

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

Издание официальное

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 ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Методы определения воды

The forest chemicals.

Methods for determination of moisture

ГОСТ
16399—70*

ОКСТУ 2409

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 03.11.70 № 1535 дата введения установлена

01.08.71

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает следующие методы определения воды:

- высушивание в сушильном шкафу;
 - азеотропная отгонка с органическим растворителем.
- (Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

1.1. Навеску для анализа отбирают от средней пробы, предусмотренной в нормативно-технической документации на соответствующий лесохимический продукт.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. Перед взятием навески пробы, содержащую частицы размером более 3 мм, размельчают растиранием в ступке (ГОСТ 9147—80) или другим способом без последующего просеивания.

Пробу щепы соснового пневмогенного осмола быстро измельчают до размера отдельных кусков не более 10 мм по длине волокна.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ ВЫСУШИВАНИЕМ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

2.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР — 200 г.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный с ценой деления 1 °С, обеспечивающий измерение температуры в заданном интервале.

Шкаф сушильный с электрическим обогревом, способный поддерживать нужную температуру.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82 типа СН диаметром 32 или 43 мм. Стаканчики должны быть пронумерованы, высушены и взвешены (результат взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), хранят их в эксикаторе с прокаленным хлористым кальцием или высушенным сернокислым натрием. Перед взятием навески массу стаканчика проверяют, хлористый кальций или сернокислый натрий периодически обновляют.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый.

Натрий сернокислый технический по ГОСТ 6318—77.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1980 г., июне 1983 г., марта 1995 г. (ИУС 1—80, 9—83, 6—95)

2.2. Проведение анализа

1—2 г анализируемого продукта помещают в стаканчик и взвешивают. Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем, приоткрыв стаканчик, помещают его в предварительно нагретый сушильный шкаф. Ртутный резервуар термометра при измерении температуры должен находиться на уровне установленных в сушильном шкафу стаканчиков.

Температура и продолжительность сушки в зависимости от свойств анализируемого продукта указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Температура сушки, °С	Продолжительность сушки, мин
1. Карбюризатор древесноугольный (березовый)	107±3	60
2. Уголь древесный	107±3	60
3. Понизитель вязкости полифенольный лесохимический (ПФЛХ)	107±3	120
4. Порошок уксусно-кальциевый	120±3	10
5. Связующее литейное ДП	125±3	30

Температура и продолжительность сушки продуктов, не указанных в табл. 1, должны быть приведены в нормативно-технической документации на конкретный продукт.

Продолжительность каждой сушки считают с того момента, когда температура в сушильном шкафу после установки стаканчиков вновь достигнет заданной.

Стаканчик с содержимым после охлаждения в эксикаторе с хлористым кальцием до температуры окружающего воздуха взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса стаканчика, г;

m_1 — масса стаканчика с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с навеской после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленных до первого десятичного знака.

Допускаемые абсолютные расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать:

0,3 % — для продуктов с массовой долей воды от 1 до 10 %;

0,5 % — для продуктов с массовой долей воды более 10 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ АЗЕОТРОПНОЙ ОТГОНКОЙ С ОРГАНИЧЕСКИМ РАСТВОРИТЕЛЕМ

3.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Аппарат для определения количественного содержания воды по НТД, при этом к аппарату допускается применять колбу К-1—250—29/32 по ГОСТ 25336—82, а также медную или другую металлическую колбу вместимостью не менее 250 см³.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛКТ-500 г-М.

Колбонагреватель, электрическая плита с закрытой спиралью или песчаная баня.

Пемза, неглазурованный фаянс (фарфор) или залаянные с одного конца стеклянные капилляры.

Палочка стеклянная длиной около 500 мм с резиновым наконечником или металлическая проволока такой же длины с утолщением на конце.

Растворители: скрипидар эстракционный с температурой начала кипения не ниже 153 °С (для определения воды в сосновом пневом осмоле), скрипидар живичный по ГОСТ 1571—82, ксиол каменноугольный по ГОСТ 9949—76, бензин-растворитель для резиновой промышленности по ТУ 38.401—67—108—92, толуол по ГОСТ 5789—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

С. 3 ГОСТ 16399—70

3.2. Проведение анализа

Навеску анализируемого продукта взвешивают и помещают в колбу аппарата. Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Для анализа соснового пневмического осмоля берут около 20 г опилок или измельченной щепы, для анализа других продуктов — около 50 г навески.

К синтетической камфоре приливают 50 см³ растворителя, к другим продуктам — по 100 см³ растворителя.

Для обеспечения равномерного кипения в колбу помещают кусочки пемзы, неглазурованного фаянса (фарфора) или запаянные с одного конца стеклянные капилляры.

Содержимое колбы нагревают до кипения. Дальнейший нагрев проводят так, чтобы в приемник-ловушку отгонялось 2—4 капли в секунду. Если в трубке холодильника в конце перегонки задержатся капли дистиллята, их переводят в приемник-ловушку непрерывным, более сильным нагреванием или с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником или металлической проволоки.

Отгонку прекращают, когда объем воды в приемнике-ловушке перестанет увеличиваться, но не менее чем через 45 мин.

Объем воды отсчитывают после того, как приемник-ловушка и собранная в нем жидкость примут температуру окружающего воздуха.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.3. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot \rho \cdot 100}{m},$$

где V — объем отогнанной воды, см³;

ρ — плотность воды при температуре определения, г/см³;

m — масса навески анализируемого продукта, г.

Объем воды в приемнике-ловушке, равный 0,03 см³ и меньше, считается следами.

За отсутствие воды в анализируемом продукте принимают отсутствие видимых капель в нижней части приемника-ловушки.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Допускаемые абсолютные расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Масса навески, г	Массовая доля воды, %	Допускаемое абсолютное расхождение, %
50	От 0,06 до 0,6	0,06
	Св. 0,6 » 2	0,2
	» 2 » 20	0,4
	От 0,15 до 1,5	0,15
20	Св. 1,5 » 5	0,5
	» 5 » 50	1

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Редактор В.Н. Копысов
Технический редактор Н.С. Гришанова
Корректор В.С. Черная
Компьютерная верстка В.И. Грищенко

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.06.99. Подписано в печать 15.07.99.
Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 162 экз. С3330. Зак. 586. Усл. печ. л. 0,47.

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