МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33584—
2015**

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения активности по четыреххлористому углероду

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 марта 2016 г. № 171-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33584—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 3467—04 (Reapproved 2009) «Стандартный метод определения активности активированного угля по четыреххлористому углероду» («Standard test method for carbon tetrachloride activity of activated carbon», IDT).

Стандарт разработан Комитетом ASTM D28 «Активированный уголь», и непосредственную ответственность за разработку метода несет Подкомитет D28.04 «Методы анализа газовой фазы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

По классификации Агентства по защите окружающей среды США четыреххлористый углерод относят к I классу с точки зрения разрушающего воздействия на озон.

Взамен предложен метод, регламентированный ASTM D 5742, где приведены данные о корреляции значений адсорбционной способности активированных углей по *n*-бутану и четыреххлористому углероду[1)].

[1)] Данные по корреляции хранятся в Международной штаб-квартире организации ASTM. Регистрационный номер для запроса RR:D28-1000.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения активности по четыреххлористому углероду

Activated carbon. Standard test method
for determination of carbon tetrachloride activity

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения уровня активности активированного угля. Активность по четыреххлористому углероду (CCl_4) определяют как отношение (в процентах) массы CCl_4, адсорбированного пробой активированного угля, к массе пробы в состоянии ее насыщения CCl_4, наступившего в условиях, регламентированных настоящим методом.

1.2 В настоящем стандарте все единицы измерений приведены в системе СИ. Другие единицы измерений в настоящий стандарт не включены.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Меры предосторожности приведены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D 2652, Terminology Relating to Activated Carbon (Терминология, относящаяся к активированному углю)

ASTM D 2854, Test Method for Apparent Density of Activated Carbon (Метод определения кажущейся плотности активированного угля)

ASTM D 2867, Test Methods for Moisture in Activated Carbon (Методы определения влаги в активированном угле)

ASTM D 5742, Test Methods for Determination of Butan Activity of Activated Carbon (Методы определения активности активированного угля по бутану)

ASTM E 300, Practice for Sampling Industrial Chemicals (Практика отбора проб промышленных химических продуктов)

ASTM E 691, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method (Практика проведения межлабораторных испытаний с целью установления прецизионности метода испытаний)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM: www.astm.org, в службе поддержки клиентов ASTM: service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

3 Термины и определения

3.1 Термины, использованные в настоящем стандарте, определены в ASTM D 2652.

4 Сущность метода

4.1 Через пробу активированного угля известной массы при определенных условиях пропускают воздух, содержащий CCl_4. Испытание продолжают до тех пор, пока масса пробы не перестанет увеличиваться, после чего определяют массу адсорбированного CCl_4. Составными частями аппаратуры, используемой в настоящем методе, являются устройства, позволяющие контролировать давление подаваемого воздуха, очищать воздух от масел и влаги, находящихся как в жидком, так и в газообразном состоянии, создавать определенную концентрацию CCl_4 в воздухе и контролировать скорость газовой смеси (воздух и CCl_4), проходящей через пробу активированного угля.

5 Назначение и применение

5.1 Активность, определяемая настоящим методом, характеризует объем пор пробы активированного угля. Вследствие этого настоящий метод используют для определения степени завершенности процесса активации и для осуществления качественного контроля работы активированных углей в газовых средах. В то же время определяемая настоящим методом активность не всегда может служить абсолютной или относительной мерой эффективности испытуемой пробы угля при его использовании для адсорбции других веществ или при других условиях.

6 Аппаратура и материалы

6.1 Четыреххлористый углерод, химически чистый.

6.2 Система, обеспечивающая подачу чистого, сухого воздуха без примесей масел.

Воздух пропускают через HEPA (High Efficiency Particulate Air), фильтр тонкой очистки, и через слой активированного угля, содержащий не менее 500 $см^3$ угля, при скорости потока воздуха 1670 $см^3$/мин. Относительная влажность воздуха при 25 °С должна быть менее 5 %.

6.3 Весы с допускаемой точностью измерения ± 10 мг.

6.4 Регулятор давления.

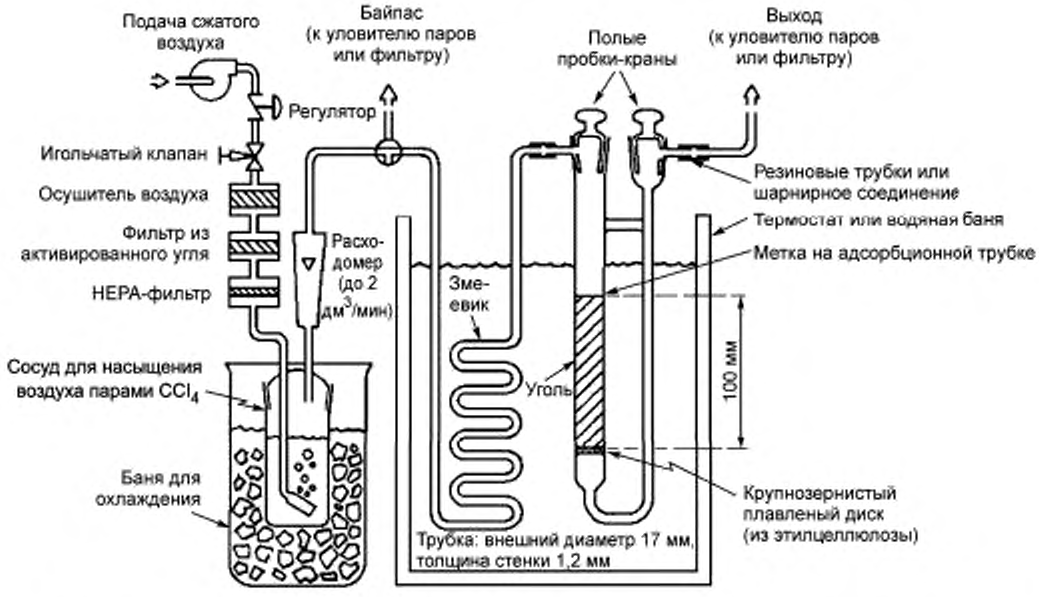
6.5 Устройство для получения газообразного CCl_4, обеспечивающее поддержание концентрации CCl_4 в воздухе равной (250 ± 10) мг/$дм^3$ при температуре (25 ± 1) °С, что эквивалентно степени насыщения 27,5 %. Типичное устройство, состоящее из склянки для промывки газа и охлаждающей ванны с температурой приблизительно 0 °С, изображено на рисунке 1. См. также таблицу 1.

6.6 Трехходовой кран.

6.7 Система регулировки потока, состоящая из игольчатого клапана, расходомера и измерителя времени.

6.8 Адсорбционная трубка, размеры которой указаны на рисунке 1.

6.9 Термостат, обеспечивающий температуру адсорбционной трубки с пробой угля и воздуха, содержащего CCl_4, равной (25 ± 1) °С.



Примечание 1 — Обязательные требования к установке для испытания следующие: необходимо соблюдать указанные размеры адсорбционной трубки; измеритель скорости потока газа (расходомер) должен быть расположен после сосуда, в котором происходит насыщение воздуха CCl_4; запорные краны-пробки должны находиться в положении, указанном на рисунке. Змеевик для нагрева газа должен быть таким, чтобы газ, проходя через него, нагревался до температуры водяной бани ± 1 °С (равной температуре слоя активированного угля).

Примечание 2 — Параллельно основной адсорбционной трубке могут быть присоединены дополнительные трубки с активированным углем. Таким образом можно проводить одновременное испытание нескольких проб активированного угля при условии, что поток газа через все пробы будет одинаковым, установленным по 6.7.

Примечание 3 — Давление воздуха на входе адсорбционной трубки должно быть (105 ± 3) кПа.

Рисунок 1 — Установка для определения активности по четыреххлористому углероду

Таблица 1 — Поглощающая способность (активность) активированных углей по CCl_4

Диаметр гранул (средний), мм	Диаметр слоя угля, мм	Число определений	Средняя поглощающая способность, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %
55	10,3	19	68,1	± 1,8	2,6
0,72	10,3	20	66,2	± 1,1	1,7
1,02	23,2	17	61,7	± 0,7	1,2
1,30	23,2	20	59,0	± 1,1	1,9

7 Меры предосторожности

7.1 Пары четыреххлористого углерода токсичны, и следует принимать меры против их вдыхания. Желательно все действия с четыреххлористым углеродом, включая собственно работу испытательного оборудования, проводить в хорошо функционирующем вытяжном шкафу. Следует тщательно соблюдать установленные правила по безопасности труда и охране здоровья. Рекомендуется также использовать сведения из паспорта безопасности, сопровождающего четыреххлористый углерод при получении его от поставщика или производителя. Концентрации четыреххлористого углерода, выбрасываемого в атмосферу, также должны соответствовать установленным требованиям.

8 Подготовка пробы

8.1 Подготовку проб активированного угля проводят по ASTM E 300.

9 Градуировка

9.1 Проверку градуировки термометров, расходомеров и весов проводят стандартными лабораторными методами. Концентрацию CCl_4 в газовом потоке определяют по 11.2.

10 Прведение испытания

10.1 Пробу активированного угля сушат способом, регламентированным ASTM D 2867.

10.2 Взвешивают сухую адсорбционную трубку (6.8) с точностью измерения ± 10 мг и записывают ее массу.

10.3 Заполняют трубку (6.8) активированным углем до метки (100 ± 1) мм. Делают это с помощью вибрационного питателя, описанного в ASTM D 2854. Изолируют уголь, закрывая трубку кранами-пробками.

10.4 Заполненную адсорбционную трубку взвешивают и записывают ее массу.

10.5 Трубку с активированным углем присоединяют в вертикальном положении к установке для испытания (см. рисунок 1).

