

Изменение № 2 ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 15.09.92 № 1182

Дата введения 01.03.93

Вводная часть. Последний абзац. Заменить слово и дату: «Молекулярная» на «Относительная молекулярная»; 1971 на 1987;

дополнить абзацем: «Допускается изготовление бензола по ИСО 6353/3—87 (Р 48) (приложение 1) и проведение анализов по ИСО 6353/1—82 (приложение 2)».

Пункт 1.2. Таблица. Головка. Заменить слово: «Значение» на «Норма»; графа «Наименование показателя». Для показателя 4 заменить обозначение n_D^{20} на n_D^{20} ; показатель 7 изложить в новой редакции: «Показатель цветности серно-кислой вытяжки по бихроматной шкале, не выше»;

графа «Норма». Показатель 7. Заменить значение: 0,04 на 4 (2 раза).

Пункт 2.2. Заменить слова: «окраску с серной кислотой» на «показатель цветности серно-кислой вытяжки по бихроматной шкале».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «не должна быть менее 2000 г» на «должна быть не менее 2 кг».

Пункт 3.2а. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.2. Последний абзац исключить;

дополнить абзацами: «Массовую долю органических примесей определяют методом «внутреннего эталона» и вычисляют по формуле

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

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона»;

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Продолжение см. с. 136)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5955—75)

Пункт 3.3. Заменить слово: «денсиметром» на «ареометром».

Пункты 3.8, 3.8.1 изложить в новой редакции:

«3.8. Показатель цветности серно-кислой вытяжки по бихроматной шкале определяют фотометрическим методом.

3.8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Воронка ВД-1—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., концентрированная и раствор с массовой долей 50 %, приготовленный по ГОСТ 4517—87.

Раствор сравнения готовят следующим образом: 0,04 г двуххромовокислого калия растворяют в растворе серной кислоты с массовой долей 50 % в мерной колбе. Окраска раствора соответствует показателю цветности 4 бихроматной шкалы по ГОСТ 14871—76 (табл. 3)».

Пункт 3.8.2. Первый абзац после слов «на фотоэлектроколориметре» дополнить словами: «или спектрофотометре».

Пункт 3.10. дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 35 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 3, подкласс 3.2, черт. 3, классификационный шифр 3212) и серийный номер ООН 1114».

Пункт 4.3. Заменить слова: «для огнеопасных веществ» на «для легковоспламеняющихся жидкостей».

Пункт 6.1. Первый абзац после слов «взрывоопасные смеси» изложить в новой редакции: «Концентрационные пределы распространения пламени: нижний — 1,43 % (по объему), верхний — 8,0 % (по объему). Температурные пределы: нижний — минус 15 °С, верхний — плюс 13 °С. Минимальное взрывоопасное содержание кислорода (МВСК) при разбавлении смеси азотом 11,5 % (по объему)»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Температура самовоспламенения — 560 °С»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Средства пожаротушения: вода, порошок ПСБ-3 (крупные проливы), порошок ПСБ, углекислота (небольшие очаги)».

Пункт 6.2 дополнить словами: «среднесменная и 15 мг/м³ — максимальная, ПДК бензола в воде водоемов хозяйственно-питьевого назначения 0,5 мг/дм³

(Продолжение см. с. 137)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5955—76)

(показатель вредности — санитарно-токсикологический); заменить ссылку ГОСТ 12.1.007—76 на ГОСТ 12.1.005—88.

Пункт 6.3 изложить в новой редакции: «6.3. Определение концентрации бензола в воздухе и воде проводят методами, утвержденными в установленном порядке».

Пункт 6.4. Заменить слова: «индивидуальные средства защиты» на «средства индивидуальной защиты».

Пункт 6.5. Заменить слово: «общей» на «непрерывно действующей».

Пункт 6.6 дополнить словами: «Уборку разливов необходимо проводить с применением изолирующих противогазов или фильтрующего противогаза марки А, а также средств защиты кожных покровов».

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2:

«ПРИЛОЖЕНИЕ В»

Обязательное

ИСО 6353/3—87 «Реактивы для химического анализа. Часть 3. Технические условия. Вторая серия».

Р.48. БЕНЗОЛ C_6H_6

Относительная молекулярная масса: 78,11

Р.48.1. Технические требования

| | | |
|--|-----|------------------------------|
| Окраска в единицах Хазена, не более | : . | 10 |
| Плотность при 20 °С, г/см ³ | : . | 0,877—0,879 |
| Массовая доля бензола (C_6H_6), %, не менее | : . | 99,5 |
| Температура кристаллизации, °С, не ниже | : . | 5,2 |
| Массовая доля нелетучего остатка, %, не более | : . | 0,001 |
| Кислотность (в миллимолях H^+), не более | : . | 0,01/100 г |
| Щелочность (в миллимолях OH^-), не более | : . | 0,01/100 г |
| Легко карбонизируемые вещества | : . | Должен выдерживать испытание |
| Массовая доля сернистых соединений (S), % не более | : . | 0,003 |
| Массовая доля тиофена, %, не более | : . | 0,0002 |
| Массовая доля воды, %, не более | : . | 0,05 |

Р.48.2. Проведение испытаний

Р.48.2.1. Окраска в единицах Хазена

Следуют указаниям ОМ 36*.

Р.48.2.2. Плотность

Следуют указаниям ОМ 24.1*.

Р.48.2.3. Определение массовой доли бензола

Определение проводят в соответствии с ОМ 34*, при следующих условиях:

| | | |
|--------------------------------|-------------|---|
| Неподвижная фаза | : | 15 % анизон L или силиконовое масло |
| Носитель | : | Хромосорб Р 0,15—0,18 мм (80—100 меш ASTM) |
| Длина колонки, м | : | 2—4 |
| Внутренний диаметр колонки, мм | : | 3 |

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

(Продолжение см. с. 135)

| | |
|--|---------------------------------|
| Материал, из которого изготовлена колонка | Нержавеющая сталь или стекло |
| Температура колонки, °С | .70 |
| Температура испарителя, °С | .100 |
| Температура детектора, °С | .Около 200 |
| Тип детектора | .Пламенно-иониза- ционный |
| Газ-носитель | .Азот |
| Скорость потока, см ³ /мин | .Около 30 |
| Объем анализируемой пробы, мм ³ | .0,1 |

Р.48.2.4. Температура кристаллизации (температура замерзания)

Следуют указаниям ОМ 25.3*.

Р.48.2.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

100 г (114 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 14*. Остаток высушивают в течение 30 мин. Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р.48.2.6. Определение кислотности

88 г (100 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13.2*, титруя его раствором гидроокиси натрия концентрации точно $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³, по фенолфталеину (ИР 4.3.9)**.

Объем титрованного раствора гидроокиси натрия не должен превышать 0,45 см³.

Р.48.2.7. Определение щелочности

88 г (100 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 13.2*, титруя его раствором серной кислоты концентрации точно $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0,01$ моль/дм³, по метиловому красному (ИР 4.3.6)**.

Объем титрованного раствора серной кислоты не должен превышать 0,45 см³.

Р.48.2.8. Определение легко карбонизируемых веществ

8,8 г (10 см³) испытуемого образца смешивают с 5 см³ раствора серной кислоты с массовой долей $(95,4 \pm 0,5) \%$, встряхивают в течение 15—20 с и отстаивают 15 мин.

Слой бензола должен быть бесцветным, а интенсивность окраски кислотного слоя не должна превышать интенсивность окраски титрованной смеси, содержащей в 1 дм³ 5 г кобальта (II) хлорида 6-водного, 40 г железа (III) хлорида 6-водного и 20 см³ соляной кислоты.

Р.48.2.9. Определение массовой доли сернистых соединений

2 г (2,3 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 21*. Готовят контрольный раствор, используя 6 см³ серосодержащего раствора сравнения II ($6 \text{ см}^3=0,003 \%$ S).

Серосодержащий раствор сравнения II готовят непосредственно перед употреблением разбавлением водой в мерной колбе основного раствора сравнения в соотношении 1—100. Основной раствор сравнения готовят следующим образом: 5,44 г K₂SO₄ растворяют в воде разбавляя водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и перемешивают.

Р.48.2.10. Определение массовой доли тиафена

В сухую пробирку помещают 5 см³ изатина (ИР 4.3.4)** и осторожно над ним добавляют 5 см³ испытуемого образца, так, чтобы образовался отдельный слой и оставляют отстаиваться в течение 1 ч.

На линии раздела поверхностей двух жидкостей не должно появиться ни зеленой, ни голубой окраски.

Р.48.2.11. Определение массовой доли воды

17,6 г (20 см³) испытуемого образца анализируют в соответствии с ОМ 12*, используя 20 см³ метанола в качестве растворителя.

* Общие методы анализа (ОМ) — по ИСО 6353/1—82.

** Индикаторные растворы (ИР) — по ИСО 6353/1—82.

ИСО 6353/1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

4.3. Растворы индикаторов (ИР)

4.3.4. Изатин (ИР 4.3.4)

0,50 г изатина растворяют в 50 см³ серной кислоты — раствор А.
0,50 г железа (III) хлорид 6-водного растворяют в 2 см³ воды, объем доводят до 100 см³ серной кислотой и перемешивают до прекращения выделения газа — раствор Б.

Раствор готовят непосредственно перед применением разбавлением серной кислотой до объема 100 см³ основного раствора, состоящего из 5,0 см³ раствора Б и 2,5 см³ раствора А.

4.3.6. Метиловый красный (ИР 4.3.6)

25 мг тонкоизмельченного метилового красного нагревают с 0,95 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 0,2 % и 5 см³ раствора этанола с объемной долей 95 %. После полного растворения добавляют 125 см³ раствора этанола с объемной долей 95 % и разбавляют водой до объема 250 см³.

4.3.9. Фенолфталеин (ИР 4.3.9)

2,5 г фенолфталеина растворяют в 250 см³ раствора этанола с объемной долей 95 %.

5. Общие методы анализа (ОМ)

5.3. Определение массовой доли сульфатов (ОМ 3)

Готовят затравочный раствор, смешивая 0,25 см³ раствора сульфата калия с массовой долей 0,02 % в растворе этанола с объемной долей 30 % и 1 см³ раствора 2-водного хлорида бария с массовой долей 25 %. Ровно через 1 мин к этой смеси добавляют указанный объем анализируемого раствора, предварительно подкисленный 0,5 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %.

Смесь отстаивают в течение 5 мин и сравнивают ее помутнение с помутнением смеси, полученной при аналогичной обработке соответствующего контрольного раствора.

5.12. Определение массовой доли воды (ОМ 12)

Определение проводят методом Карла Фишера, следуя указаниям ГОСТ 14870—77*.

5.13. Определение кислотности и щелочности (ОМ 13)

5.13.2. *Определение кислотности и щелочности жидкостей, не смешивающихся с водой (ОМ 13.2)*

5.13.2.1. Методика анализа

К указанному объему анализируемого раствора, помещенного в делительную воронку, добавляют 100 см³ воды, предварительно нейтрализованной по отношению к указанному индикатору и встряхивают в течение 3 мин.

После разделения фаз 50 см³ водной фазы титруют раствором указанного титрованного раствора до достижения соответствующей конечной точки титрования, устойчивой в течение 15 с.

5.13.2.2. Обработка результатов

Кислотность или щелочность (в миллимолях Н⁺ или ОН⁻ на 100 г продукта) определяют по формуле

$$\frac{V \cdot C \cdot 100}{m \cdot 50} \cdot 100 = \frac{V \cdot C}{m} \cdot 200,$$

где V — объем титрованного раствора, израсходованный на титрование, см³,
C — концентрация титрованного раствора в Н⁺ или ОН⁻, моль/дм³;

* Применяют до введения ИСО 760—78 в качестве государственного стандарта.

m — масса образца, находящаяся в указанном объеме анализируемого раствора, г.

5.14. Определение массовой доли нелетучего остатка

Указанную навеску упаривают досуха на кипящей водяной бане в подходящей взвешенной посуде вместимостью приблизительно 150 см³ (платиновой, стеклянной, кварцевой). Сушат до постоянной массы при (105±2) °С, как указано в стандарте на конкретный реактив.

5.21. Определение массовой доли сернистых соединений (ОМ 21)

Указанный объем анализируемого раствора помещают в подходящую колбу для перегонки, добавляют 10 см³ раствора гидроокиси калия в этаноле с массовой долей 3 % и кипятят с обратным холодильником в течение 30 мин (рекомендуется использовать посуду на шлифах). Затем через холодильник добавляют 20 см³ воды, холодильник снимают и испаряют органические компоненты. Добавляют 5 см³ насыщенного раствора брома, греют на кипящей водяной бане в течение 15 мин, затем нейтрализуют раствором соляной кислоты с массовой долей 10 %. Добавляют 1 см³ (избыток) раствора соляной кислоты с массовой долей 10 % и кипятят раствор до полного улетучивания брома. Раствор упаривают до объема 5 см³, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 10 %. Далее анализируют по ОМ 3.

5.24. Денситометрия (ОМ 24)

5.24.1. Пикнометрический метод (ОМ 24.1)

5.24.1.1. Методика анализа

Высушенный пикнометр (объем 25—50 см³) взвешивают с точностью до 0,2 мг. Пикнометр заполняют свежепрокипяченной дистиллированной водой и определяют взвешиванием кажущуюся массу воды при (20±0,1) °С (m_2). Пикнометр освобождают от воды, высушивают, заполняют анализируемым образцом и определяют аналогичным способом кажущуюся массу образца (m_1) при (20±0,1) °С.

5.24.1.2. Обработка результатов

Плотность испытуемого вещества, выраженную в граммах на кубический сантиметр и рассчитываемую с точностью до третьего десятичного знака после запятой, определяют по формуле

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \cdot \rho_B,$$

где m_1 — кажущаяся масса навески испытуемого вещества, г;

m_2 — кажущаяся масса навески воды, г;

ρ_B — плотность воды при 20 °С (0,9982 г/см³);

A — поправка к массе при взвешивании на воздухе;

$A = \rho_a \cdot V$, где ρ_a — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 г/см³);

V — объем пикнометра, см³.

5.25.3. Определение температуры кристаллизации (ОМ 25.3)

Следуют указаниям ГОСТ 18995.5—73*.

5.34. Газовая хроматография (ОМ 34)

Следуют общим указаниям ГОСТ 21533—76.

5.36. Определение цвета в единицах Хазена (ОМ 36)

Следуют указаниям ГОСТ 29131—91*.

* Применяют до введения ИСО 1392—77 в качестве государственного стандарта.