

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

Пробу щепы соснового пневого 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 реактивов 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 серноокислым натрием. Перед взятием навески массу стаканчика проверяют; хлористый кальций или серноокислый натрий периодически обновляют.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый.

Натрий серноокислый 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., марте 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. Понижитель 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 плитка с закрытой спиралью или песчаная баня.

Пемза, неглазурованный фаянс (фарфор) или запаянные 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: скипидар эстракционный с температурой начала кипения не ниже 153 °С (для определения воды в сосновом пневом осмоле), скипидар живичный по ГОСТ 1571—82, ксилол 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).

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 пневого осмола берут около 20 г опилок или измельченной щепы, для анализа других продуктов — около 50 г навески.

К синтетической камфаре 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 непродолжительным, 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
20	От 0,15 до 1,5	0,15
	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.

Усл. печ. л. 0,47.

Уч.-изд. л. 0,40.

Тираж 162 экз.

С3330.

Зак. 586.

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