10.6 С помощью трехходового крана направляют поток воздуха, содержащего CCl_4, в обход трубки с пробой активированного угля.

10.7 Запорные краны-пробки адсорбционной трубки открывают. Сухой, чистый воздух пропускают через генератор газообразного CCl_4 до тех пор, пока концентрация CCl_4 не стабилизируется на уровне (250 ± 10) мг/дм^3 при температуре (25 ± 1) °С в общем газовом потоке, объемная скорость которого равна (1670 ± 15) см^3/мин, что соответствует линейной скорости потока через трубку с углем 10 м/мин.

10.8 После установления необходимой концентрации CCl_4 в газовом потоке открывают запорные краны-пробки адсорбционной трубки и поворотом трехходового крана направляют газовый поток через слой активированного угля. Фиксируют время. Газ должен проходить через пробу угля вертикально сверху вниз.

10.9 Продолжают пропускать газ через слой активированного угля в течение 30 мин, поддерживая при этом постоянную скорость потока 1670 см^3/мин. Затем поворачивают трехходовой кран таким образом, чтобы он направлял газовый поток одновременно в адсорбционную трубку и в обходную линию. После этого закрывают запорные краны-пробки адсорбционной трубки. Трубку отсоединяют от установки и, протерев насухо ее внешнюю поверхность, взвешивают с погрешностью ± 10 мг. Массу трубки записывают.

10.10 Вновь подсоединяют трубку к установке, открывают краны-пробки и возобновляют прохождение газа через пробу в последующие 10 мин.

10.11 Через 10 мин трубку взвешивают по 10.9.

10.12 Процедуры по 10.10 и 10.11 продолжают до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний не будут отличаться менее чем на 10 мг.

11 Обработка результатов

11.1 Активность по четыреххлористому углероду вычисляют по формуле

$$A = \frac{100(D - C)}{C - B}, \quad (1)$$

где A — активность по четыреххлористому углероду, выраженная в процентах к массе активированного угля;

B — масса пустой сухой адсорбционной трубки, г;

C — первоначальная масса адсорбционной трубки с активированным углем, г;

D — масса адсорбционной трубки с активированным углем, определяемая в конце испытания, г.

11.2 Концентрация CCl_4

Концентрацию четыреххлористого углерода обычно вычисляют по первому измеренному привесу адсорбционной трубки, используя формулу

$$S = \frac{100^6 \left(D_t - C\right)}{Qt}, \qquad (2)$$

где S — концентрация CCl_4 в газовом потоке, мг/дм^3;

D_t — масса трубки с активированным углем после продувки газом в течение t мин, г;

C — первоначальная масса адсорбционной трубки с активированным углем, г;

Q — измеренная скорость потока газа, см^3/мин;

t — продолжительность периода продувки, мин (обычно 10 мин).

Если взвешивание трубки с углем после первой 10-минутной продувки и после второй 10-минутной продувки уже не показывает никакого привеса, это означает, что насыщение активированного угля произошло в процессе первой 10-минутной продувки и действительную концентрацию CCl_4 можно оценивать по формуле (2). Повторение испытания со взвешиванием трубки с активированным углем через более короткие промежутки времени, заведомо недостаточные для насыщения пробы, позволяет рассчитать концентрацию CCl_4 более точно.

12 Протокол испытаний

12.1 В протоколе испытаний указывают поставщика активированного угля, марку и размер зерен активированного угля, активность по четыреххлористому углероду, фамилию исполнителя, идентификационный номер и дату испытания.

13 Прецизионность и смещение

13.1 Результаты последних межлабораторных испытаний, обработанные в соответствии с ASTM E 691, приведены в таблице 2. В испытаниях четырех разных активированных углей приняли участие три лаборатории. Из приведенных данных следует, что относительное стандартное отклонение настоящего метода составляет 1,2 %—2,6 %.

Таблица 2 — Результаты межлабораторных испытаний, обработанные в соответствии с ASTM E 691

В процентах

Номер пробы	$\bar{x}_j$	$(S_r)_j$	$(S_L)_j$	$(V_r)_j$	$(V_L)_j$	$(S_R)_j$	$(S_L)_j$
1	104,76	1,32	1,41	1,26	1,34	1,93	1,84
2	80,89	1,78	1,07	2,20	1,32	2,07	2,56
3	68,17	0,83	0	1,22	0	0,83	1,22
4	67,03	0,79	0,80	1,17	1,19	1,12	1,67

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 2652	—	*
ASTM D 2854	—	*
ASTM D 2867	—	*
ASTM D 5742	IDT	ГОСТ 33585—2015 «Уголь активированный. Стандартный метод определения активности по бутану»
ASTM E 300	—	*
ASTM E 691		*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 621.3.035.222.2:543.06:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: активированный уголь, четыреххлористый углерод

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Н.М. Кузнецовой*

Сдано в набор 19.08.2019. Подписано в печать 18.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru