ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70543— 2022

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения нейтральных масел

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2022 г. № 1489-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Реактивы, растворы и аппаратура 2
4 Метод испытания 2
5 Обработка результатов 3

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения нейтральных масел

Hard coal phenol products. Method for the determination of neutral oils

Дата введения — 2024—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольные фенольные продукты и устанавливает метод определения содержания нейтральных масел в фенольной фракции, дикрезоле, трикрезоле и ксиленоле.

Сущность метода заключается в переводе фенольных продуктов в феноляты, экстрагировании нейтральных масел четыреххлористым углеродом, удалении из экстракта фенолов и пиридиновых оснований, отгонке четыреххлористого углерода и определении массы остатка.

Метод позволяет определять массовую долю нейтральных масел от 0,03 % до 2,0 %.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.423 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 20288 Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Реактивы, растворы и аппаратура

3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

3.2 Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 23,5 % (массовой концентрации 0,28 г/см^3).

3.3 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 8 % и 13,5 % (массовой концентрации 0,09 и 0,16 г/см^3).

3.4 Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

3.5 Воронка ВД-1-250ХС по ГОСТ 25336 (кран вазелином не смазывают).

3.6 Воронка В-36-50(38) ХС по ГОСТ 25336.

3.7 Колба для отгонки четыреххлористого углерода (см. рисунок 1)

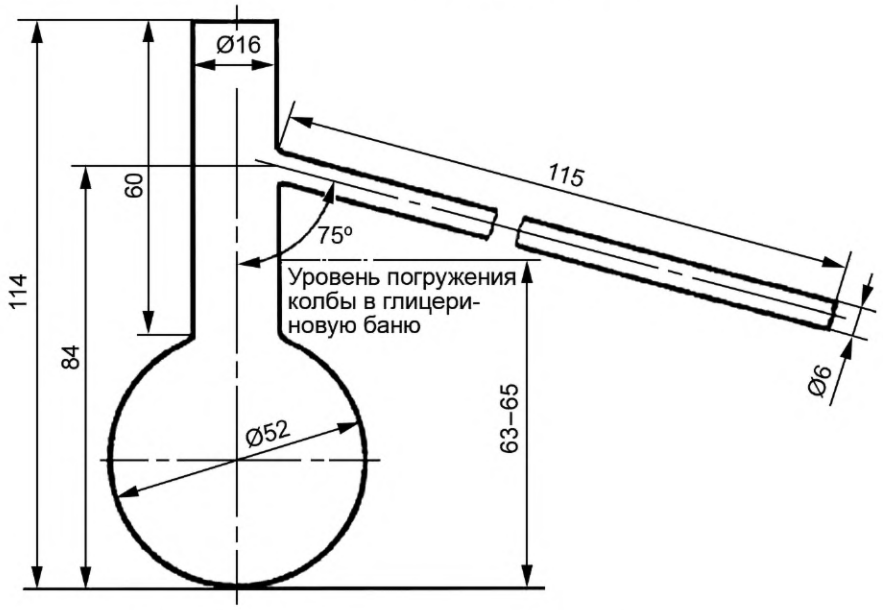


Рисунок 1 — Колба для отгонки четыреххлористого углерода

3.8 Стаканы В(Н)-1-50 ТХС и В(Н)-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

3.9 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 не ниже II класса точности с ценой деления шкалы 0,01 г.

3.10 Секундомер по ГОСТ 8.423.

3.11 Термометр с пределом измерения 160 °С и ценой деления 1 °С.

3.12 Холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336 с длиной кожуха 300 мм.

3.13 Цилиндры 1(3)-25, 1(3)-100 и 1(3)-250 по ГОСТ 1770.

3.14 Шкаф сушильный с терморегулятором.

3.15 Эксикатор по ГОСТ 25336 с обезвоженным хлоридом кальция.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками и реактивов по качеству, не ниже указанных в настоящем стандарте.

4 Метод испытания

4.1 Взвешивают 25 г анализируемого продукта (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), наливают в делительную воронку, добавляют 150 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 8 % для ксиленолов или 100 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 13,5 % для фенольной фракции, дикрезола и трикрезола. Полученную смесь взбалтывают в течение 2 мин, добавляют 20 см^3 четыреххлористого углерода, снова взбалтывают в течение 2 мин и отстаивают от 3 до 5 мин.

4.2 Нижний слой, состоящий из вытяжки нейтрального масла и четыреххлористого углерода, сливают в чистую делительную воронку, а к верхнему слою добавляют еще 20 см^3 четыреххлористого

углерода и снова содержимое воронки взбалтывают в течение 2 мин. После 3—5 мин отстаивания дополнительную вытяжку сливают в ту же делительную воронку и обрабатывают ее 25 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей 8 % или 13,5 % в зависимости от анализируемого продукта для удаления из эмульсии натриевых солей фенольных продуктов. С этой целью содержимое воронки взбалтывают 2 мин и отстаивают 3 мин. Вытяжку нейтрального масла сливают в чистую делительную воронку. При образовании хлопьев, затрудняющих разделение слоев, вытяжку следует сливать в несколько приемов, слегка встряхивая содержимое круговым вращением воронки.

4.3 К вытяжке добавляют 25 см^3 раствора серной кислоты для удаления пиридиновых оснований и содержимое воронки взбалтывают в течение 2 мин. После 3—5 мин отстаивания нижний слой сливают в чистую делительную воронку, добавляют 25 см^3 воды, взбалтывают содержимое воронки 2 мин и отстаивают 3 мин.

4.4 Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в колбу для отгонки четыреххлористого углерода, предварительно взвешенную. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Перед взвешиванием горловину и отводную трубку колбы закрывают корковыми пробками, которые постоянно хранятся в эксикаторе.

После окончания фильтрации экстракта фильтр промывают 10 см^3 четыреххлористого углерода.

4.5 Колбу с экстрактом помещают в глицериновую баню, предварительно нагретую до 50 °С—60 °С так, чтобы высота слоя глицерина в бане была на уровне 63—65 мм от ее основания. Колбу соединяют с холодильником, закрывают сухой и чистой корковой пробкой с термометром и отгоняют четыреххлористый углерод. При достижении температуры бани 112 °С—113 °С обогрев прекращают с тем, чтобы максимальная температура глицериновой бани не превышала 120 °С. Отгонку растворителя допускается проводить на электрической плитке с закрытой спиралью.

4.6 Отгонку заканчивают после прекращения выделения капель из холодильника и после того, как температура паров в колбе снизится на 5 °С—6 °С. В этот момент колбу вынимают из бани, удаляют с ее поверхности глицерин сначала влажной, а затем сухой тканью и помещают в сушильный шкаф, где выдерживают в течение 10 мин при 110 °С.

4.7 Колбу вынимают из шкафа и охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды. Затем горловину и отводную трубку колбы закрывают корковыми пробками и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

4.8 Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же объемами реактивов, но без анализируемого продукта.

5 Обработка результатов

5.1 Массовую долю нейтральных масел в фенольных продуктах X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m — масса навески анализируемого продукта, г;

m_1 — масса нейтральных масел в контрольном опыте, г;

m_2 — масса нейтральных масел, г.

5.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля нейтральных масел, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,03 до 0,08	0,02
Св. 0,08 до 0,20	0,03
Св. 0,20 до 0,50	0,05
Св. 0,50 до 1,0	0,07
Св. 1,0 до 2,0	0,10

УДК 662.749.363.2:006.354 ОКС 71.080.90

Ключевые слова: продукты фенольные, каменноугольные, нейтральные масла

Редактор *М.И. Магала*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 23.12.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru