МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11239— 2023

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения нейтральных масел

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 сентября 2023 г. № 165-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2024 г. № 148-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11239—2023 г. введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 11239—76

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

В Российской Федерации 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 3
5 Обработка результатов 3

Поправка к ГОСТ 11239—2023 Продукты фенольные каменноугольные. Метод определения нейтральных масел

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения нейтральных масел

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

Дата введения — 2024—02—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 фенолятов, 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 межгосударственные стандарты:

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 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9871 Термометры стеклянные ртутные электроконтактные и терморегуляторы. Технические условия

ГОСТ 20288 Углерод четыреххлористый. Технические условия

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания[2)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru /казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Реактивы, растворы и аппаратура

3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 Воронки типа ВД-1-250ХС (кран вазелином не смазывают) и В-36-50(38) ХС по ГОСТ 25336.

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

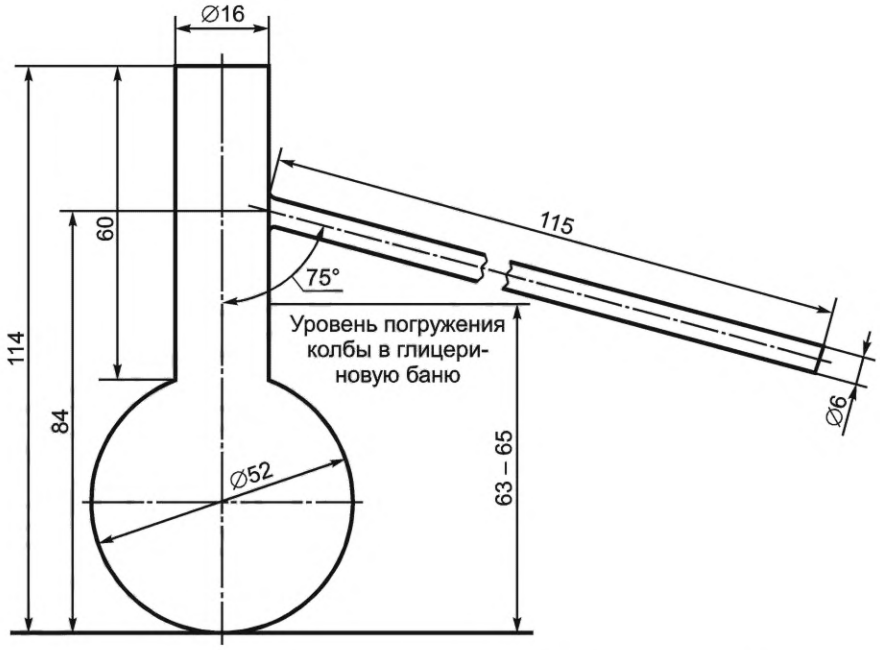


Рисунок 1 — Колба для отгонки четыреххлористого углерода

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

3.8 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ OIML R 76-1 не ниже класса точности II с ценой деления шкалы 0,01 г.

3.9 Секундомер по нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт[1)].

3.10 Термометр по ГОСТ 9871 с пределом измерения 160 °С и ценой деления 1 °С или по нормативному документу государства, принявшего настоящий стандарт[2)].

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

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

3.13 Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до 110 °С.

3.14 Эксикатор по ГОСТ 25336 с обезвоженным хлоридом кальция.

[1)] В Российской Федерации действуют ТУ 25-1894.003-90 «Секундомеры механические», ТУ 25-1819.0021-90 «Секундомеры механические Слава СДСпр-1-2-000, СДРпр-4б-2-000, СОСпр-6а-1-000».

[2)] В Российской Федерации действуют ТУ 25-2021.003-88 «Термометры ртутные стеклянные лабораторные».

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

4 Метод испытания

4.1 Взвешивают 25,00 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 предварительно взвешенную колбу для отгонки четыреххлористого углерода. 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 до 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 второго 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 , %, 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 — Абсолютные допускаемые расхождения для масла

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 (083.74) МКС 71.080.90

Ключевые слова: фенольные продукты, каменноугольные продукты, определение нейтральных масел

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.02.2024. Подписано в печать 26.02.2024. 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

Поправка к ГОСТ 11239—2023 Продукты фенольные каменноугольные. Метод определения нейтральных масел

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru