

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 Этилбензол технический. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.06.88 № 2448

Дата введения 01.11.88

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см³; л на дм³.

Пункт 1.2. Таблица 1. Графа «Наименование показателя». Пункт 5. Исключить слова: «и высших углеводородов»;

графа «Норма». Для показателя 1 исключить слово: «однородная»; для показателя 4 заменить значения: 99,8 на 99,80; 99,5 на 99,50; примечание изложить в новой редакции:

«Причение. Массовую долю серы и массовую долю железа определяют только в этилбензоле, предназначенном для производства окиси пропиленов».

Стандарт дополнить разделом 2а (перед разделом 2):

«2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а.1. Технический этилбензол — легко воспламеняющаяся жидкость с ароматическим запахом. Показатели пожаровзрывоопасности, определяемые по ГОСТ 12.1.044—84: температура вспышки — не ниже 20°C, температура самовоспламенения — не ниже 420°C, температурные пределы воспламенения — 18—45°C, концентрационные пределы воспламенения — 0,9—3,9% (по объему).

2а.2. Технический этилбензол по степени воздействия на организм человека относится к малоопасным веществам (класс опасности 4 по ГОСТ 12.1.007—76). Обладает общетоксическим действием. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилбензола в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м³. При превышении ПДК вызывает поражение крови и кроветворных органов, раздражение слизистых оболочек, головную боль, головокружение, боли в области сердца, раздражение кожи. При высоких температурах других токсичных соединений в воздушной среде не образует. Контроль за содержанием этилбензола в воздухе рабочей зоны проводят по методикам, утвержденным Минздравом СССР.

2а.3. Этилбензол может попадать в организм через органы дыхания и кожу. Индивидуальными средствами защиты являются фильтрующий противогаз марки А или БКФ и специальная одежда.

2а.4. При попадании этилбензола на кожу следует смыть его струей воды, а затем смазать кожу смягчающим кремом.

2а.5. В производственных условиях должна быть предусмотрена герметизация производственного оборудования, приточно-вытяжная вентиляция. Не допускается применение открытого огня и источников искрообразования.

Электрооборудование и освещение должны быть во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы — заземлены.

2а.6. В закрытых помещениях места отбора технологических проб должны быть оборудованы вытяжной вентиляцией.

2а.7. При загорании небольших количеств этилбензола в качестве первичных средств тушения следует применять пенные, углекислотные, хладоновые и порошковые огнетушители, песок, асбестовую кошму.

Для тушения пожаров этилбензола в резервуарах и производственных помещениях следует использовать воздушно-механическую пену средней кратности.

2а.8. Запрещается применение сжатого воздуха при сливе и перекачке этилбензола.

2а.9. Для предотвращения электростатического искрообразования при производстве этилбензола следует выполнять требования ГОСТ 12.1.018—86*.

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. ПРИЕМКА

2.1. Технический этилбензол принимают партиями. Партией считаются любое количество технического этилбензола, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии и количество мест в партии;

дату изготовления;

массу нетто;

предупредительную надпись «Огнеопасно»;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

При поставке этилбензола для экспорта форма документа должна соответствовать заказу-наряду внешнеторговой организации.

2.2. Массовую долю серы и массовую долю железа определяют в техническом этилбензоле, предназначенном для экспорта, если определение данных показателей предусмотрено в заказе-наряде.

2.3. Плотность при 20°C этилбензола определяют только по требованию потребителя.

2.4. Для проверки качества технического этилбензола на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают каждую четвертую цистерну, но не менее двух, если партия состоит из двух, трех или четырех цистерн.

Допускается у изготовителя отбирать пробу этилбензола из резервуар-хранилища перед разливом его по цистернам.

2.5. Массовую долю хлора изготовитель определяет периодически не реже одного раза в декаду.

2.6. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранный от удвоенной выборки той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

Раздел 3 дополнить пунктом 3.1а (перед пунктом 3.1):

«3.1а. Допускается использование аналогичных указанным в разд. 3 приборов, посуды, аппаратурой с техническими и метрологическими характеристиками, обеспечивающими заданную точность измерения».

Пункт 3.1.1 изложить в новой редакции:

«3.1.1. Пробу отбирают по ГОСТ 2517—85. Объем объединенной пробы должен быть не менее 0,5 дм³».

Пункт 3.2 исключить.

Пункт 3.3 дополнить словами: «при температуре 15—30°C».

Пункт 3.4.1 изложить в новой редакции:

«3.4.1. Поступа, реактивы, растворы

Воронка ВД-1—250 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—25 и 1—50 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—50 по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Метиловый оранжевый (индикатор), ч.д.а., раствор с массовой долей 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77».

Пункт 3.4.2. Второй и третий абзацы изложить в новой редакции:

«В первый стакан добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина, во второй — 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 С. 3

Этилбензол соответствует требованиям настоящего стандарта, если содержимое первого стакана не окрасилось в малиновый цвет, второго — в красный.

Пункты 3.5, 3.5.1, 3.5.2, 3.5.3 и 3.5.4 изложить в новой редакции:

«3.5. Определение массовой доли этилбензола, изопропилбензола и диэтилбензола

3.5.1. *Аппаратура, посуда, реактивы*

Хроматограф газовый лабораторный типа ЛХМ-80 или другого типа с аналогичными характеристиками с пламенно-ионизационным детектором.

Колонки газохроматографические длиной 1 и 3 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы лабораторные аналитические модели ВЛА-200 или другие с ценой деления 0,0001 г.

Весы технические типа ВЛТК-500 или весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий нагрев до 200—250°C.

Баня водяная.

Насос вакуумный или водоструйный.

Микрошприц типа МШ-10 вместимостью 10 мм³.

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83 или другие оптические устройства с ценой деления 0,1 мм.

Набор сит «Физприбор» или сита аналогичного типа.

Стакан В-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Носитель твердый — хроматон N-AW или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий аналогичное разделение; любая фракция с частицами размером в пределах 0,125—0,315 мм.

Фаза жидкая — эфир ди-2-этилгексиловый себациновой кислоты для хроматографии.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

н-Гексан, ч. или х.ч., хроматографии.

н-Гептан, х.ч., для хроматографии.

н-Октан, ч. или х.ч., для хроматографии.

н-Нонан, ч. или х.ч., для хроматографии.

м-Этил-изопропилбензол, ч.

Додекан, х.ч., для хроматографии.

Гексадекан, ч.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х.ч.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Этилбензол для хроматографии, ч.д.а.

о-Ксиол, ч.

Изопропилбензол, ч.

Диэтилбензол, ч. (любой из изомеров).

Газ-носитель — азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 или аргон по ГОСТ 10157—79.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022—80.

Воздух сжатый для питания приборов.

3.5.2. *Подготовка к анализу*

3.5.2.1. *Приготовление неподвижной фазы*

Твердый носитель высушивают в сушильном шкафу при температуре 120—150°C в течение 3—4 ч.

Для приготовления неподвижной фазы взвешивают в стакане ди-2-этилгексиловый эфир себациновой кислоты в количестве 10% от массы твердого носителя (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в этиловом спирте (80% от объема твердого носителя).

С. 4 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9885-77

Приготовленный раствор помещают в круглодонную колбу и добавляют к нему предварительно взвешенный твердый носитель (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака). Колбу закрывают пробкой с двумя отверстиями и содержимое ее перемешивают, осторожно встряхивая в течение 30 мин. Затем, продувая колбу инертным газом, испаряют растворитель на водяной бане при температуре 60—65°C, периодически встряхивая до смычного состояния насадки. Для полного удаления растворителя колбу с насадкой подсоединяют к водоструйному или вакуумнасосу на 30 мин.

Приготовленной неподвижной фазой заполняют колонки, помещают их в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 30—50 см³/мин при температуре 100°C в течение не менее 25 ч.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

При определении диэтилбензола предварительно определяют чувствительность прибора к нему. Для этого готовят искусственную смесь, состоящую из диэтилбензола и бензола, с таким расчетом, чтобы массовая доля диэтилбензола в смеси составляла примерно 0,0005%. С целью более точного приготовления искусственной смеси вначале готовят смесь с массовой долей 0,5% диэтилбензола в бензоле. Затем 0,1 см³ приготовленной смеси вводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с бензолом. Смесь тщательно перемешивают и анализируют при условиях, указанных в п. 3.5.2.2.

3.5.2.2. Условия проведения анализа

Анализ этилбензола проводят на двух колонках длиной 1 и 3 м. Хроматограмму на колонке длиной 3 м снимают для определения всех примесей, содержащихся в техническом этилбензоле, за исключением примеси диэтилбензола, определяемой на колонке длиной 1 м.

Условия градуировки и работы хроматографа указаны в табл. 2.

Таблица 2

Параметр	Длина колонки, м	
	3	1
Температура термостата, °С	95—100	200—220
Температура испарителя, °С	25—30	20—30
Скорость газа-носителя, см ³ /мин	Не более 2	Не менее 2
Объем вводимой пробы, мм ³	200—240	
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч *	30 10 ⁻¹⁰ «Внутренний эталон»	25—40 10 ⁻¹² «Внутренний эталон» или «абсолютная калибровка»
Продолжительность анализа, мин		
Входное сопротивление, А		
Метод количественной интерпретации		
«Внутренний эталон»	н-Гексан * или н-гептан, или н-октан, или н-нонан	м-Этилизопропиленбензол или додекан, или гексадекан

* В качестве «внутреннего эталона» при определении всех примесей, за исключением примеси диэтилбензола, применяют н-гексан или любой другой парафиновый углеводород, который не должен входить в состав примесей анализируемого продукта. При использовании в качестве «внутреннего эталона» н-гексана пик его фиксируется при скорости движения диаграммной ленты 720 мм/ч с последующим учетом соотношения скоростей при обсчете хроматограмм.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 С. 5

3.5.2.3. Градуировка прибора

Количественное содержание примесей в этилбензоле определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов.

Для градуировки прибора готовят не менее трех искусственных смесей, близких по составу к анализируемому этилбензолу. Для этого в колбу с резиновым уплотнением или с притертой пробкой помещают этилбензол, затем микрошлипцием вводят примеси, указанные на хроматограмме (черт. 1), кроме примесей парафиновых углеводородов, и «внутренний эталон». Массовая доля каждой вводимой примеси и «внутреннего эталона» должна составлять 0,01—0,05%. После введения каждого компонента колбу взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Снимают не менее трех хроматограмм для каждой искусственной смеси при условиях, указанных в п. 3.5.2.2.

Градуировочный коэффициент определяют для каждой примеси, кроме примесей парафиновых углеводородов и диэтилбензола, для которых значение градуировочного коэффициента принимают равным 1,0.

Градуировочный коэффициент (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{\text{эт}} \cdot X_i}{S_i \cdot X_{\text{эт}}},$$

где $S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2 ;

X_i — массовая доля определяемой примеси в искусственной смеси, %;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2 ;

$X_{\text{эт}}$ — массовая доля «внутреннего эталона» в искусственной смеси, %.

Площадь пика вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Градуировочный коэффициент для каждой примеси определяют как среднее арифметическое полученных значений.

3.5.3. Проведение анализа

Не менее 10 г (или не менее 50 г при определении примеси диэтилбензола) анализируемого этилбензола взвешивают в колбе с резиновым уплотнением или с притертой пробкой, затем добавляют 5—7 мм^3 «внутреннего эталона» и снова взвешивают. Все результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Смесь тщательно перемешивают и вводят в испаритель хроматографа.

Хроматограммы товарного этилбензола приведены на черт. 1, 1а.

3.5.4. Обработка результатов

Массовую долю каждой примеси в этилбензоле (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{\text{эт}} \cdot 100}{S_{\text{эт}} \cdot m},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемой примеси;

S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2 ;

$m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона», г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2 ;

m — масса анализируемой пробы, г.

При наличии в анализируемом этилбензоле *o*-ксилола массовую долю *m*- и *n*-ксилолов вычисляют косвенно, так как они на хроматограмме не фиксируются. Массовая доля *m*- и *n*-ксилолов равна пятикратной массовой доле *o*-ксилола.

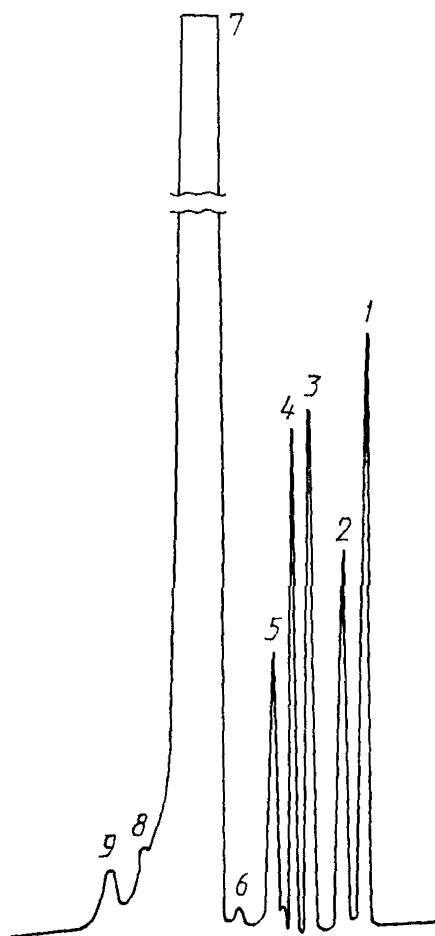
Массовую долю диэтилбензола вычисляют только по хроматограмме, изображенной на черт. 1а.

Результат вычислений массовых долей примесей записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Массовую долю этилбензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \sum X_i,$$

Хроматограмма этилбензола

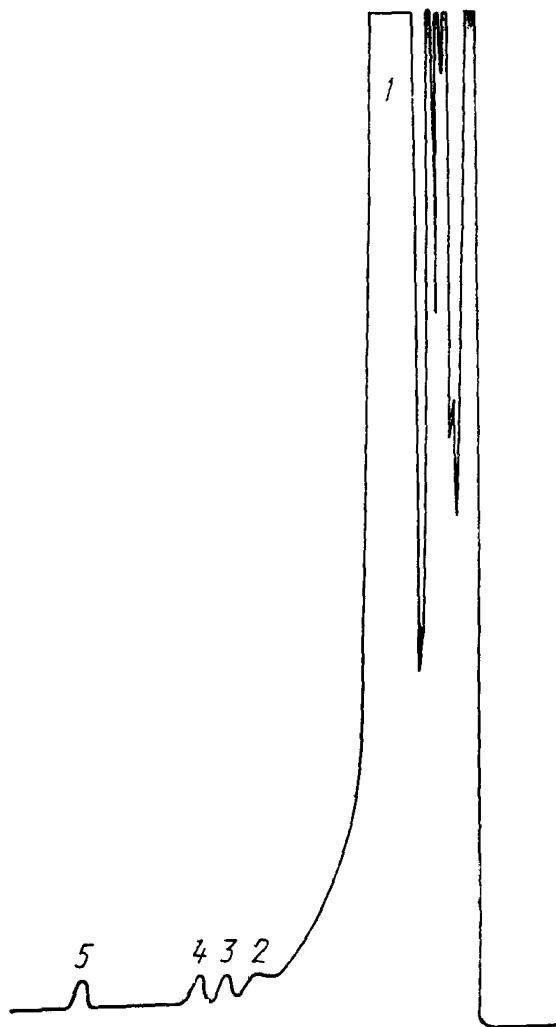


1 — гексан («внутренний эталон»); 2 — бензол; 3, 5, 6 — парафиновые углеводороды; 4 — толуол; 7 — этилбензол; 8 — o-ксилол; 9 — изопропилбензол

Черт. 1

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 С. 7

Хроматограмма определения диэтилбензола в этилбензole



1 — этилбензол; 2 — диэтилбензол; 3 — *m*-этилизопропилбензол; 4 — додекан; 5 — гексадекан; (3, 4, 5 — «внутренний эталон», используют любой из указанных углеводородов)

Черт. 1а

С. 8 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77

где ΣX_i — сумма массовых долей всех примесей, определяемых хроматографическим методом.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Метрологические характеристики указаны в табл. 3.

Таблица 3:

Массовая доля определяемого компонента, %	Стандартное отклонение сходимости (повторяемости), %	Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при $P=0,95$ не должно превышать, %
От 99,50 до 99,80	0,015	0,05
» 0,01 » 0,03.	0,001	0,003
» 0,0005	0,0001	0,0002

Раздел 3 дополнить пунктом 3.5.5:

«3.5.5. Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензоле допускается проводить методом «абсолютной калибровки» в соответствии с приложением 1.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли диэтилбензола определение проводят по п. 3.5».

Пункт 3.6. Первый абзац. Заменить слова: «вместимостью 150—200 мл (ГОСТ 6563—75)» на «вместимостью 100—225 см³ (ГОСТ 6563—75, чашки № 115—4, 115—5, 115—6)».

Пункт 3.7.2 дополнить абзацем (перед первым):

«Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками»;

четвертый — седьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа или любой другой с аналогичными техническими характеристиками.

Цициндр 1—60 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1—1—1, 1—1—2, 2—1—5, 2—10—10 по ГОСТ 20292—74.

Колбы 2—25—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74»;

восьмой абзац. Заменить слова: «25%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 25%»;

девятый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.)»;

десятый абзац. Заменить слова: «калия гидрат окиси, 0,01 н. растворы» на «калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, растворы концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

двенадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.7.3. Второй абзац. Заменить слова: «(№ 3 для ФЭК-56)» на «(длина волны (400 \pm 10) нм)».

Пункт 3.7.4. Заменить слова: «5%-ным раствором азотной кислоты» на «раствором азотной кислоты с массовой долей 5%».

Пункт 3.7.5. Предпоследний абзац исключить;

последний абзац изложить в новой редакции:

«За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002% при доверительной вероятности $P=0,95$. Результат записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Раздел 3 дополнить пунктом 3.7.6:

«3.7.6. Определение массовой доли хлора в этилбензоле допускается проводить по методике приложения 2.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 С. 9

При возникновении разногласий в оценке массовой доли хлора определение проводят по п. 3.7».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Технический этилбензол заливают и транспортируют в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Степень (уровень) заполнения цистерны вычисляют с учетом полного использования вместимости (грузоподъемности) цистерн и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

4.2. На железнодорожных цистернах несмываемой краской наносят предупредительный знак по ГОСТ 12.4.026—76 «Осторожно! Легковоспламеняющиеся вещества» и трафарет приписки.

Технический этилбензол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—81 относится к 3-му классу опасности (подкласс 3.3, шифр группы 3313).

4.3. Технический этилбензол хранят в стальных резервуарах.

Пункт 5.1 изложить в новой редакции:

«5.1. Изготовитель гарантирует соответствие технического этилбензола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения».

Раздел 6 исключить.

Стандарт дополнить приложениями 1 и 2:

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

**Определение массовой доли диэтилбензола в этилбензole методом
 «абсолютной калибровки»**

Количественное содержание примеси диэтилбензола определяют методом «абсолютной калибровки». Для вывода градуировочного фактора готовят не менее трех искусственных смесей, состоящих из диэтилбензола и бензола (приготовление и анализ — по п. 3.5.2 настоящего стандарта).

Градуировочный фактор (f) вычисляют по формуле

$$f = \frac{m_f}{S_f},$$

где m_f — масса диэтилбензола в искусственной смеси, мг;

S_f — площадь пика диэтилбензола, мм^2 .

Градуировочный фактор определяют как среднее арифметическое полученных значений для каждой смеси.

Проверка градуировочного фактора проводится не реже 1 раза в две недели. Искусственные смеси хранят в холодильнике не более 2 мес.

Массовую долю диэтилбензола (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{f \cdot S \cdot 100}{V \cdot \rho},$$

где f — градуировочный фактор для диэтилбензола, $\text{мг}/\text{мм}^2$;

S — площадь пика диэтилбензола, мм^2 ;

V — объем вводимой пробы, мм^3 ;

ρ — плотность пробы, $\text{мг}/\text{мм}^3$ ($0,87 \text{ мг}/\text{мм}^3$).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0002% при доверительной вероятности $P = 0,95$. Результат вычисления записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Рекомендуемое

Определение массовой доли хлора в этилбензоле

1. Метод основан на разложении хлорорганических соединений дифенилом натрия с выделением хлора в ионной форме, экстракции хлорида натрия водой с последующим фотоколориметрическим определением его с роданидом ртути и солью трехвалентного железа.

2. Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78 любого типа или любой другой с аналогичными техническими характеристиками.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Шкаф сушильный.

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-1—25—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Бюretка 1—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 6—2—5, 6—2—10, 6—2—25 по ГОСТ 20292—74.

Воронки делительные вместимостью 100 или 250 см³ с пришлифованной пробкой; кран смазывают смазкой, не содержащей хлорорганики. Рекомендуется смазка типа ВНИИНП-279 по ГОСТ 14296—78.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Натрий металлический по ГОСТ 3273—75.

Дифенил по ГОСТ 13487—78, ч.д.а.

Диметиловый эфир диэтиленгликоля или диметиловый эфир этиленгликоля, очищенные в соответствии с п. 3.

Бутанол-1 по ГОСТ 6006—78, ч.д.а.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995—75, ч.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Бензол по ГОСТ 5955—75, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, ч.д.а.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, х.ч., раствор в азотной кислоте; готовят следующим образом: 12,05 г железоаммонийных квасцов растворяют в 10 см³ воды, прибавляют 28,1 см³ концентрированной азотной кислоты. Если раствор получается мутным, его фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый 100 см³ воды, и доводят объем раствора водой до 100 см³.

Ртуть роданистая, полученная, как указано в п. 5, насыщенный раствор в этиловом спирте; готовят следующим образом: 0,3 г роданистой ртути встриживают со 100 см³ этилового спирта до полного растворения, дают отстояться в течение суток и сливают прозрачный раствор. Полученный раствор хранят в темной стеклянной посуде с притертой пробкой.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—65, х.ч.

Ртуть (II) азотнокислая по ГОСТ 4520—68, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, предварительно высушенный в течение 3 ч при температуре 100—105°C. Стандартный раствор в воде готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,05 г хлористого натрия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. В 1 см³ полученного раствора содержится 0,03 мг хлор-иона.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 или очищенная ионообменными смолами.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или другой инертный газ.

С. 12 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77

3. Очистка диметилового эфира

Диметиловый эфир диэтиленгликоля перегоняют с дефлэгматором, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 160—164°C. В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 600 см³ перегнанного эфира, прибавляют около 2 г измельченного металлического натрия и кипятят с обратным холодильником 3—4 ч. При этом происходит очистка эфира от воды и гидроксилсодержащих соединений. Если значительная часть натрия вступает в реакцию с этилими примесями, то эфир сливают, отделяя от выпавших солей, добавляют свежую порцию металлического натрия и кипятят еще 1—2 ч. Охлажденный эфир фильтруют через фильтр Шотта и переиспаряют. Окончательную очистку проводят дифенилом натрия. Для этого в токе азота добавляют около 15 г дифенила и 3 г измельченного металлического натрия или 10 см³ готового реактива дифенила натрия, приготовленного в соответствии с п. 4. Раствор окрашивается в зеленый цвет. Выдерживают раствор 1—2 ч и переиспаряют, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 161—162°C. Очищенный эфир хранят в склянке из темного стекла под азотной подушкой над металлическим натрием. Если в эфире образовалась муть, эфир перед использованием следует переиспарить.

Очистку диметилового эфира этиленгликоля проводят аналогично, собирая фракцию, отгоняемую при температуре 83—85°C. О степени очистки растворителя судят по оптической плотности контрольного опыта, проведенного, как указано в п. 7.4. Она должна быть не более 0,35.

4. Приготовление раствора дифенила натрия и установление его активности

В высушенные в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре 100—105°C и продутые 5 мин азотом банки из темного стекла вместимостью 100 см³ помещают по 50 см³ очищенного диметилового эфира и по 13 г дифенила. Затем в каждую банку в слабом токе азота прибавляют по 1,95 г металлического натрия в виде проволоки или мелких стружек. Образующийся дифенил натрия окрашивает раствор в черно-синий или черно-зеленый цвет. Банки закрывают притертymi или двойными пробками, которые затем заливают парафином. Хранят их в холодильнике при температуре не выше 10°C. Реактив готов к употреблению через 12 ч. Перед проведением анализа банку с раствором дифенила натрия вскрывают и определяют содержание в нем активного натрия. Для этого 5 см³ раствора дифенила натрия сухой пипеткой помещают в сухую коническую колбу вместимостью 25 см³ и титруют в токе азота из бюветки вместимостью 10 см³ спирто-бензольным раствором до полного обесцвечивания смеси. Спирто-бензольный раствор с концентрацией спирта 1 моль/дм³ готовят путем разбавления 16 г метилового спирта или 37 г бутанола-1 до 500 см³ бензолом.

Концентрацию активного натрия ($c_{акт}$), моль/дм³, вычисляют по формуле

$$c_{акт} = \frac{V_1 \cdot c}{V_2},$$

где V_1 — объем спирто-бензольного раствора, см³;

c — концентрация спирто-бензольного раствора, моль/дм³;

V_2 — объем раствора дифенила натрия, см³.

Дифенил натрия пригоден для работы при показателе активности более 0,5. Вскрытую банку хранят в холодильнике под азотной подушкой и проводят концентрацию активного натрия один раз в три дня.

5. Получение роданистой ртути

Готовят раствор, состоящий из 7 г азотно-кислой ртути (II) и воды, в который для предупреждения гидролиза прибавляют 1—2 см³ концентрированной азотной кислоты и 10 см³ водного раствора роданистого калия с массовой долей 20%. Раствор перемешивают. Образующийся белый мелкокристаллический осадок роданистой ртути отделяют на воронке Бюхнера, промывают 2—3 раза небольшими порциями воды и высушивают при температуре 50—60°C. Реактив хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77 С. 13

6. Построение градуировочного графика

В 4 мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая последовательно вносят 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 см³ стандартного раствора хлористого натрия, добавляют 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 2 см³ раствора роданистой ртути, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Окраска устойчива в течение 30 мин.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реагентов, но без стандартного раствора хлористого натрия проводят «холостой» опыт.

На фотоэлектроколориметре определяют оптическую плотность приготовленных растворов и «холостого опыта». Оптическая плотность «холостого опыта» не должна превышать 0,3, в противном случае меняют железоаммонийные квасцы.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс соответствующие массы хлор-иона в миллиграммах, на оси ординат — разность между оптическими плотностями приготовленных растворов и «холостого опыта».

7. Проведение анализа

7.1. Приготовление рабочего раствора

В сухую продутую азотом делительную воронку вносят 10 см³ этилбензола с массовой долей хлора примерно 0,0010% или 30 см³ этилбензола с массовой долей хлора примерно 0,0005%, продувают азотом и добавляют 5 см³ раствора дифенила натрия. Воронку закрывают притертой стеклянной пробкой, осторожно перемешивают круговыми движениями и оставляют на 5 мин. Цвет раствора должен быть черно-зеленым или черно-синим, что указывает на необходимый избыток реагента. Если происходит обесцвечивание раствора, то анализ прекращают и повторяют снова, пока не появится черно-зеленая или черно-синяя окраска. Избыток раствора дифенила натрия разлагают добавлением 2 см³ бутанола-1, встряхивая смесь до ее обесцвечивания и растворения частичек натрия. Образовавшийся хлорид натрия экстрагируют, добавляя в делительную воронку 30 см³ воды, подкисленной 1 см³ концентрированной азотной кислоты, энергично перемешивая слои в течение 2 мин. После расслаивания (не менее 10 мин) прозрачный водный экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Затем в мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 20 см³ водного экстракта, 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 2 см³ раствора роданистой ртути, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Этилбензол, свободный от хлора, собирают и используют для приготовления контрольного раствора.

7.2. Приготовление контрольного раствора

В сухую продутую азотом делительную воронку помещают 5 см³ дифенила натрия и 2 см³ бутанола-1, встряхивают до обесцвечивания, добавляют 20 см³ этилбензола, свободного от хлора, и 30 см³ воды, подкисленной 1 см³ концентрированной азотной кислоты. Раствор энергично перемешивают. Контрольный раствор готовят для каждой новой партии дифенила натрия.

7.3. Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 20 см³ водного экстракта, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

7.4. Проведение измерения

На фотоэлектроколориметре измеряют оптическую плотность рабочего и контрольного растворов по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 430—450 нм.

По разности оптических плотностей, полученных в рабочем и контрольных опытах, находят по градуировочному графику массу хлор-иона в миллиграммах в 20 см³ анализируемого водного экстракта.

С. 14 ИЗМЕНЕНИЕ № 2 ГОСТ 9385—77

8. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot V \cdot \rho} = \frac{m}{4 \cdot V \cdot \rho},$$

где m — масса хлор-иона, найденная по градуировочному графику, мг;

50 — объем полученного водного экстракта, см³;

20 — объем водного экстракта, взятый для колориметрирования, см³;

V — объем пробы, взятый на реакцию с дифенилом натрия, см³;

ρ — плотность этилбензола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,00015% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Результат вычисления записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

(ИУС № 11 1988 г.)

Сдано в наб. 26 08.88 Подп. в печ. 22.11.88 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 1,11 уч.-изд. л.
Тираж 7 300 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2892