

11239-76



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
НЕЙТРАЛЬНЫХ МАСЕЛ**

ГОСТ 11239-76

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва



РАЗРАБОТАН

**Восточным научно-исследовательским углехимическим институтом
(ВУХИН)**

Директор **Л. И. Еркин**

Руководитель и исполнитель темы **Т. А. Коренская**

Фенольным заводом

Директор **В. Я. Шведский**

Руководитель темы **Г. А. Маркус**

Исполнители: **С. М. Бедюх, Л. С. Гертнер**

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Зам. министра **А. Ф. Борисов**

**ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследова-
тельским институтом стандартизации (ВНИИС)**

Директор **А. В. Гличев**

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государст-
венного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 ян-
варя 1976 г. № 208**

Продукты фенольные каменноугольные
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
 НЕЙТРАЛЬНЫХ МАСЕЛ**

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

**ГОСТ
 11239—76**

Взамен
ГОСТ 11239—65

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров ССР от 26 января 1976 г. № 208 срок действия установлен

с 01.01 1977 г.

до 01.01 1982 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 феноляты, экстрагировании нейтральных масел четыреххлористым углеродом, удалении из экстракта фенолов и пиридиновых оснований, отгонке четыреххлористого углерода и определении массы остатка.

1. РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

1.1. Для определения содержания нейтральных масел применяются:

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66; 8,0 и 13,5%-ные растворы;

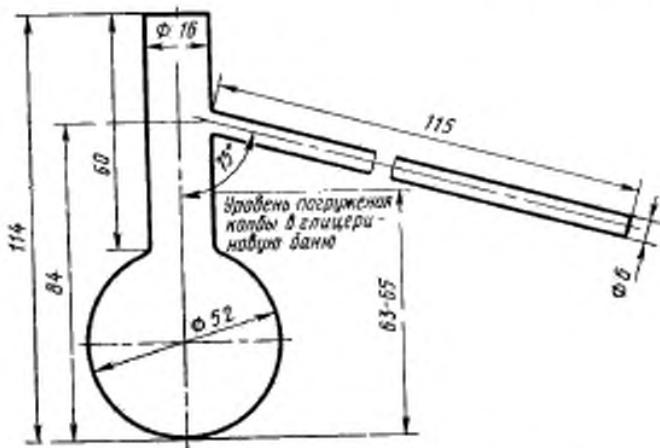
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота серная по ГОСТ 4204—66, 23,5%-ный раствор;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74;

колба для отгонки четыреххлористого углерода (см. чертеж);

холодильник типа ХПТ 300 по ГОСТ 9499-70;
 термометр стеклянный технический по ГОСТ 2823-73, с пределом измерения от 0 до 160°C и ценой деления 1°C;
 стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394-72, вместимостью 50 и 250 мл;
 воронка делительная цилиндрическая по ГОСТ 8613-64, вместимостью 250 мл со стеклянной пробкой и притертым краном, не смазанным вазелином;
 воронка простая конусообразная с коротким стеблем по ГОСТ 8613-64, № 3 или № 4;



цилиндры измерительные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 100 и 250 мл;
 шкаф сушильный с терморегулятором;
 секундомер по ГОСТ 5072-72;
 экскикатор по ГОСТ 6371-73;
 фильтры обеззоленные.

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. 25 г анализируемого продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, наливают в делительную воронку, туда же добавляют 150 мл 8%-ного раствора едкого натра для ксиленолов или 100 мл 13,5%-ного раствора едкого натра для фенольной фракции, дикрезола и трикрезола. Полученную смесь взбалтывают в течение 2 мин, добавляют 20 мл четыреххлористого углерода, снова взбалтывают 2 мин и отстаивают 3-5 мин.

2.2. Нижний слой, состоящий из вытяжки нейтрального масла и четыреххлористого углерода; сливают в чистую делительную

воронку, а к верхнему слою добавляют еще 20 мл 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 25 мл 8%-ного или 13,5%-ного раствора едкого натра в зависимости от анализируемого продукта для удаления заэмульсированных 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.

2.3. К вытяжке добавляют 25 мл 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 мл воды, взбалтывают содержимое воронки 2 мин и отстаивают 3 мин.

2.4. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в колбу для отгонки четыреххлористого углерода, предварительно взведенную с погрешностью не более 0,0002 г. Перед взвешиванием горловину и отводную трубку колбы закрывают корковыми пробками, которые постоянно хранятся в экскаторе.

После окончания фильтрации экстракта фильтр промывают 10 мл четыреххлористого углерода.

2.5. Колбу с экстрактом помещают в глицериновую баню, предварительно нагретую до 50—60°C 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 112—113°C обогрев прекращают с тем, чтобы максимальная температура глицериновой бани не превышала 120°C. Отгонку растворителя допускается проводить на электрической плитке с закрытой спиралью.

2.6. Отгонку заканчивают после прекращения выделения капель из холодильника и когда температура паров в колбе снижается на 5—6°C. 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°C.

2.7. Колбу вынимают из шкафа и охлаждают в экскаторе до температуры окружающей среды. Затем горловину и отводную трубку колбы закрывают корковыми пробками и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

2.8. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реагентов, но без анализируемого продукта.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Содержание нейтральных масел в фенольных продуктах (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески анализируемого продукта, г;

m_1 — поправка на реагенты в контрольном опыте, г;

m_2 — масса нейтральных масел, г.

3.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P \geq 0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание нейтральных масел, %	Допускаемые расхождения, %
От 0,03 до 0,08	0,02
Св. 0,08 " 0,20	0,03
" 0,20 " 0,50	0,05
" 0,50 " 1,0	0,07
" 1,0 " 2,0	0,10

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в наб. 22.03.76 Подп. в печ. 03.05.76 0,5 п. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-537, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Ладож. пер., 6. Зак. 518

Изменение № 1 ГОСТ 11239—76 Продукты фенольные каменноугольные. Метод определения содержания нейтральных масел

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.05.91 № 752

Дата введения 01.01.92

Наименование стандарта на русском языке изложить в новой редакции: «Продукты фенольные каменноугольные. Метод определения нейтральных масел».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

По всему тексту стандарта заменить единицу физической величины: мл на см^2 .

Вводную часть дополнить абзацами: «Метод позволяет определять массовую долю нейтральных масел от 0,03 до 2,0 %.

Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Реактивы, растворы и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей 23,5 % (массовой концентрации 0,28 г/см^3).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 8 и 16,5 % (массовой концентрации 0,09 и 0,16 г/см^3).

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Воронка ВД-1—250ХС по ГОСТ 25336—82 (кран вазелином не смазывают).

Воронка В-36—50(38) ХС по ГОСТ 25336—82.

Колба для отгонки четыреххлористого углерода (см. чертеж).

Стаканы В(Н)-1—50 ТХС и В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200 г.

Секундомер.

Термометр с пределом измерения 160 °С и ценой деления 1 °С.

Холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336—82 с длиной кожуха 300 мм.

Цилиндры 1(3)—25, 1(3)—100 и 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

(Продолжение см. с. 114)

Экскатор по ГОСТ 25336—82 с обезвоженным хлоридом кальция.

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

Пункт 2.1. Первый абзац до слов «Полученную смесь изложить в новой редакции: «25 г анализируемого продукта взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), наливают в делильную воронку, добавляют 150 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 8 % для ксиленолов или 100 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 13,5 % для фенольной фракции, дикрезола и трикрезола».

Пункт 2.2. Заменить слова: «25 мл 8 %-ного или 10,5 %-ного раствора едкого натра» на «25 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 8 или 13,5 %»; «зазмультсированных» на «из эмульсии».

Пункт 2.3. Заменить слова: «25 мл серной кислоты» на «25 см³ раствора серной кислоты».

Пункт 2.4. Первый абзац до слов «Перед взвешиванием» изложить в новой редакции: «Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в колбу для отгонки четыреххлористого углерода, предварительно взвешенную (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 2.5. Заменить слово: «Коллу» на «Колбу».

Пункт 2.7. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 2.8. Заменить слово: «количествами» на «объемами».

Пункт 3.1. Заменить слово: «Содержание» на «Массовую долю»; экспликация. Заменить слова: « m_i — поправка на реагенты» на « m_i — масса нейтральных масел».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «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».

таблица. Головка. Заменить слова: «Содержание нейтральных масел, %» на «Массовая доля нейтральных масел, %» и «Допускаемые расхождения, %» на «Абсолютное допускаемое расхождение, %».

(ИУС № 8 1991 г.)