Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 12329—66

Взамен ОСТ 17872 М. И. 20к—40

Группа Б49

Растворители

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ АНИЛИНОВЫХ ТОЧЕК

Light petroleum products. Determination of aromatic hydrocarbons by the method of aniline points

Настоящий стандарт устанавливает метод определения ароматических углеводородов в бензине-растворителе для лакокрасочной промышленности, бензине-растворителе для резиновой промышленности и в экстракционном бензине. Метод основан на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и растворителя до и после удаления из растворителя ароматических углеводородов.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на растворители.

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. 1. При определении содержания ароматических углеводородов в растворителях применяют:

прибор, состоящий из пробирки диаметром 25 ± 1 *мм* и высотой 150 ± 3 *мм*, вставленной на корковой или резиновой пробке в пробирку-муфту; диаметр муфты 40 ± 2 *мм*, высота 150 ± 3 *мм*; внутренняя пробирка закрывается корковой пробкой со вставленным в нее термометром и стеклянной или алюминиевой мешалкой;

стакан стеклянный вместимостью 750 *мл*, применяемый в качестве водяной бани;

мешалку стеклянную или алюминиевую для перемешивания воды в бане;

термометр ртутный по ГОСТ 400—64 типа ТН-5;

адсорбционную колонку, представляющую собой стеклянную трубку диаметром около 10 *мм*, высотой около 700 *мм*; трубка в нижней части сужена, в верхней имеет расширение для загрузки силикагеля. Вместо стеклянной трубки с расширением для загрузки силикагеля может применяться бюретка по ГОСТ 1770—64 с такими же размерами;

Внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 3/XI 1966 г.

Срок введения 1/VII 1967 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

пробирки стеклянные вместимостью 10 *мл*;

чашки фарфоровые по ГОСТ 9147—59 вместимостью 500—1000 *мл*;

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64; (цилиндры измерительные вместимостью 25 *мл*, пипетки вместимостью 5 *мл*);

колбы плоскодонные по ГОСТ 10394—63 вместимостью 500—1000 *мл*;

шкаф сушильный или термостат с температурой нагрева до 200° С;

анилин технический по ГОСТ 313—58;

кислоту серную по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» или «ч. д. а.»;

спирт этиловый ректификованный;

формалин технический по ГОСТ 1625—61, 40%-ный водный раствор;

силикагель по ГОСТ 3956—54, марки АСК;

стеклянную вату;

воду дистиллированную.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Силикагель просушивают в сушильном шкафу при 150—160° С в течение 8 *ч*. Горячий силикагель переносят в нагретую колбу, которую немедленно плотно закрывают пробкой и охлаждают до комнатной температуры.

2. 2. Анилин сушат не менее 12 *ч* над едким кали или едким натром и затем перегоняют с отбором фракции, выкипающей в интервале 183—184° С. В отобранной фракции определяют температуру кристаллизации. Если температура начала кристаллизации ниже минус 6,4° С, то анилин повторно перегоняют с отбором той же фракции.

2. 3. В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают стеклянную вату с небольшими порциями насыпают 18—20 *г* силикагеля, уплотняя его постукиванием по стенке колонки. Уровень силикагеля должен быть не менее чем на 20—25 *мм* ниже расширенной части колонки. Колонку укрепляют в штативе в строго вертикальном положении.

2. 4. Для удаления из растворителя ароматических углеводородов в адсорбционную колонку, заполненную свежей порцией силикагеля, наливают около 15 *мл* испытуемого растворителя и после того, как он полностью впитается в силикагель, добавляют в колонку 25—35 *мл* этилового спирта.

Деароматизированный растворитель собирают с низа колонки в градуированные пробирки: первую порцию в количестве 2 *мл*, последующие — по 0,5 *мл*. В отобранных порциях растворителя качественно определяют ароматические углеводороды по формалитовой реакции. Для этого берут 1—2 капли деароматизированного

растворителя, добавляют к нему 1 *мл* серной кислоты и 2—3 капли 40%-ного водного раствора формалина. Образование темного кольца на границе раздела серная кислота — испытуемый раствор указывает на наличие в пробе ароматических углеводородов.

Контроль за отсутствием в растворителе ароматических углеводородов может осуществляться определением коэффициента рефракции в отбираемых порциях растворителя. Увеличение значения коэффициента рефракции в последовательно отобранной порции растворителя на 0,0002—0,0003 указывает на наличие в этой порции ароматических углеводородов.

Отбор растворителя из адсорбционной колонки прекращают при обнаружении в очередной порции растворителя ароматических углеводородов. Порции растворителя, не содержащие ароматических углеводородов, соединяют вместе.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. Анилиновую точку определяют в исходном растворителе и в деароматизированном.

Для определения анилиновой точки во внутреннюю пробирку прибора наливают 3 *мл* растворителя и 3 *мл* анилина, подготовленного, как указано в п. 2. 2. Пробирку закрывают пробкой со вставленными в нее термометром и мешалкой. Ртутный шарик термометра должен находиться на линии раздела растворителя и анилина. Прибор помещают в водяную баню.

3. 2. Баню нагревают при помешивании воды мешалкой. Во время нагрева бани смесь анилина с растворителем перемешивают и наблюдают за повышением температуры смеси. За 3—4° С до предполагаемой анилиновой точки раствора устанавливают скорость нагрева — 2° С в минуту. После того, как раствор в пробирке станет совершенно однородным и прозрачным, нагрев бани прекращают и, продолжая перемешивать раствор, наблюдают за появлением в нем мути. В момент образования равномерной мути, скрывающей ртутный шарик термометра, отмечают с точностью до 0,1° С температуру — анилиновую точку раствора.

Определение анилиновой точки повторяют до получения двух совпадающих результатов.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4. 1. Содержание в растворителе ароматических углеводородов в процентах (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = (T_1 - T_2) \cdot K,$$

где:

T_1 — анилиновая точка деароматизированного растворителя;

T_2 — анилиновая точка исходного растворителя;

K — анилиновый коэффициент.

Для бензина растворителя для лакокрасочной промышленности устанавливается $K = 1{,}29$.

Для бензина растворителя для резиновой промышленности и экстракционного бензина анилиновый коэффициент устанавливается в зависимости от содержания в бензине ароматических углеводородов.

При содержании ароматических углеводородов:

до 1,5% . . . . . $K = 1{,}00$;
» 3,0% . . . . . $K = 1{,}16$;
» 5,0% . . . . . $K = 1{,}17$.

5. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

5. 1. Для определения содержания ароматических углеводородов в растворителях проводят два параллельных анализа. Расхождения между результатами определений анилиновых точек в параллельных анализах не должны превышать 0,2° С.

За результат испытания принимается среднее арифметическое параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru