760 *мм рт. ст.*

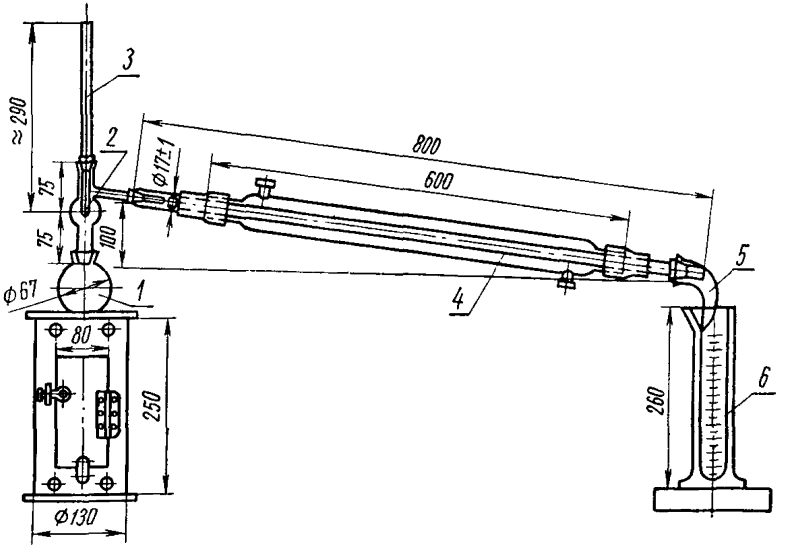
Примечание. Вместо вычисления значения плотности по приведенной выше формуле можно вычитать из значения «видимой» плотности поправку 0,0014 для всех ароматических углеводородов бензольного ряда.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЕДЕЛОВ КИПЕНИЯ

5. Пределы кипения ароматических углеводородов определяют на аппарате, детали которого специально изготовляют.

а) *Применяемая аппаратура*

Аппарат для перегонки (черт. 1).



1 — перегонная колба; *2* — насадка; *3* — термометр; *4* — холодильник; *5* — аллонж; *6* — цилиндр

Черт. 1

Стеклянная термостойкая колба для перегонки (черт. 2) вместимостью 150 *мл* с внутренним шлифом.

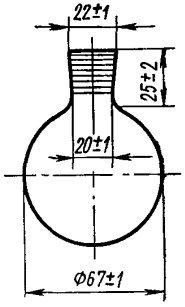
Стеклянная насадка — одношариковый дефлегматор с отводной трубкой (черт. 3) и наружным шлифом.

Термометры ртутные стеклянные с ценой деления 0,1° С специальные для коксохимической промышленности.

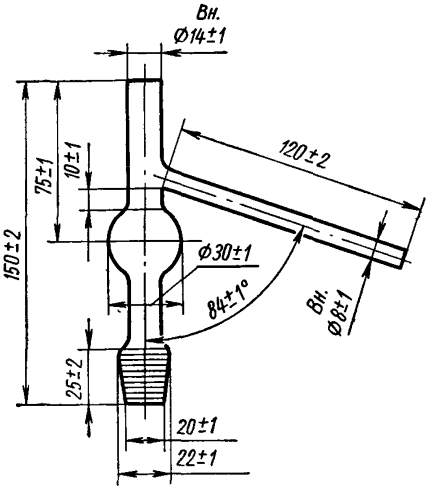
Пределы градуировки шкалы термометров:

для бензола	от	+ 55	÷ + 60	до	+ 100° С
» толуола	»	+ 85	÷ + 90	до	+ 130° С
» ксилола	»	+ 100	÷ + 110	до	+ 150° С

Термометр ртутный стеклянный (для перегонки сольвента) по ГОСТ 400—64.



Черт. 2



Черт. 3

Холодильник стеклянный (черт. 1).

Аллонж стеклянный (черт. 4).

Цилиндр мерный с носиком по ГОСТ 1770—64, вместимостью 100 *мл*.

Горелка газовая с чувствительным регулятором подачи газа или электроплитка с реостатом.

Кожух для горелки (черт. 5).

Асбестовая прокладка толщиной 3—5 *мм* в виде кольца с наружным диаметром, совпадающим с плоским кольцом на кожухе (черт. 5).

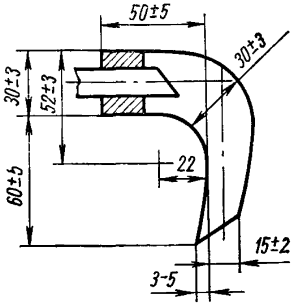
б) *Проведение испытаний*

Перед испытанием продукт сушат в течение 20 *мин* гранулированным хлористым кальцием по ГОСТ 4161—67, прокаленным сернокислым безводным натрием по ГОСТ 4166—66 или едким натром по ГОСТ 4328—48. Для сушки сольвента применяют только прокаленный сернокислый натрий.

Сухим чистым измерительным цилиндром (при температуре от 15 до 35° С) наливают 100 *мл* просушенного испытуемого продукта в перегонную колбу и монтируют прибор по черт. 1. Все соединения (на шлифах или корковых пробках) должны быть плотно пригнаны.

Термометр вставляют на корковой пробке так, чтобы центр его ртутного резервуара находился в центре шарика дефлегматора.

Колбу с налитым в нее продуктом, с дефлегматором и термометром плотно устанавливают на отверстие асбестовой прокладки и отводную трубку дефлегматора при помощи корковой пробки плотно соединяют с внутренней трубкой холодильника так, чтобы отводная трубка входила в холодильник на половину своей длины.



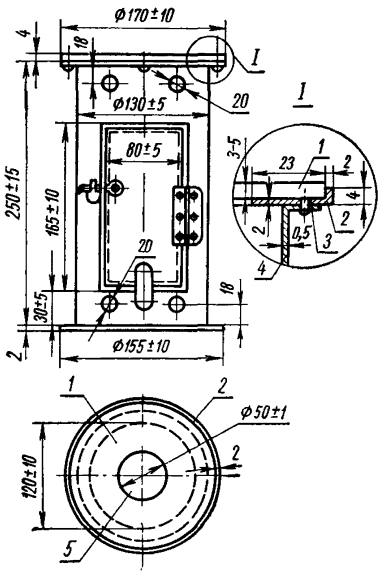
Черт. 4

Холодильник закрепляют на штативе таким образом, чтобы конец его внутренней трубки, из которой стекает погон, был на 100 *мм* ниже ее начала.

К концу трубки холодильника присоединяют аллонж так, чтобы конец трубки холодильника располагался над сгибом аллонжа.

Измерительный цилиндр, использованный для отмеривания продукта в колбу, не высушивая, ставят под аллонж так, чтобы конец аллонжа соприкасался со стенкой цилиндра, входил в него не менее чем на 30 *мм* и не достигал верхнего штриха шкалы цилиндра.

Собранный по черт. 1 прибор в целях противопожарной безопасности устанавливают на противне с песком.



1—асбестовая прокладка; *2*—бортик кольца; *3* — кольцо; *4* — стенка кожуха; *5* — отверстие

Черт. 5

Перед началом перегонки пускают воду в кожух холодильника и отмечают барометрическое давление. Зажигают горелку, устанавливают ее под колбой и регулируют пламя таким образом, чтобы

начальная скорость перегонки была не менее 4 *мл* и не более 5 *мл* в минуту; затем подогрев регулируют так, чтобы количество отгона на протяжении всей перегонки было равномерным и составляло 4—5 *мл* в минуту.

Разрешается пользоваться электрообогревом при условии соблюдения указанной скорости перегонки.

Приток воды в кожух холодильника регулируют таким образом, чтобы конденсат стекал в приемник при той же температуре, при которой производился налив продукта в колбу.

Температурой начала перегонки считают температуру, при которой падает первая капля конденсата с конца внутренней трубки холодильника.

Температурой конца перегонки считают температуру, при которой в приемном цилиндре накопилось 90; 95; 96 или 98 *мл* отгона, в соответствии с требованием стандарта на испытуемый продукт. Налив продукта для испытаний и отсчет конденсата производят при одной и той же температуре в интервале 15—35° С.

Через 3 *мин* после окончания перегонки отгон из цилиндра выливают в колбу с остатком, а затем обратно в цилиндр и определяют общее количество отгона и остатка. Разность между 100 *мл* и суммарным объемом отгона и остатка считают потерей перегонки. Если потери превышают 1% по объему, перегонку повторяют, уплотнив в приборе все соединения.

К наблюдаемой по термометру температуре паров продукта необходимо вносить поправки на барометрическое давление, на выступающий столбик ртути и на погрешность термометра.

Температуру перегонки в °С ($t_п$) при нормальном давлении 760 *мм рт. ст.* вычисляют по формуле:

$$t_п = t_н + \Delta t_1 + \Delta t_2 \pm \Delta t_3,$$

где:

$t_н$ — температура, наблюдаемая по термометру в колбе, в °С;

Δt_1 — поправка на барометрическое давление в °С;

Δt_2 — поправка на выступающий столбик ртути в °С;

Δt_3 — поправка по паспорту термометра в °С.

Величину поправки на барометрическое давление в °С (Δt_1) вычисляют по формуле:

$$\Delta t_1 = 0{,}00012\,(273 + t_н)\cdot(760 - P),$$

где:

$t_н$ — температура, наблюдаемая по термометру, в °С;

P — показания барометра во время перегонки в *мм рт. ст.*

Величины поправок (Δt_1) на барометрическое давление, вычисленные по вышеуказанной формуле для различного барометрического давления и температур 80, 110 и 140° С, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Барометрическое давление P в *мм рт. ст.*	Поправка в °С для			Барометрическое давление P в *мм рт. ст.*	Поправка в °С для		
	бензола при $t = 80°$ С	толуола при $t = 110°$ С	ксилола при $t = 140°$ С		бензола при $t = 80°$ С	толуола при $t = 110°$ С	ксилола при $t = 140°$ С
730	1,27	1,38	1,49	751	0,38	0,41	0,45
731	1,23	1,33	1,44	752	0,34	0,37	0,40
732	1,19	1,29	1,39	753	0,30	0,32	0,35
733	1,14	1,24	1,34	754	0,25	0,28	0,30
734	1,10	1,19	1,29	755	0,21	0,23	0,25
735	1,05	1,15	1,25	756	0,17	0,18	0,20
736	1,02	1,10	1,19	757	0,13	0,14	0,15
737	0,97	1,06	1,14	758	0,08	0,09	0,10
738	0,93	1,01	1,09	759	0,04	0,05	0,05
739	0,89	0,96	1,04	760	0,00	0,00	0,00
740	0,85	0,91	0,99	761	—0,04	—0,05	—0,05
741	0,80	0,87	0,94	762	—0,08	—0,09	—0,10
742	0,76	0,83	0,89	763	—0,13	—0,14	—0,15
743	0,72	0,78	0,84	764	—0,17	—0,18	—0,20
744	0,68	0,73	0,79	765	—0,21	—0,23	—0,25
745	0,63	0,69	0,74	766	—0,25	—0,28	—0,30
746	0,59	0,64	0,69	767	—0,30	—0,32	—0,35
747	0,55	0,60	0,64	768	—0,34	—0,37	—0,40
748	0,51	0,55	0,59	769	—0,38	—0,41	—0,45
749	0,47	0,50	0,54	770	—0,42	—0,46	—0,49
750	0,42	0,46	0,49				

Величину поправки для барометрического давления выше 760 *мм рт. ст.* принимают со знаком минус.

Величину поправки на выступающий столбик ртути в °С (Δt_2) вычисляют по формуле:

$$\Delta t_2 = 0{,}00016 \cdot h\,(t_н - t_в),$$

где:

0,00016 — видимый коэффициент расширения ртути в стекле;

h — высота столбика ртути, выступающего над пробкой, в градусах шкалы термометра;

$t_н$ — температура, наблюдаемая по термометру в колбе, в °С;

$t_в$ — температура воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, в °С.

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ОКРАСКИ С СЕРНОЙ КИСЛОТОЙ

6. Степень окраски ароматических углеводородов с серной кислотой определяют сравнением испытуемой пробы с эталоном.

а) *Применяемая аппаратура и реактивы*

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—63.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—63 с притертыми стеклянными пробками.

На каждой из этих пробирок должны быть нанесены две метки так, чтобы объем пробирки до нижней метки был равен 5 *мм* и от нижней метки до второй также 5 *мл*.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, «х. ч.», доведенная до концентрации 94,5 ± 0,5% и до 50% (весовых).

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—65, «х. ч.».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53 (бидистиллят).

Часы песочные.

б) *Приготовление образцовой шкалы*

В 60%-ной серной кислоте растворяют двухромовокислый калий в таких количествах, чтобы в 1 *л* одного из 13 полученных растворов содержалось: 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 *г* двухромовокислого калия.

Полученные растворы наливают в 13 чистых сухих пробирок и запаивают их. Приготовленные образцовые растворы пригодны к применению в течение двух лет, после чего они должны заменяться.

Приготовленную образцовую шкалу нумеруют так, чтобы номер каждой пробирки численно равнялся содержанию двухромовокислого калия в граммах на 1 *л* (в миллиграммах на 1 *мл*) в растворе, налитом в данную пробирку.

в) *Проведение испытаний*

В пробирку с притертой пробкой наливают 5 *мл* (до нижней метки) серной кислоты и 5 *мл* (до второй метки) испытуемого продукта. Смесь в пробирке энергично взбалтывают в течение 5 *мин* и после отстаивания в течение 2 *мин* сравнивают цвет сернокислотного слоя в пробирке с цветом раствора в пробирках образцовой шкалы.

Степень окраски испытуемого продукта с серной кислотой обозначают номером той пробирки, интенсивность цвета раствора в которой больше всего приближается к цвету сернокислотного слоя испытуемой смеси.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 9 1965 г.).

V. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМНОГО ЧИСЛА

7. Бромное число определяют количеством брома в *г*, расходуемого при титровании на 100 *мл* испытуемого углеводорода.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—64 с пришлифованной пробкой, вместимостью 50 *мл*.

Микробюретки по ГОСТ 1770—64, номинальной вместимостью 2 *мл*.

Пипетки по ГОСТ 1770—64, на 2 и 5 *мл*.

Вместо измерительных цилиндров могут применяться стеклянные колбы по ГОСТ 1770—64 с пришлифованными пробками.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» или «ч. д. а.» раствор, приготовленный растворением одного объема кислоты в пяти объемах дистиллированной воды.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—65, «ч. д. а.».

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—65, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65, «х. ч.» или «ч. д. а.», 25%-ный раствор.

Бромид-бромат калия, 0,1 н раствор, приготовленный растворением 9,9167 *г* бромистого калия и 2,7833 *г* бромноватокислого калия в дистиллированной воде с доведением объема раствора до 1 *л* и с последующей проверкой титра раствора.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—48, «ч. д. а.», 0,1 н титрованный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Часы песочные на 1 и 5 *мин*.

Груша резиновая.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62.

б) *Проведение испытаний*

В измерительный цилиндр (или колбу) с притертой пробкой наливают 10 *мл* раствора серной кислоты, 5 *мл* испытуемого продукта и такое количество раствора бромид-бромата калия, чтобы избыток его составлял не менее 0,2 *мл* и не более 0,3 *мл*, что устанавливается предварительно. Испытуемый продукт наливают в цилиндр (или колбу) при помощи пипетки с резиновой грушей, а раствор бромид-бромата калия — при помощи микробюретки.

Цилиндр (или колбу) обертывают темной тканью или черной бумагой для защиты от дневного света, закрывают стеклянной пробкой, тщательно взбалтывают в течение 5 *мин* и оставляют стоять в покое на 1 *мин*. Верхний углеводородный слой должен при этом окраситься в желтый цвет.

К содержимому цилиндра приливают 2 *мл* раствора йодистого калия и смесь сильно встряхивают; при этом желтая окраска углеводородного слоя переходит в красно-фиолетовую. Выделившийся йод в количестве, эквивалентном избыточному брому, оттитровывают в присутствии крахмала 0,1 н раствором серноватистокислого на-

трия до обесцвечивания смеси. При этом основное количество раствора серноватистокислого натрия добавляют в один прием, а затем постепенно прибавляют по 0,01 *мл* до обесцвечивания смеси.

Бромное число (X) — количество брома, расходуемое на 100 *мл* углеводорода в *г*, — вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}008 \cdot 100}{5} = 0{,}16\,(V_1 - V_2),$$

где:

V_1 — объем точно 0,1 н раствора бромид-бромата калия, взятый для испытания, в *мл*;

V_2 — объем точно 0,1 н раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование, в *мл*;

0,008 — количество брома, соответствующее 1,0 *мл* точно 0,1 н раствора бромид-бромата калия, в *г*;

5 — объем испытуемого продукта, взятый для испытания, в *мл*.

Бромное число испытуемого продукта вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Расхождение между двумя параллельными определениями бромного числа не должно превышать 10% от величины меньшего результата.

VI. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

8. Температуру кристаллизации определяют только для бензола.

а) *Применяемая аппаратура*

Прибор, состоящий из двух пробирок; внутренней — диаметром 25 *мм* и высотой 155 *мм*, служащей для определения температуры кристаллизации, и внешней, являющейся воздушной рубашкой. Диаметр большей пробирки 35 *мм*, высота 150 *мм*.

Внутренняя пробирка снабжена корковой пробкой с двумя отверстиями: одно для термометра и второе для мешалки. Пробирки вставляются одна в другую также с помощью корковой пробки.

Термометр Б-IV № 2 и Б-III № 2 по ГОСТ 215—57.

Мешалка из нихромовой проволоки или нержавеющей стали диаметром 1 *мм* или стеклянной палочки диаметром 2 *мм*. Один конец проволоки или палочки изогнут в виде кольца перпендикулярно к стержню с таким расчетом, чтобы внутрь кольца мог свободно проходить термометр.

Ледяная баня. Стакан химический вместимостью 1 *л*, наполненный измельченным льдом и водой.

б) *Проведение испытаний*

15 *мл* испытуемой пробы бензола помещают в меньшую пробирку, добавляют 3 капли воды и энергично встряхивают в течение 1—2 *мин*. Затем закрывают пробирку пробкой со вставленными в нее термо-

метром и мешалкой и быстро охлаждают в ледяной бане, все время перемешивая, до температуры 6—7° С.

Вынимают пробирку с бензолом из ледяной бани, досуха вытирают ее внешнюю поверхность, быстро вставляют во вторую пробирку — воздушную рубашку — и снова помещают прибор в ледяную баню таким образом, чтобы уровень охлаждающей жидкости в бане был не ниже уровня бензола в пробирке. При этом следят за тем, чтобы шарик термометра был полностью погружен в испытуемую жидкость.

Наблюдают температуру бензола, все время помешивая его мешалкой. Вначале температура падает, затем повышается и, достигнув максимума, останавливается на этом уровне в течение некоторого времени. Отмечают максимальную температуру с точностью до 0,05° С и записывают ее как температуру кристаллизации насыщенного водой бензола. Для пересчета на обезвоженный бензол к полученной цифре прибавляют установленную экспериментально поправку, равную 0,1° С.

Вносят также поправку на погрешность термометра (по паспорту) и в том случае, если столбик ртути в термометре выступает над пробкой, производят поправку на выступающий столбик ртути. Последнюю вычисляют по следующей формуле:

$$\Delta t = 0{,}00016 \cdot h\,(t_н - t_в),$$

где:

h — высота выступающего над пробкой столбика ртути в градусах шкалы термометра;

$t_н$ — наблюдаемая температура кристаллизации в °С;

$t_в$ — температура окружающего воздуха, замеренная другим термометром на уровне середины выступающего столбика ртути, в °С.

Расхождение между двумя параллельными определениями температуры кристаллизации не должно превышать 0,05° С.

VII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРОУГЛЕРОДА

9. Содержание сероуглерода в чистом бензоле определяют фотоколориметрически с помощью диэтиламина и уксуснокислой меди. Метод позволяет определять содержание сероуглерода в пределах 0,00003—0,001% (весовых). При большем содержании сероуглерода испытуемая проба бензола соответственно разбавляется чистым, свободным от сероуглерода бензолом.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—64, вместимостью 100 *мл*.

Пипетки по ГОСТ 1770—64, на 1 и 10 *мл*.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—64, вместимостью 100 *мл*.

Микробюретка по ГОСТ 1770—64, вместимостью 2 *мл*.

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 25 *мл*.

Фотоколориметр ФЭК-М или другой марки.

Медь уксуснокислая по ГОСТ 5852—51, 0,05%-ный спиртовой раствор, приготовленный растворением 50 *мг* тонкорастертого порошка уксуснокислой меди в 100 *мл* спирта-ректификата.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 9 1965 г.).

Диэтиламин — 1%-ный раствор свежеотогнанного диэтиламина в чистом бензоле, не содержащем сероуглерода (см. далее приготовление бензола, свободного от CS_2).

Кали едкое по ГОСТ 4203—65, спиртовой раствор, приготовленный растворением 11 *г* КОН в 90 *г* этилового спирта-ректификата (ГОСТ 5962—67).

Сероуглерод чистый.

Бензол по ГОСТ 5955—51 (чистый, для криоскопии).

Стандартные растворы сероуглерода № 1 и 2 в чистом бензоле.

б) *Подготовка к испытаниям*

Приготовление раствора № 1

В мерной колбе с притертой пробкой вместимостью 100 *мл* взвешивают приблизительно половину необходимого количества чистого бензола, свободного от сероуглерода. Затем добавляют 40—50 *мг* чистого сероуглерода, взвешенного с точностью до 0,0002 *г*, доводят объем до метки бензолом и взвешивают повторно.

Содержание сероуглерода в полученном бензоле должно составлять приблизительно 0,05% (весовых).

Приготовление раствора № 2

10 *мл* раствора № 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл* и доводят объем до метки чистым, не содержащим сероуглерода бензолом. Полученный раствор № 2 должен содержать приблизительно 0,005% сероуглерода.

Приготовление чистого сероуглерода

При отсутствии чистого сероуглерода, применяемого для построения калибровочного графика, он может быть приготовлен из каменноугольного технического сероуглерода (ГОСТ 445—64) следующим образом.

Исходный сероуглерод предварительно подвергают отгонке на лабораторной колонке с ректифицирующей способностью, равной приблизительно 25 теоретическим тарелкам (Клинская лаборатор-

ная колонка высотой 1 *м*), причем отбирают фракцию, кипящую в пределах 0,5—0,6° С.

Отобранную фракцию сероуглерода дважды моют серной кислотой, вначале 93—94%-ной, а затем 100%-ной. Серную кислоту в каждом случае берут в количестве 10% (по объему) от количества промываемого сероуглерода.

После отстаивания кислотный слой сливают из делительной воронки, и сероуглерод промывают дистиллированной водой, а затем нейтрализуют щелочью. После нейтрализации снова промывают продукт водой до нейтральной реакции по фенолфталеину и сушат хлористым кальцием.

Отфильтровывают продукт от хлористого кальция и подвергают его повторной ректификации на такой же лабораторной колонке с отбором фракции при постоянной температуре кипения.

Полученный сероуглерод пригоден для построения калибровочного графика. Чистый сероуглерод хранят под водой и перед применением сушат хлористым кальцием. Если при хранении сероуглерод приобретает желтоватый оттенок, его перегоняют из колбы с одношариковой насадкой.

Отгонка сероуглерода на Клинской колонке производится с помощью электрообогрева с соблюдением правил техники безопасности.

Приготовление чистого бензола, свободного от сероуглерода

В делительную воронку вместимостью 2 *л* помещают 1 *л* чистого бензола (ГОСТ 5955—51, бензол для криоскопии), добавляют 10% (по объему) спиртовой щелочи, тщательно взбалтывают в течение 5 *мин* и оставляют отстаиваться. После отстаивания спускают щелочной слой и промывают бензол дистиллированной водой до нейтральной реакции по фенолфталеину. Затем бензол сушат хлористым кальцием и отфильтровывают.

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в 10 конических колб вместимостью по 25 *мл*, снабженных притертыми пробками, наливают по 1 *мл* раствора диэтиламина. Затем в каждую из них приливают раствор № 2 и добавляют чистый, не содержащий сероуглерода, бензол в количествах, указанных в табл. 3.

Десятая колба, в которую сероуглерод не добавляют, служит для контрольного опыта.

При концентрации сероуглерода в растворе № 2, равной 0,005%, содержание сероуглерода в приготовленных растворах составит соответственно: в первой колбе — 0,00005%, во второй — 0,0001%, в третьей — 0,0002%, в четвертой — 0,0003%, в пятой — 0,0004%, в шестой — 0,0005%, в седьмой — 0,0006%, в восьмой — 0,0007%, в девятой — 0,0008%.

Таблица 3

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Количество раствора № 2 в *мл*	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	0
Количество чистого бензола в *мл*	9,9	9,8	9,6	9,4	9,2	9,0	8,8	8,6	8,4	10

После этого приливают во все колбы по 1 *мл* раствора уксуснокислой меди, тщательно взбалтывают и через 25—30 *мин* измеряют светопоглощение полученных растворов, применяя для сравнения раствор контрольного опыта.

Замеры производят при синем светофильтре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 2 *см* (в случае применения фотоколориметра ФЭК-М).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс количество сероуглерода в весовых процентах, а по оси ординат — соответствующее значение коэффициента светопоглощения.

Этим калибровочным графиком пользуются при последующих определениях содержания сероуглерода в бензоле.

в) *Проведение испытаний*

10 *мл* испытуемого бензола помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 25 *мл*, в которую предварительно наливают 1 *мл* раствора диэтиламина.

Затем добавляют 1 *мл* раствора уксуснокислой меди, тщательно взбалтывают и измеряют оптическую плотность (α) в тех же условиях, что и при построении калибровочного графика, применяя для сравнения одновременно приготовленный раствор контрольного опыта.

Весовое процентное содержание сероуглерода в бензоле находят по полученным значениям величин оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандартов» № 9 1965 г.).

VIII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТИОФЕНА

10. Содержание тиофена в бензоле определяют фотоколориметрическим методом с помощью изатина. Метод позволяет определять содержание тиофена в пределах 0,000025—0,001% (весовых).

При большем его содержании испытуемую пробу бензола разбавляют чистым, свободным от тиофена бензолом.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Бюретка с краном по ГОСТ 1770—64, вместимостью 25 *мл*.

Микробюретка по ГОСТ 1770—64, вместимостью 5 *мл*.

Пипетки по ГОСТ 1770—64, вместимостью 5 и 10 *мл*.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—64, вместимостью 100, 500 и 1000 *мл*.

Воронки стеклянные делительные по ГОСТ 8613—64, вместимостью 50 и 2000 *мл*.

Колба с притертой пипеткой вместимостью 20—25 *мл*.

Колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 50 *мл*.

Фотоколориметр ФЭК-М или другой марки.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, «х. ч.».

Железо сернокислое окисное по ГОСТ 9485—60.

Тиофен чистый.

Изатин чистый.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 3160—51.

Бензол чистый для криоскопии по ГОСТ 5955—51.

б) *Подготовка к испытаниям*

Приготовление раствора изатина

0,02 *г* изатина, взвешенного с точностью до 0,0002 *г*, прибавляют к 80 *мл* хлороформа и подогревают в течение 5 *мин* на водяной бане, не доводя раствор до кипения (не выше 60° С).

После охлаждения фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 100 *мл* и доводят до метки чистым бензолом, не содержащим тиофена (бензол приливают через тот же самый фильтр). Реактив хранят в прохладном месте в склянке с хорошо пришлифованной пробкой.

Приготовление раствора сернокислого железа

0,05 *г* сернокислого железа $(Fe_2SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ растворяют в 2—3 *мл* дистиллированной воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл* и доводят до метки концентрированной серной кислотой.

Приготовление растворов № 1 и 2 тиофена в чистом бензоле

Раствор № 1

В мерной колбе с пришлифованной пробкой вместимостью 100 *мл* взвешивают приблизительно 50 *мл* чистого бензола, не содержащего тиофена (см. ниже приготовление чистого бензола, свободного от тиофена). Затем добавляют в эту же колбу с помощью колбы с притер-

той пипеткой навеску около 50 *мг* чистого тиофена, взвешенного с точностью до 0,0002 *г*, доводят до метки бензолом и взвешивают повторно. Содержание тиофена в полученном растворе должно составлять приблизительно 0,05% (весовых).

Раствор № 2

10 *мл* раствора № 1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 *мл* и доводят до метки чистым, не содержащим тиофена бензолом.

Полученный раствор должен содержать приблизительно 0,005% тиофена.

Приготовление чистого бензола, свободного от тиофена

В делительную воронку вместимостью 2 *л* помещают 1 *л* чистого бензола для криоскопии (ГОСТ 5955—51) и промывают 200—250 *мл* концентрированной серной кислоты, в которую добавлено 5—10 *мл* 0,5%-ного раствора изатина в серной кислоте.

Спускают кислотный слой, нейтрализуют бензол едким натром и после нейтрализации несколько раз промывают дистиллированной водой, после чего пробу бензола проверяют на отсутствие тиофена по ГОСТ 5955—51. Если бензол окрашивается, то его повторно промывают серной кислотой.

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика готовят серию эталонных растворов. Для приготовления каждого раствора в сухую делительную воронку помещают 5 *мл* изатинового раствора и приливают с помощью микробюретки раствор № 2 из обычной бюретки чистый, не содержащий тиофена бензол в количествах, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Номер раствора	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Количество раствора № 2 в *мл*	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	0
Количество чистого бензола в *мл*	4,9	4,8	4,7	4,6	4,5	4,4	4,3	4,2	4,1	4,0	10

Смесь энергично взбалтывают, затем приливают 10 *мл* раствора сульфата железа в серной кислоте, снова взбалтывают в течение 1 *мин*, дают отстояться в течение 10—15 *мин* и сливают окрашенный слой в коническую колбу с притертой пробкой. Таким образом обрабатывают всю серию растворов. Одновременно приготовляют раствор

контрольного опыта, взбалтывая его в течение 1 *мин* 10 *мл* изатинового раствора с 10 *мл* чистого, не содержащего тиофена бензола и 20 *мл* раствора сульфата железа.

После отстаивания сернокислотный слой сливают в коническую колбу с притертой пробкой.

Содержание тиофена в эталонных растворах, если концентрация тиофена в растворе № 2 была равна 0,005%, составит соответственно: в первой колбе — 0,0001%, во второй — 0,0002%, в третьей — 0,0003%, в четвертой — 0,0004%, в пятой 0,0005%, в шестой — 0,0006%, в седьмой — 0,0007%, в восьмой — 0,0008%, в девятой — 0,0009%, в десятой — 0,001%.

Затем определяют оптическую плотность всех приготовленных растворов, применяя для сравнения раствор контрольного опыта. Фотоколориметрирование производят при зеленом светофильтре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 *мм*.

По полученным точкам строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию тиофена в весовых процентах, а по оси ординат — величину оптической плотности.

в) *Проведение испытаний*

В сухую делительную воронку помещают с помощью пипетки 5 *мл* изатинового раствора, затем приливают 5 *мл* исследуемой пробы бензола, энергично взбалтывают в течение 1 *мин* и добавляют пипеткой 10 *мл* раствора сернокислого железа. Снова взбалтывают в течение 1 *мин* и после отстаивания в течение 10—15 *мин* сливают сернокислотный слой в сухую колбу с притертой пробкой.

Затем производят измерение оптической плотности в тех же условиях, что и при построении калибровочного графика, применяя для сравнения одновременно приготовленный раствор контрольного опыта.

Процентное содержание тиофена в бензоле находят по полученным значениям величин оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком.

IX. ИСПЫТАНИЕ НА МЕДНОЙ ПЛАСТИНКЕ

11. Метод заключается в проведении качественной пробы, позволяющей обнаружить присутствие активных сернистых соединений в испытуемом продукте.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Стеклянные пробирки диаметром 15 *мм*, высотой 150 *мм*.

Баня водяная.

Щипцы никелированные.

Термометр Б-I № 2 по ГОСТ 215—57.

Медные пластинки из чистой электролитической меди длиной 40 *мм*, шириной 10 *мм*, толщиной 2 *мм*.

Наждачная бумага № 1 или 00.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Эфир этиловый по ГОСТ 6265—52.

Спирт и эфир должны выдержать испытание на медной пластинке.

б) *Проведение испытаний*

Медную пластинку, тщательно отшлифованную и отполированную, промывают спиртом, эфиром и просушивают на фильтровальной бумаге.

В пробирку до высоты около 60 *мл* наливают испытуемый бензол и погружают в него с помощью щипцов свежеочищенную пластинку.

Закрывают пробирку корковой пробкой и помещают ее в предварительно нагретую до 50 ± 2° С водяную баню таким образом, чтобы уровень бензола в пробирке был ниже уровня воды в бане.

При этой температуре пластинку выдерживают в течение 3 *ч*. Затем вынимают пробирку из водяной бани, выливают из нее жидкость и осторожно извлекают пластинку. Сравнивают ее цвет с цветом пластинки, не подвергавшейся испытанию.

Продукт считается не выдержавшим испытание, если пластинка покрылась черными, темно-коричневыми или серостальными налетами или пятнами.

При всех других изменениях или отсутствии изменений цвета пластинки продукт считается выдержавшим испытание.

Испытание на медной пластинке для каждого образца производят по двум параллельным пробам.

X. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРОВОДОРОДА И МЕРКАПТАНОВ (ДОКТОРСКАЯ ПРОБА)

12. Содержание сероводорода и меркаптанов в углеводородах определяют качественной реакцией.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Цилиндры измерительные с носиком по ГОСТ 1770—64, вместимостью 10 и 1000 *мл*.

Цилиндр измерительный с притертой пробкой по ГОСТ 1770—64, вместимостью 25 *мл*.

Стакан стеклянный по ГОСТ 10394—63 или фарфоровый по ГОСТ 9147—59, вместимостью около 1,5 *л*.

Склянка с притертой пробкой вместимостью 1,5 *л*.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, «х. ч.».

Окись свинца по ГОСТ 9199—59, «х. ч.».

Серный цвет по ГОСТ 702—41, чистый и сухой, проверенный на отсутствие в нем сероводорода путем проведения контрольного анализа с бессернистым бензолом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Раствор плюмбита натрия, приготовленный как указано ниже.

В фарфоровом или стеклянном стакане вместимостью 1,5 *л* растворяют 125 *г* едкого натра, взвешенного с точностью до 0,01 *г*

в 1000 *мл* дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют 60 *г* окиси свинца и кипятят в течение 30 *мин*. Затем раствор охлаждают и дают ему отстояться. Отстоявшийся прозрачный раствор плюмбита натрия сливают в склянку вместимостью 1,5 *л* и плотно закрывают ее пробкой.

В случае появления мути раствор перед употреблением фильтруют.

б) *Проведение испытания*

В измерительный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 25 *мл* наливают 10 *мл* испытуемого продукта, прибавляют 5 *мл* плюмбита натрия и сильно взбалтывают в течение 15 *сек*. Затем прибавляют такое количество тонкоизмельченного серного цвета, чтобы нерастворившийся в испытуемом продукте избыток располагался тонким слоем на границе углеводородного и щелочного слоев, и снова взбалтывают в течение 15 *сек*. После отстаивания смеси в течение 1 *мин* наблюдают окраску серного цвета и углеводородного слоя.

Продукт считается выдержавшим испытание, если цвет его не изменился и пленка серного цвета осталась желтой, или слегка посерела, или покрылась темными точками. Это означает, что сероводород и меркаптаны в продукте отсутствуют.

Продукт считается не выдержавшим испытание, если окраска продукта или серного цвета изменилась и приобрела оранжевое, коричневое или другое темное окрашивание.

XI. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФИРУЕМЫХ ВЕЩЕСТВ

13. Сульфируемые вещества в ароматических углеводородах определяют в соответствии с требованиями стандартов на них.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Сульфуратор по ГОСТ 9341—60.

Воронка стеклянная с длинной ножкой.

Бюретка по ГОСТ 1770—64, вместимостью 25 *мл*.

Олеум по ГОСТ 2184—65 для нитрации, разбавленный до 3%-ного содержания свободного серного ангидрида.

Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 4161—48.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—66.

б) *Проведение испытаний*

В сульфуратор наливают при помощи воронки олеум в таком количестве, чтобы уровень его доходил до нижнего штриха шкалы.

Испытуемую пробу сушат в течение 20 *мин* хлористым кальцием или прокаленным сернокислым натрием, фильтруют от взвешенных частиц и осторожно наливают в сульфуратор в количеетве 25 *мл* до верхнего штриха шкалы.

Сульфуратор плотно закрывают пробкой и, переводя смесь в верхний шар, охлаждают последний водой в течение 10—15 *мин*. Затем смесь перемешивают поочередным переливанием из одного

шара в другой и взбалтыванием при одновременном охлаждении стенок водой; при этом пробку сульфуратора необходимо крепко придерживать пальцем.

При испытании сольвента последний, не просушивая, наливают в сульфуратор из бюретки небольшими порциями по 2—3 *мл*, производят перемешивание и охлаждение после приливания каждой отдельной порции до полного прекращения разогревания смеси в течение 5—10 *мин*.

Перед наливом следующей порции сольвента смесь собирают в нижний шар сульфуратора, а верхний охлаждают водой до полной конденсации паров углеводородов. После налива всего количества испытуемого продукта (25 *мл*) смесь энергично взбалтывают и охлаждают.

Операцию сульфирования считают законченной, если смесь после энергичного взбалтывания не разогревается в течение 5—10 *мин*.

После окончания сульфирования смесь в сульфураторе оставляют в покое в течение 2 *ч*, а затем отсчитывают по делениям бюретки объем углеводородного слоя (объем несульфирующихся углеводородов).

Температура смеси при отсчете не должна отличаться от температуры взятых для испытания олеума и углеводорода более чем на ±0,5° С.

Содержание сульфируемых веществ в процентах по объему (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = 100 - 4V,$$

где V — объем несульфирующихся примесей (верхнего углеводородного слоя) в *мл*.

XII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕАКЦИИ

14. Реакцию углеводородов определяют сравнением окраски водного слоя пробы с контрольным.

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*:

воронка делительная по ГОСТ 8613—64 вместимостью 250—300 *мл*;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—64 вместимостью 10 и 100 *мл*;

метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,2%-ный раствор в 60%-ном этиловом спирте;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 0,1 н раствор.

б) *Проведение испытания*

В делительную воронку наливают 10 *мл* свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и 100 *мл* испытуемого продукта. Воронку закрывают пробкой и энергично взбалтывают содержимое в течение 1 *мин*. После отстаивания раствора водную вытяжку сливают в чистую пробирку и добавляют две капли метилового красного.

Испытуемый раствор не должен приобретать розового окрашивания. Розовое окрашивание должно появиться при прибавлении к раствору 0,05 *мл* (одной капли) 0,1 н раствора серной кислоты.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 9 1965 г.).

XIII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫСОТЫ СЛОЯ ВОДЫ В ЦИСТЕРНЕ

15. Определение высоты слоя воды в цистерне производят с помощью водочувствительной бумаги, прикрепленной к концу деревянной рейки длиной около 3,5 *м*.

Водочувствительную бумагу приготовляют следующим образом.

В фарфоровой чашке по ГОСТ 9147—59 нагревают одну весовую часть сахара по ГОСТ 21—57 или ГОСТ 22—66 до превращения его в карамель, после чего при непрерывном размешивании прибавляют четыре весовые части глицерина по ГОСТ 6259—52, нагретого до кипения; затем в смесь добавляют измельченный в порошок двухромовокислый калий по ГОСТ 4220—65 в количестве 2—2,5% от суммы весов сахара и глицерина; во время прибавления двухромовокислого калия горелку отставляют, затем смесь снова нагревают и размешивают в течение 2—3 *мин*. Нагревание производят осторожно во избежание вспышки выделяющихся паров. Полученный препарат в горячем состоянии наносят на пергаментную бумагу, которую после высыхания разрезают на полоски длиной 20—25 *см* и шириной 2—3 *см*.

Подготовленную полоску водочувствительной бумаги прикрепляют к концу штанги, которую опускают в цистерну с углеводородом до дна и держат в вертикальном положении 1—2 *мин*.

При наличии слоя воды на дне цистерны на водочувствительной бумаге обозначается граница между водой и углеводородом.

Расстояние от нижнего конца штанги до границы слоев на бумаге принимают за высоту слоя воды в цистерне.

XIV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИСПАРЯЕМОСТИ

16. Полоску чистой фильтровальной бумаги смачивают тремя каплями испытуемого продукта и выдерживают в течение 15 *мин* при комнатной температуре (20 ± 3° С).

Продукт считают полностью испарившимся, если по истечении 15 *мин* на фильтровальной бумаге не останется маслянистого пятна, обнаруживаемого просмотром в проходящем и отраженном свете.

Замена

ГОСТ 400—64 введен взамен ГОСТ 400—41.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 10515—63 введен взамен ГОСТ 7774—55.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 4166—66 введен взамен ГОСТ 4166—48.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4220—65 введен взамен ГОСТ 4220—48.
ГОСТ 4160—65 введен взамен ГОСТ 4160—48.
ГОСТ 4457—65 введен взамен ГОСТ 4457—48.
ГОСТ 4232—65 введен взамен ГОСТ 4232—48.
ГОСТ 4203—65 введен взамен ГОСТ 4203—48.
ГОСТ 445—64 введен взамен ГОСТ 445—55.
ГОСТ 2184—65 введен взамен ГОСТ 2184—59.
ГОСТ 22—66 введен взамен ГОСТ 22—57.
ГОСТ 4161—67 введен взамен ГОСТ 4161—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

gost.e-ecolog.ru