МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения массовой доли фенолов

Издание официальное

БЗ 7—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом МТК 10 «Кокс» Украинским государственным научно-исследовательским углехимическим институтом

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 3 июня 1999 г. № 187 межгосударственный стандарт ГОСТ 30142—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Метод определения массовой доли фенолов

Coal-tar oils.
Determination of phenol mass fraction

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на легкосреднее, поглотительное, фенольное, нафталиновое масла и для креолина и устанавливает потенциометрический метод определения массовой доли фенолов в них.

Метод заключается в разбавлении анализируемой пробы масла небольшим количеством толуола, извлечении фенолов из масла избытком раствора гидроксида натрия с последующим их титрованием кислотой в определенном интервале pH.

Метод позволяет определить массовую долю фенолов от 0,2 до 50 %.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Аппаратура, посуда и реактивы

pH-метр лабораторный типа ЛПУ-01, pH-121, pH-150, pH-155, pH-340 или иономер универсальный ЭВ-74, И-130, И-135, И-140.

Электрод сравнения — хлорсеребряный типа ЭВП-1М3 или каломельный.

Электрод стеклянный лабораторный типа ЭСЛ-43-07 или ЭСЛ-63-07.

Издание официальное

Настройка pH-метра производится в соответствии с инструкцией по буферным растворам (приложение А).

Мешалка электромагнитная типа ММ-3М или другое перемешивающее устройство.

Магнит, запаянный в стеклянный или полиэтиленовый кожух.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (100±10) °С.

Чашка выпарительная 8 или стакан 7 по ГОСТ 9147.

Ареометр АОН-4-1300-1600 по ГОСТ 18481.

Бюретки 1-1-2-25(50)-01 по ГОСТ 29251.

Стакан В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)-25 по ГОСТ 1770.

Емкость полиэтиленовая вместимостью 1 $дм^3$.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г.

Толуол по ГОСТ 5789.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(HCl)$ = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.) и $c(HCl)$= = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) или кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ = = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.) и $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, концентрированный раствор, не содержащий карбонатов, и раствор концентрации $c(NaOH)$ = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.).

Концентрированный раствор гидроксида натрия готовят следующим образом: около 500 г гидроксида натрия растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды в фарфоровом стакане при перемешивании, результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

После охлаждения на воздухе полученный раствор переливают в полиэтиленовую емкость и оставляют стоять 10—12 дней для отделения примеси карбоната натрия. Прозрачный раствор осторожно сливают с осадка сифоном, измеряют плотность и находят массовую долю гидроксида натрия в процентах в соответствии с приложением Б.

Раствор концентрации $c(NaOH)$ = 0,5 моль/$дм^3$ (0,5 н.), готовят разбавлением концентрированного раствора гидроксида натрия.

Допускается применение другой аппаратуры и посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4 Проведение анализа

Во взвешенный стакан для титрования фарфоровой ложкой вносят анализируемое масло и взвешивают (рекомендуемая масса навески приводится в таблице 1). Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Таблица 1

Анализируемое масло	Масса навески, г	Средняя молярная масса фенолов, г/моль
Масло для креолина	1—2	106
Легкосреднее	1	115
Нафталиновое	0,5	110
Поглотительное	2,0—2,5	116
Фенольное	0,13—0,15	98

Параллельные навески масел могут отличаться не более чем на 0,02 г (для фенольного масла) и не более чем на 0,1 г (для других масел).

Добавляют в стакан с навеской масла 5 $см^3$ толуола, 25 $см^3$ дистиллированной воды и 7 $см^3$ раствора гидроксида натрия 0,5 моль/$дм^3$.

Помещают в стакан магнит и хорошо перемешивают смесь мешалкой в течение 2—3 мин. Опускают в стакан электроды и титруют сначала кислотой концентрации 0,5 моль/$дм^3$ до pH 11,4—11,3, а затем кислотой концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$, замечая расход этой кислоты на титрование от pH 11,0 до точки эквивалентности (скачок потенциала при pH 8,3—7,8). Все измерения проводят при выключенной мешалке.

Для масел, содержащих кристаллическую фазу, взятие навески осуществляют после предварительного разогрева и тщательного перемешивания масла при температуре 80—90 °С.

5 Обработка результатов

5.1 Массовую долю фенолов в масла X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V\,0{,}1\,M\,100}{1000m},$$

где V — объем кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование от pH 11,0 до точки эквивалентности, см^3;

M — средняя молярная масса фенолов в масле, г/моль (табл. 1);

m — масса анализируемой пробы, г.

5.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютные значения отклонений между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать допустимых отклонений (d_2), приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Анализируемое масло	Массовая доля фенолов, %	Абсолютное допустимое отклонение, %	
		в одной лаборатории d_2	в разных лабораториях D_2
Масло для креолина	3—13	0,4	0,5
Легкосреднее	3—13	0,4	0,5
Нафталиновое	3—10	0,8	1,0
Поглотительное	0,5—2	0,1	0,1
Фенольное	25—40	1,4	1,7

5.3 Абсолютные значения отклонений между результатами анализа одной и той же пробы, полученными в разных лабораториях, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать допустимых отклонений (D_2), приведенных в таблице 2.

5.4 Если отклонение между результатами двух параллельных определений превышает допустимое значение d_2, выполняют третье определение. Если при трех определениях отклонение между максимальным и минимальным результатами превышает допустимое значение $d_3 = 1{,}2\ d_2$, анализ пробы прекращают до выяснения причин повышенного рассеивания результатов параллельных определений. При выполнении повторных определений результат анализа выдается как среднее арифметическое из всех выполненных определений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Настройка pH-метра (иономера)

Настройка pH-метра проводится по буферным растворам с pH = 4,01, pH = 9,20 и pH = 11,04. Буферные растворы с pH 4,01 и pH 9,20 готовят из фиксаналов. Буферный карбонатный раствор с pH 11,04 готовят следующим образом: в мерную колбу на 100 $см^3$ вливают пипеткой 50 $см^3$ раствора карбоната натрия точно 0,1 моль/$дм^3$, 3 $см^3$ раствора соляной кислоты точно 0,1 моль/$дм^3$, доводят объем смеси до метки свежепрокипяченной водой, тщательно перемешивают и закрывают пробкой.

Раствор карбоната натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ готовят из Na_2CO_3 ч.д.а. — по ГОСТ 83 также на свежепрокипяченной воде. Срок хранения его не ограничен.

Буферный раствор с pH 11,04 годен в течение 3—5 суток. При проверке прибора раствор с pH 11,04 должен иметь температуру не ниже 22—28 °С. При необходимости его подогревают на водяной бане. Возможно использование другого буферного раствора с pH ≥ 11 — по ГОСТ 4919.2.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Плотность водных растворов гидроксида натрия при 20 °С

Плотность, $кг/м^3$	Массовая доля гидроксида натрия, %	Масса гидроксида натрия в 100 см3 раствора, г
1500	47,3	71,00
1505	47,9	72,00
1510	48,4	73,04
1515	48,9	74,08
1520	49,4	75,12
1525	50,0	76,20
1530	50,5	77,24

УДК 662.749.36.001.4:006.354 МКС 71.040.40 Л39 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: масла, толуол, фенол, гидроксид натрия, pH-метр

Редактор *Р.С.Федорова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *В.И.Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.09.99. Подписано в печать 11.11.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж экз. С 3802. Зак. 859.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru