Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 2706.3-74* "Углеводороды ароматические бензольного ряда. Методы определения окраски серной кислоты" (введен в действие постановлением Госстандарта СССР от 22 ноября 1974 г. N 2591)

Benzene hydrocarbons and allied products. Methods of determination of sulphuric acid colour

Срок введения установлен с 1 июля 1975 г.

Проверен в 1980 г.

Срок действия продлен до 1 июля 1987 г.

Взамен ГОСТ 2706-63 в части разд. 4

Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда и устанавливает методы определения окраски серной кислоты.

1. Фотоколориметрический метод

1.1. Метод основан на фотоколориметрическом определении оптической плотности серной кислоты после контакта ее с анализируемым продуктом и последующем определении окраски серной кислоты по градуировочному графику.

Метод позволяет определить значение окраски серной кислоты в интервале 0,02-2,0 номеров образцовой шкалы, с точностью до 0,01.

1.2. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 с синим светофильтром или любой другой марки с аналогичным светофильтром (ламбда = 440+-10 нм).

Воронка делительная по ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 см3 (применение смазки недопустимо).

Пипетки стеклянные по ГОСТ 20292-74, вместимостью 5, 10, 20 и 25 см3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 и 200 см3.

Цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770-74, вместимостью 1000 см3.

Колбы конические с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 и 1000 см3 (применение смазки недопустимо).

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х. ч. и раствор плотностью 1,395 г/см3, готовят следующим образом: 400 см3 серной кислоты небольшими порциями растворяют в 600 см3 воды. Перед прибавлением последней порции кислоты проверяют плотность охлажденного до 20°С раствора и добавляют кислоту до требуемой плотности.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, дважды перегнанная.

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.

1.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения двухромовокислого калия в растворе серной кислоты согласно табл. 1.

Таблица 1

Концентрация двухромовокислого калия в растворе сравнения, г/дм3 (номер образцовой шкалы)	Масса навески двухромовокислого калия, г	Общий объем раствора, см3
5,0	1,0	200
4,0	0,8	200
3,0	0,6	200
2,0	0,4	200
1,0	0,2	200

Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Растворы сравнения с меньшей концентрацией двухромовокислого калия готовят разбавлением до 100 см3 соответствующих объемов растворов сравнения табл. 1 раствором серной кислоты согласно табл. 2.

Таблица 2

Концентрация двухромовокислого калия в растворе сравнения, г/дм3 (номер образцовой шкалы)	Раствор сравнения по табл.1	Объем раствора сравнения табл.1, взятый для разбавления, см3
0,6	3,0	20
0,5	2,0	25
0,4	2,0	20
0,3	3,0	10
0,2	2,0	10
0,15	3,0	5
0,1	1,0	10
0,05	1,0	5

Оптические плотности растворов сравнения с концентрацией двухромовокислого калия 0,05-2,0 г/дм3 измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм. В качестве контрольного раствора применяют раствор серной кислоты.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс номера образцовой шкалы, а на оси ординат- соответствующие им величины оптических плотностей.

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

1.4. Проведение анализа

10 см3 анализируемого продукта энергично взбалтывают с 10 см3 серной кислоты в делительной воронке или колбе в течение 5 мин, после чего оставляют смесь в покое на 10 мин для разделения компонентов. Нижний кислотный слой сливают из воронки или отбирают пипеткой из колбы в кювету и сразу измеряют оптическую плотность при условиях построения градуировочного графика, применяя в качестве контрольного раствора концентрированную серную кислоту. По градуировочному графику находят соответствующий номер образцовой шкалы, определяющий величину окраски серной кислоты анализируемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. Метод сравнения с образцовой шкалой

2.1. Метод основан на сравнении окраски серной кислоты после ее контакта с анализируемым продуктом с номерами образцовой шкалы. Метод позволяет определять значение окраски серной кислоты в интервале 0,2-1,0 номеров образцовой шкалы с точностью до 0,05, свыше 1,0 до 5,0 - с точностью до 0,5.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.2. Приборы, посуда, реактивы и растворы

Часы песочные на 2 и 5 мин или секундомер.

Пробирки по ГОСТ 25336-82, типа П1, диаметром 16 мм или типа П2, диаметром 16 и 19 мм и пробирки аналогичных размеров с пришлифованными пробками с нанесенными двумя метками от дна пробирки по 5 см3 каждая. Пробирки указанных размеров допускается изготовлять из стеклянного дрота.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х. ч. и раствор плотностью 1,395 г/см3, готовят по п. 1.2.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, дважды перегнанная.

2.3. Приготовление образцовой шкалы

Растворы сравнения с концентрацией двухромовокислого калия от 0,2 до 5,0 г/дм3 (номера образцовой шкалы) готовят по п. 1.3, наливают в пробирки и запаивают.

Срок хранения образцовой шкалы - 5 лет.

2.4. Проведение анализа

В пробирку с пришлифованной пробкой наливают по 5 см3 серной кислоты и анализируемого продукта. Содержимое пробирки энергично взбалтывают в течение 5 мин и после отстаивания в течение 2 мин сравнивают цвет сернокислотного слоя в пробирке с цветом растворов образцовой шкалы в проходящем и отраженном свете.

Соответствующий номер пробирки образцовой шкалы принимают за окраску серной кислоты.

Оттенки цвета кислоты во внимание не принимают.

(Измененная редакция, Изм. N 1).