



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**ДИКРЕЗОЛ КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ
ГОСТ 11313-75**

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва



РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским углехимическим институтом [УХИН] совместно с Фенольным заводом от УХИНа

Директор Привалов В. Е.

Руководители и исполнители темы: Марченко Н. Ф., Непомнящая А. С.

От Фенольного завода

Директор Шведский В. Я.

Руководитель темы Маркус Г. А.

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член коллегии Лемпицкий В. В.

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации [ВНИИС]

Директор Гличев А. В.

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 августа 1975 г. № 2084

Редактор А. С. Пшеничная
Технический редактор Г. А. Макарова
Корректор Е. И. Евтеева

Сдано в наб. 19.09.75 Подп. в печ. 17.10.75 0,5 п. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Ленин пер., 6. Зак. 1631

ГОСТ
ДИКРЕЗОЛ КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Technical coal dicesol

ГОСТ
11313—75

Взамен
 ГОСТ 11313—65

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 августа 1975 г. № 2084 срок действия установлен

с 01.01.77до 01.01.82

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический каменноугольный дикрезол, представляющий собой смесь, состоящую в основном из мета- и пара-изомеров, получаемую при ректификации сырых каменноугольных фенолов.

Технический каменноугольный дикрезол предназначается для производства смол, пластификаторов и получения чистых метакрезола и паракрезола.

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Каменноугольный дикрезол в зависимости от технологии получения и назначения выпускают двух марок: А и Б.

1.2. По физико-химическим показателям каменноугольный дикрезол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

| Наименование показателей | Нормы для марок | | Методы анализа |
|--|-----------------|---|---|
| | А | Б | |
| 1. Внешний вид | | Прозрачная маслянистая жидкость без видимых механических примесей | Визуально |
| 2. Содержание метакрезола, %, не менее | 58 | 55 | По ГОСТ 20843—75 |
| 3. Содержание воды, %, не более | 0,3 | 0,5 | По ГОСТ 2477—65 и п. 3.2 настоящего стандарта |
| 4. Содержание оснований, %, не более | 0,3 | 0,3 | По п. 3.3 |
| 5. Содержание нейтральных масел, %, не более | 0,3 | 0,3 | По ГОСТ 11239—65 |
| 6. Фракционный состав, % (по объему): | | | |
| до 199°C, не более | 5 | 5 | По ГОСТ 18995.7—73, разд. 2 |
| до 204°C, не менее | 95 | Не нормируется | |
| до 205°C, не менее | Не нормируется | 95 | |

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 5445—69 со следующими дополнениями:

при поставке продукта в цистернах партией считают каждую цистерну; проверку качества продукта проводят по средней пробе массой не менее 1 кг, которую хранят в склянке из темного стекла с притертой или плотно подогнанной корковой пробкой.

2.2. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ средней пробы, отобранный от цистерны или от удвоенного количества единиц продукции той же партии.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 5445—69.

3.2. Содержание воды определяют по ГОСТ 2477—65, при этом в качестве растворителя можно применять чистый камен-

ноугольный ксилол по ГОСТ 9949—62 или нефтяной ксилол по ГОСТ 9410—71.

3.3. Определение содержания оснований

3.3.1. Сущность метода заключается в титровании анализируемого раствора 0,1 н. раствором хлорной кислоты и определении точки эквивалентности по изменению удельной электропроводности титруемого раствора. Зависимость удельной электропроводности раствора от количества добавленного титранта изображают графически. Кривая имеет изгиб, соответствующий точке эквивалентности.

3.3.2. Применяемые аппаратура, посуда, реактивы и растворы: титратор высокочастотный типа ОК-302;

колба мерная с одной отметкой по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1 л;

стаканы стеклянные по ГОСТ 10394—72, типа ВН, вместимостью 100 мл;

бюrette исполнения 1 по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 мл;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная х. ч.;

пиридин чистый по ГОСТ 2747—67 или по ГОСТ 13647—68, свежеперегнанный;

кислота хлорная, 70%-ная и 0,1 н. раствор в уксусной кислоте, готовят следующим образом: 8,4 мл 70%-ной хлорной кислоты наливают в мерную колбу, содержащую около 900 мл ледяной уксусной кислоты, тщательно перемешивают, доводят объем раствора до метки уксусной кислотой и снова тщательно перемешивают.

Титр полученного 0,1 н. раствора хлорной кислоты определяют по чистому пиридину. Для этого в стакан для титрования с 20—40 мл уксусной кислоты приливают из капельницы около 0,1 г пиридина. Массу навески пиридина определяют с погрешностью не более 0,0002 г по массе вылитого из капельницы пиридина. Стакан с приготовленным таким образом раствором пиридина устанавливают в адаптер титратора и доливают в стакан уксусную кислоту до верхнего края адаптера. Переключают ручку чувствительности титратора в положение 16, включают магнитную мешалку и устанавливают стрелку микроамперметра на 5—10 мА. Из бюrette в стакан для титрования приливают 1 мл 0,1 н. раствора хлорной кислоты и через минуту записывают показания прибора. Операцию повторяют до получения 2—3 значений величин после эквивалентной точки.

По данным титрования строят график — электропроводность (мА) и объем введенного 0,1 н. раствора хлорной кислоты (мл).

За объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование навески пиридина, принимают объем, соответствующий точке изгиба кривой графика.

Титр хлорной кислоты (T) в граммах пиридина на 1 мл 0,1 н. раствора хлорной кислоты вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески пиридина, г;

V — объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование пиридина, мл.

За титр 0,1 н. раствора хлорной кислоты принимают среднее арифметическое двух-трех параллельных определений.

При изменении цвета титрованного раствора хлорной кислоты необходимо его заменить свежим.

3.3.3. Проведение анализа

Для проведения анализа навеску дикрезола берут в зависимости от предполагаемого содержания в нем оснований. При содержании оснований до 0,1% включительно масса навески должна быть 10 ± 1 г, а при содержании оснований более 0,1% — 5 ± 1 г.

В предварительно взвешенный чистый сухой стакан для титрования в зависимости от предполагаемого содержания оснований пипеткой наливают 10 или 5 мл анализируемого дикрезола, закрывают стакан пластникой и взвешивают. Массу навески определяют по разности масс. Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,01 г.

Стакан с пробой устанавливают в адаптер титратора и наливают в стакан уксусную кислоту до верхнего края адаптера.

Переключают ручку чувствительности титратора в положение 16, включают магнитную мешалку и устанавливают стрелку микроамперметра на 5—10 мА.

Титрование и построение графика проводят по п. 3.3.2. За объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование навески дикрезола, принимают объем, соответствующий точке изгиба кривой графика.

3.3.4. Обработка результатов

Содержание оснований (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование навески дикрезола, мл;

T — титр 0,1 н. раствора хлорной кислоты, г/мл;

m — масса навески дикрезола, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05%.

Допускается определять содержание оснований визуально.

Титрование навески (пиридина и дикрезола), растворенной в 20—50 мл ледяной уксусной кислоты, 0,1 н, раствором хлорной кислоты в присутствии индикатора метилвиолета проводят до перехода окраски раствора от фиолетовой до светло-синей; вычисления проводят по формулам, указанным выше.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Каменноугольный дикрезол транспортируют в железнодорожных цистернах или сварных стальных бочках по ГОСТ 6247—72.

4.2. К крышке наливного люка цистерны прикрепляют деревянную бирку с указанием:

- а) наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;
- б) названия продукта и его марки;
- в) номера партии;
- г) массы нетто;
- д) даты изготовления;
- е) надписи «Ядовито!»;
- ж) обозначения настоящего стандарта.

4.3. Стальные бочки маркируют в соответствии с требованиями ГОСТ 14192—71 с указанием обозначений, указанных в п. 4.2, и массы брутто.

4.4. Каждая поставляемая партия продукта должна сопровождаться документом, удостоверяющим соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать данные, указанные в п. 4.2 или 4.3, результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта.

4.5. Каменноугольный дикрезол должны хранить в отдельных предназначенных для него емкостях, предохраняющих продукт от попадания атмосферных осадков и пыли.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Каменноугольный дикрезол должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя. Изготовитель должен гарантировать соответствие качества поставляемого продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения каменноугольного дикрезола — один год со дня изготовления. По истечении указанного срока перед использованием продукт должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Каменноугольный дикрезол представляет собой прозрачную маслянистую жидкость от светло-желтого до темно-коричневого цвета плотностью 1,03—1,04 г/см³ с характерным запахом фенольных продуктов.

Температура вспышки 75°C, температура самовоспламенения 595°C, температурные пределы воспламенения: нижний 48°C, верхний 83°C.

6.2. Для тушения каменноугольного дикрезола используют тонкораспыленную воду, воздушно-механическую и химическую пену.

6.3. Каменноугольный дикрезол обладает резко выраженным раздражающим и прижигающим действием. Вызывает сильные ожоги на кожных покровах и слизистых оболочках. Предельно допустимая концентрация паров дикрезола в воздухе рабочей зоны 5 мг/м³.

6.4. При попадании дикрезола на кожу или одежду во избежание поражения необходимо сменить одежду, произвести осторожное обтирание пораженных мест 10—40%-ным этиловым спиртом или растительным маслом и обмыть пораженные места теплой водой с мылом.

6.5. При работе с дикрезолом необходимо пользоваться индивидуальными средствами защиты от вдыхания паров, попадания продукта на кожные покровы и слизистые оболочки (защитные очки, резиновые перчатки, нарукавники, спецодежда из плотной ткани, фильтрующий промышленный противогаз марки А, респиратор марки Ф 46-К с соответствующим фильтром), а также соблюдать меры личной гигиены.

6.6. Помещения, в которых производятся работы с дикрезолом, должны быть оборудованы приточно-вытяжными вентиляционными установками, обеспечивающими содержание вредных веществ в концентрациях не выше предельно допустимых, а производственные процессы по возможности герметизированы.

В помещениях должна быть вода, аптечка с медикаментами для оказания первой помощи и необходимое противопожарное оборудование.

6.7. При проведении всех видов работ с дикрезолом должны соблюдаться требования, изложенные в правилах безопасности в коксохимической промышленности и в санитарных нормах проектирования промышленных предприятий.

Изменение № 1 ГОСТ 11313—75 Дикрезол каменноугольный технический

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.11.25
№ 5132 срок введения установлен

с 82.04.01

Наименование стандарта дополнить словами: «Технические условия»;
«Specifications».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 24 2424.

По всему тексту стандарта заменить слова и единицу измерения: «содержание» на «массовая доля», мл на см³.

(Продолжение см. стр. 120)

Пункт 1.2. Таблица. Головку дополнить кодами: для марки А — ОКП 24 2424 0130 02; для марки Б — ОКП 24 2424 0140 00;
графу «Наименования показателей» дополнить пунктом — 7:
«7. Массовая доля ортокрезола, %, не более»;
графу «Нормы для марок» дополнить нормами для марок А и Б — 1,0;
графу «Методы анализа» дополнить словами: «По ГОСТ 20843—75»;
таблицу дополнить примечанием:

«Примечание. Массовую долю ортокрезола определяют только в продукте, предназначенном для производства синтетических душистых веществ».

Пункты 2.1, 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 5445—69 на ГОСТ 5445—79.

(Продолжение см. стр. 121)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11313—75)

Пункт 2.2 исключить.

Пункт 3.2. Исключить слово: «чистый»; заменить ссылки: ГОСТ 9949—62 на ГОСТ 9949—76, ГОСТ 9410—71 на ГОСТ 9410—78.

Пункт 3.3.2. Шестой абзац изложить в новой редакции:
«Пиридин свежепергнаний».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1. Технический каменноугольный дикрезол перевозят в специально выделенных железнодорожных цистернах с нижним сливом (модель 16—898).

На цистерны наносят манипуляционные знаки: «Ядовит», «Огнеопасно» и трафарет прилиски.

Уровень палива продукта в цистерну должен обеспечивать полное использование грузоподъемности цистерны».

(Продолжение см. стр. 122)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11313—75)

Пункт 4.2 исключить.

Пункт 4.3 изложить в новой редакции:

«4.3. Технический каменноугольный дикрезол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—74 относится к классу 6, подклассу 6.1».

Пункт 4.4 исключить.

Пункт 5.1. Исключить слова: «Каменноугольный дикрезол должен быть принят техническим контролем предприятия-изготовителя».

(ИУС № 2 1982 г.)

КОМКР
Изменение № 2 ГОСТ 11313—75 Дикрезол каменноугольный технический. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.86 № 1730 срок введения установлен

с 01.12.86

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Технический каменноугольный дикрезол предназначен для применения в химической, медицинской и пищевой промышленности»;

дополнить абзацем: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества».

Раздел 1. Наименование изложить в новой редакции: «1. Технические требования»;

дополнить пунктом — 1.1а (перед п. 1.1): «1.1а. Технический каменноугольный дикрезол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке».

Пункт 1.2. Таблица. Заменить ссылку: ГОСТ 11239—65 на ГОСТ 11239—76;

графа Б. Для пункта 3 заменить норму: 0,5 на 0,3;

графа А. Для пункта 4 заменить норму: 0,3 на 0,2.

Пункт 2.1. Исключить слова: «при поставке продукта в цистернах».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2: «2.2. Дикрезол в соответствии с ГОСТ 16504—81 подвергают приемо-сдаточным (при приемочном контроле) и периодическим испытаниям не реже одного раза в 3 года по пп. 2—5 таблицы в соответствии с ГОСТ 15.001—73».

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «раствора 0,1 н. раствором хлорной кислоты» на «продукта раствором хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции:

«3.3.2. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы:

титратор высокочастотный типа ОК-302;

колба мерная с одной меткой по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1 дм³;

стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, типа В, вместимостью 100 см³;

бюrette исполнения 1 по ГОСТ 20292—74 вместимостью 10 см³;

кисточка уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная х. ч.;

пиридин свежеперегнанный;

кислота хлорная, раствор с массовой долей 70 % и раствор концентрации $(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) в уксусной кислоте, приготовленный по п. 3.3.2.1.

3.3.2.1. Приготовление раствора хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ в уксусной кислоте

8,4 см³ хлорной кислоты с массовой долей 70 % наливают в мерную колбу, содержащую около 900 см³ ледяной уксусной кислоты, тщательно перемешивают, доводят объем раствора до метки уксусной кислотой и снова тщательно перемешивают.

Концентрацию полученного раствора хлорной кислоты определяют по пиридину. Для этого в стакан для титрования с 20—40 см³ уксусной кислоты при-

(Продолжение см. с. 228)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11313—75)

ливают из капельницы около 0,1 г пиридина. Капельницу взвешивают до и после отбора пиридина и результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Стакан с приготовленным таким образом раствором пиридина устанавливают в адаптер титратора и доливают в стакан уксусную кислоту до верхнего края адаптера. Переключают ручку чувствительности титратора в положение 16, включают магнитную мешалку и устанавливают стрелку микроамперметра на 5—10 мА. Из бюретки в стакан для титрования приливают 1 см³ раствора хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и через минуту записывают показания прибора. Операцию повторяют до получения 2—3 значений величин после эквивалентной точки.

По данным титрования строят график в координатах: показания микроамперметра (мА) — объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование (см³).

За объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование навески пиридина, принимают объем, соответствующий точке изгиба кривой графика.

Концентрацию хлорной кислоты (*c*) в граммах пиридина на 1 см³ раствора хлорной кислоты вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V} ,$$

где *m* — масса навески пиридина, г;

V — объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование пиридина, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух-трех параллельных определений.

При изменении цвета раствора хлорной кислоты его заменяют свежим.

Пункт 3.3.3. Первый абзац исключить;

второй абзац. Исключить слова: «в зависимости от предполагаемого содержания оснований», «или 5»; заменить слова: «Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,01 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до второго десятичного знака»;

последний абзац. Заменить ссылку: п. 3.3.2 на п. 3.3.2.1;

заменить слова: «0,1 н. раствора хлорной кислоты» на «раствора хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)».

Пункт 3.3.4. Формула и экспликация. Заменить обозначение: Т на *c* (2 раза); заменить слова: «0,1 н. раствора хлорной кислоты» на «раствора хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)»; «титр 0,1 н.» на «концентрация»;

четвертый абзац. Заменить слова: «допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %» на «допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при доверительной вероятности *P*=0,95»;

предпоследний абзац изложить в новой редакции: «Допускается определять массовую долю оснований методом объемного титрования в присутствии индикатора»;

последний абзац. Заменить слова: «и» на «или», «0,1 н. раствором хлорной кислоты» на «раствором хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)»;

Пункт 4.3 Заменить ссылку: ГОСТ 19433—74 на ГОСТ 19433—81.

Пункт 5.1. Заменить слова: «должен гарантировать» на «гарантирует»; исключить слова: «установленных настоящим стандартом».

Пункт 5.2. Исключить слова: «По истечении указанного срока перед использованием продукт должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта».