

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 12329—66
	Растворители ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ АНИЛИНОВЫХ ТОЧЕК Light petroleum products. Determina- tion of aromatic hydrocarbons by the method of aniline points	Взамен ОСТ 17872 М. И. 20к—40
		Группа Б49

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

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 углеводов 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 углеводов.

Контроль за отсутствием в растворителе ароматических углеводов 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 углеводов.

Отбор растворителя из адсорбционной колонки прекращают при обнаружении в очередной порции растворителя ароматических углеводов. Порции растворителя, не содержащие ароматических углеводов, 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 вставленным 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 углеводов 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 $0,2^{\circ}\text{C}$.

За результат испытания принимается среднее арифметическое параллельных определений.
