УДК 661.715.7 : 547.737.06 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

Метод определения содержания тиофена в бензоле

Benzene hydrocarbons and allied products.
Method of determination of thiophene content in benzene

ГОСТ 2706.5—74*

Взамен ГОСТ 2706—63 в части разд. 8

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 ноября 1974 г. № 2592 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 5-87)

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

Метод основан на взаимодействии тиофена, содержащегося в бензоле, с изатином с образованием растворимого в серной кислоте индофенина, с последующим измерением оптической плотности кислотного слоя и определением содержания тиофена по градуировочному графику.

Метод позволяет определять массовую долю тиофена в пределах 0,00002—0,001%. При меньшем содержании тиофена пробу удваивают, при большем — пробу соответственно разбавляют бензолом, приготовленным по п. 2.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 с зеленым светофильтром или любой другой марки с аналогичным светофильтром ($\lambda = 540 \pm \pm 10$ нм);

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,5, 25 или 50 см^3.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 5, 10 и 20 см^3.

Колбы мерные с пришлифованными пробками по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500 и 1000 см^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

Воронки делительные по ГОСТ 8613—75, вместимостью 50 и 2000 см³.

Колбы конические с пришлифованными пробками по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 и 100 см³.

Воронка фильтрующая по ГОСТ 9775—69, типа ВФ.

Цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—72, типа НН, вместимостью 10 и 100 см³.

Бюретка с автоматическим нулем и склянкой по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 см³.

Склянка из темного стекла, с пришлифованной пробкой, вместимостью 100 см³.

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

Баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Железо сернокислое окисное по ГОСТ 9485—74, раствор в серной кислоте готовят следующим образом: 0,05 г сернокислого окисного железа взвешивают в стакане вместимостью 10 см³ с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют при нагревании в 2—3 см³ воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора до метки серной кислотой.

Хлороформ.

Тиофен чистый.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч., не содержащий тиофен, готовят по п. 2.1.

Изатин чистый, раствор, приготовленный по п. 2.2. и 0,5 %-ный раствор в серной кислоте.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 10—15%-ный раствор.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77 или натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление бензола, не содержащего тиофен

1 дм³ бензола помещают в делительную воронку и промывают в три-четыре приема 200—300 см³ серной кислоты, в которую

предварительно добавляют 5—10 см³ 0,5%-ного раствора изатина в серной кислоте. Содержимое воронки каждый раз встряхивают в течение 2—3 мин, после этого кислотный слой сливают сразу после отстаивания. К бензолу приливают около 100 см³ раствора гидроокиси натрия, снова встряхивают и после отстаивания сливают щелочной слой. Затем бензол промывают несколько раз дистиллированной водой до нейтральной реакции по фенолфталеину и сушат сернокислым натрием или хлористым кальцием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Приготовление раствора изатина

0,02 г изатина, взвешенного в стакане вместимостью 10 см³ с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают цилиндром 80 см³ хлороформа, смесь подогревают при перемешивании до 30—40°С на водяной бане и после охлаждения фильтруют через бумажный фильтр или фильтрующую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки бензолом, не содержащим тиофен, приливая его через тот же фильтр.

Раствор изатина годен для использования в течение 3 суток, хранят его в прохладном месте в склянке из темного стекла с хорошо пришлифованной пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Построение градуировочных графиков

2.3.1. Для построения градуировочных графиков 1 и 2 готовят три исходных раствора тиофена в бензоле.

Исходный раствор I с массовой долей тиофена около 0,05% готовят следующим образом: в предварительно взвешенную мерную или коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают около 50 см³ бензола, не содержащего тиофен, и взвешивают. Затем в эту же колбу добавляют примерно 50 мг (несколько капель) тиофена, взвешивают, доводят объем раствора бензолом 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 тиофена.

Исходный раствор II с массовой долей тиофена около 0,005% готовят разбавлением 10 см³ исходного раствора I, отмеренного пипеткой, до 100 см³, бензолом, не содержащим тиофен.

Исходный раствор III, с массовой долей тиофена около 0,0005% готовят разбавлением 10 см³ исходного раствора II, отмеренного пипеткой, до 100 см³ бензолом, не содержащим тиофен.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Градуировочный график 1 предназначен для определения массовой доли тиофена от 0,0001 до 0,001%.

В десять сухих делительных воронок вместимостью 50 см³ каждая наливают пипеткой по 5 см³ раствора изатина, из бюреток при-

ливают бензол, не содержащий тиофен, и исходный раствор II в объемах, указанных в табл. 1. В одиннадцатую контрольную воронку наливают только 10 см³ раствора изатина и 5 см³ бензола, не содержащего тиофен.

Таблица 1

Номер воронки	Объем бензола, не содержащего тиофен, см³	Объем исходного раствора II, см³	Массовая доля тиофена в растворах сравнения, %
1	4,9	0,1	0,0001
2	4,8	0,2	0,0002
3	4,7	0,3	0,0003
4	4,6	0,4	0,0004
5	4,5	0,5	0,0005
6	4,4	0,6	0,0006
7	4,3	0,7	0,0007
8	4,2	0,8	0,0008
9	4,1	0,9	0,0009
10	4,0	1,0	0,001
11	5,0	—	—

Вместо делительных воронок можно пользоваться коническими колбами с пришлифованными пробками.

В десять воронок добавляют по 10 см³ раствора сернокислого железа, а в одиннадцатую контрольную воронку — 20 см³. Содержимое воронок энергично взбалтывают в течение 2 мин и оставляют стоять на 10 мин, после этого сливают кислотный слой полученных растворов сравнения из воронок или отбирают пипеткой из колб в кюветы с расстоянием между рабочими гранями 10 мм и сразу же измеряют оптические плотности на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание тиофена в процентах, а по оси ординат — соответствующие величины оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

В десять сухих делительных воронок вместимостью 50 см³ каждая наливают пипеткой по 5 см³ раствора изатина, из бюреток приливают бензол, не содержащий тиофен, и исходный раствор III в объемах, указанных в табл. 2.

В одиннадцатую контрольную воронку наливают только 10 см³ раствора изатина и 25 см³ бензола, не содержащего тиофен.

Далее поступают так же, как и при построении градуировочного графика 1, только при измерении оптических плотностей пользуются кюветами с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

Таблица 2

Номер воронки	Объем бензола, не содержащего тиофен, см³	Объем исходного раствора III, см³	Массовая доля тиофена в растворах сравнения, %
1	24,5	0,5	0,00001
2	24,0	1,0	0,00002
3	23,5	1,5	0,00003
4	23,0	2,0	0,00004
5	22,5	2,5	0,00005
6	22,0	3,0	0,00006
7	21,5	3,5	0,00007
8	21,0	4,0	0,00008
9	20,5	4,5	0,00009
10	20,0	5,0	0,0001
11	25,0	—	—

Примечание. В табл 1 и 2 приведены концентрации тиофена в растворах сравнения при его содержании в исходном растворе II точно 0,005%, в исходном растворе III точно 0,0005%.

Проверку градуировочных графиков производят при замене отдельных частей в приборе или его ремонте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В сухую делительную воронку вместимостью 50 см³ наливают пипеткой 5 см³ раствора изатина, затем в зависимости от содержания тиофена в продукте приливают 5 или 25 см³ анализируемого бензола и 10 см³ раствора сернокислого железа.

Содержимое воронки энергично взбалтывают в течение 2 мин, после 10 мин отстаивания сливают кислотный слой из воронки или отбирают пипеткой из колбы в кювету и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при тех же условиях, при которых строились градуировочные графики 1 или 2, применяя для сравнения одновременно приготовленный контрольный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Результат анализа делится на 2 при удвоении количества анализируемой пробы или умножается на кратность разбавления при разбавлении пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

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

Изменение № 2 ГОСТ 2706.5—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Метод определения содержания тиофена 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 слово: «содержание» на «массовая доля»; третий абзац. Заменить слова: «меньшем содержании» на «меньшей массовой доле», «большем» на «большей».

Раздел 1. Пятый абзац. Заменить ссылки и слова: «ГОСТ 8613—75, вместимостью 50» на «ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100»;

шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9775—69 на ГОСТ 25336—82;

девятый абзац. Заменить ссылку и слова: «ГОСТ 10394—72, типа НН» на «ГОСТ 25336—82 типа В или Н»;

двенадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10576—74»;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»; дополнить словами: «и перемешивают»;

девятнадцатый абзац. Заменить слова: «0,5%-ный раствор в серной кислоте» на «раствор массовой концентрации 0,005 г/см^3 в серной кислоте»;

двадцатый абзац. Заменить слова: «10—15%-ный раствор» на «раствор массовой концентрации 0,10—0,15 г/см^3»;

двадцать второй абзац. Заменить слова: «0,1%-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор массовой концентрации 0,001 г/см^3»;

дополнить абзацем: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными характеристиками».

Пункт 2.1. Заменить слова: «0,5%-ного раствора изатина» на «раствора изатина массовой концентрации 0,005 г/см^3».

Пункт 2.2. Заменить слова: «с погрешностью не более» на «(результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 2.3.1. Заменить слова: «Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 2.3.2. Последний абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовую долю».

Пункт 2.3.3. Таблица. Примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Для приготовления растворов сравнения по табл. 1 и 2 массовая доля тиофена в исходных растворах II и III должна быть точно 0,005 % и 0,0005 % соответственно».

Пункт 3.1 дополнить абзацем: «При анализе бензола с окраской серной

(Продолжение см. с. 128)

кислоты 0,6 и более единиц предварительно проводят контрольное определение без добавления раствора изатина».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «определяют процентное содержание» на «находят массовую долю»;

второй абзац. Заменить слова: «делится» на «делят», «умножается» на «умножают»;

дополнить словами: «При проведении контрольного определения из оптической плотности, измеренной для пробы бензола, приготовленной по п. 3.1, вычитают оптическую плотность для той же пробы, приготовленной аналогично, но без добавления изатина.

По полученному результату находят, пользуясь графиком, массовую долю тиофена».

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

(ИУС № 5 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru