



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

**УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ
БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА**

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 2706.1-74—ГОСТ 2706.13-74

Издание официальное



УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ
БЕНЗОЛЬНОГО РЯДАМетод определения содержания
сероуглерода в бензолеBenzene hydrocarbons and allied products.
Methods of determination of carbon sulphide in benzeneГОСТ
2706.4-74*Взамен
ГОСТ 2706-63
и части разд. 7Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 22 ноября 1974 г. № 2591 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

610494
(ИУС 5-87)

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

Метод основан на взаимодействии сероуглерода, содержащегося в бензоле, с диэтиламином и уксуснокислой медью с образованием растворимой в толуоле желто-коричневой или светло-желтой соли диэтилдитиокарбамина меди, с последующим измерением оптической плотности раствора и определением содержания сероуглерода по градуировочному графику.

Метод позволяет определять массовую долю сероуглерода в пределах 0,00002—0,001%.

При большем содержании сероуглерода пробу бензола соответственно разбавляют толуолом.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 с синим светофильтром или любой другой марки с аналогичным светофильтром ($\lambda = 440 \pm \pm 10$ нм).

Колонка ректификационная лабораторная, разделительной способностью, эквивалентной примерно 20—25 теоретическим тарелкам.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

Цилиндры измерительные с носиком по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 и 100 см³.

Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1 и 10 см³.

Бюретки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 5 и 50 см³.

Колбы мерные с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50, 100 и 500 см³.

Воронка делительная по ГОСТ 8613-75, вместимостью 500 см³.

Колбы конические с пришлифованной пробкой по ГОСТ 10394-72, вместимостью 50 и 100 см³.

Медь уксуснокислая по ГОСТ 5852-79, тонко растертый порошок.

Диэтиламин, свежеперегнанный.

Толуол по ГОСТ 5789-78, ч. д. а.

Сероуглерод синтетический технический по ГОСТ 19213-73 или сероуглерод, приготовленный из технического каменноугольного сероуглерода (ГОСТ 445-75) по п. 2.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, х. ч., 15-20%-ный раствор.

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

Кальций хлористый по ГОСТ 4460-77.

Реактив смешанный, готовят следующим образом: 0,05 г уксуснокислой меди взвешивают на часовом стекле с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в мерную колбу, вместимостью 500 см³. Затем в колбу приливают 7,5 см³ диэтиламина и доводят объем колбы толуолом до метки.

Реактивом можно пользоваться через сутки после приготовления. Реактив годен для использования в течение одного месяца, хранят его в темном месте.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление чистого сероуглерода

Чистый сероуглерод может быть приготовлен из технического каменноугольного сероуглерода следующим образом: технический сероуглерод дважды промывают серной кислотой в делительной воронке из расчета 10-20% серной кислоты для каждой промывки от объема взятого сероуглерода. После 20-30 мин отстаивания кислотный слой сливают, а сероуглерод промывают дистиллированной водой, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия и снова

промывают водой до нейтральной реакции, которую определяют по фенолфталеину. После этого продукт сушат хлористым кальцием.

Высушенный продукт подвергают ректификации и отбирают сероуглерод с температурой кипения 46,3°C. Отгонку сероуглерода на колонке производят с помощью электронагрева с соблюдением правил по технике безопасности для легкокипящих и пожароопасных химических продуктов. Полученный сероуглерод хранят под водой и перед применением сушат хлористым кальцием.

2.2. Построение градуировочных графиков

2.2.1. Для построения градуировочных графиков 1 и 2 готовят два исходных раствора сероуглерода в толуоле.

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

Исходный раствор II с массовой долей сероуглерода около 0,005% готовят разбавлением 10 см³ исходного раствора I, отмеренного бюреткой до 100 см³ толуолом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Градуировочный график I предназначен для определения массовой доли сероуглерода от 0,0001 до 0,001%.

В девять мерных или конических колб вместимостью 50 см³ наливают из бюреток толуол и исходный раствор II в объемах, указанных в табл. I.

В десятую контрольную колбу наливают только 20 см³ толуола.

Таблица I

Номер колбы	Объем толуола, см ³	Объем исходного раствора II, см ³	Массовая доля сероуглерода в растворах сравнения, %
1	19,6	0,4	0,0001
2	19,2	0,8	0,0002
3	18,8	1,2	0,0003
4	18,4	1,6	0,0004
5	17,6	2,4	0,0006
6	17,2	2,8	0,0007
7	16,8	3,2	0,0008
8	16,4	3,6	0,0009
9	16,0	4,0	0,001
10	20,0	—	—

Во все колбы (включая контрольную) пипеткой приливают по 2 см³ смешанного реактива, взбалтывают содержимое колб в течение 1 мин и оставляют стоять на 15 мин.

Оптические плотности растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к контрольному раствору в кюветках с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график 1, откладывая по оси абсцисс массовую долю сероуглерода в пробах, а по оси ординат — соответствующие величины оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

В девять мерных или конических колб вместимостью 100 см³ наливают из бюреток толуол и исходный раствор II в объемах, указанных в табл. 2.

В десятую контрольную колбу наливают только 50 см³ толуола.

Таблица 2

Номер колбы	Объем толуола, см ³	Объем исходного раствора II, см ³	Массовая доля сероуглерода в растворах сравнения, %
1	49,8	0,2	0,00002
2	49,7	0,3	0,00003
3	49,6	0,4	0,00004
4	49,5	0,5	0,00005
5	49,4	0,6	0,00006
6	49,3	0,7	0,00007
7	49,2	0,8	0,00008
8	49,1	0,9	0,00009
9	49,0	1,0	0,0001
10	50,0	—	—

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

Далее поступают так же, как и при построении градуировочного графика 1, только при измерении оптических плотностей пользуются кюветками с расстоянием между рабочими гранями 50 мм.

Градуировочный график проверяют при замене отдельных частей в приборе или его ремонте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 50 или 100 см³ в зависимости от содержания в анализируемом продукте сероуглерода наливают соответственно 20 или 50 см³ бензола и добавляют пипеткой 2 см³ смешанного реактива.

Содержимое колбы взбалтывают в течение 1 мин и после 15 мин отстаивания измеряют оптическую плотность в тех же условиях, при которых строились градуировочные графики 1 или 2, применяя для сравнения одновременно приготовленный контрольный раствор.

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

Если значение оптической плотности составляет менее 0,01, считают, что сероуглерод в бензоле отсутствует.

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

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

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

Изменение № 2 ГОСТ 2706.4—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Метод определения содержания сероуглерода 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 слова: «содержания» на «массовой доли»;

последний абзац. Заменить слова: «большем содержании» на «большой массовой доле».

(Продолжение см. с. 126)

Раздел 1. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10576—74»; заменить ссылки: ГОСТ 8613—75, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82;

пятнадцатый абзац. Заменить слова: «15—20%-ный раствор» на «раствор массовой концентрации 0,15—0,2 г/см³»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «0,1%-ный спиртовой раствор» на «спиртовой раствор массовой концентрации 0,001 г/см³»;

восемнадцатый абзац после слова «взвешивают» дополнить словами: «(результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)»; исключить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г»; заменить слово:

«колбы» на «раствора»;

дополнить абзацем: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ

(Продолжение см. с. 127)

24104—80 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными характеристиками»

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 2.2.3. Таблица. Примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Для приготовления растворов сравнения по табл. 1 и 2 массовая доля сероуглерода в исходном растворе II должна быть точно 0,005 %».

Пункт 3.2. Заменить слова: «процентное содержание» на «массовую долю».

(Продолжение см. с. 128)

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

второй абзац. Исключить слово: «от».

(ИУС № 5 1987 г.)