МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
7847—
2020**

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

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 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»), Техническим комитетом 395 «Кокс и продукты коксохимии»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2020 г. № 131-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 июля 2020 г. № 366-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 7847—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 7847—73

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, 2020

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура, посуда и реактивы. 2
4 Подготовка к анализу 2
5 Проведение анализа 2
6 Обработка результатов 3
7 Определение содержания нерастворимых в толуоле веществ по ИСО 6376 (способ 2). 3

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

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Coal tar pitch. Methods for the determination of mass fraction of substances insoluble in toluene

Дата введения — 2021—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный пек и устанавливает метод определения содержания веществ, нерастворимых в толуоле (α-фракции).

Метод основан на использовании различной растворимости компонентов пека и заключается в обработке навески его толуолом с последующим определением массы отфильтрованного и высушенного нерастворившегося остатка.

Метод применяется в интервале значений массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, от 15 % до 60 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5445 Продукты коксования химические. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 7846 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Аппаратура, посуда и реактивы

Для определения содержания веществ, нерастворимых в толуоле, применяют:

- колбу стеклянную лабораторную типа КН по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3;
- цилиндры измерительные с носиком по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 250 см^3;
- стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336, типа СВ;
- воронку стеклянную по ГОСТ 25336, типа В, диаметром 75 или 100 мм;
- эксикатор с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;
- холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336, типа ХШ;
- баню песчаную с электрическим обогревом;
- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (120 ± 2) °С,
- промывалку с резиновой грушей;
- фильтр бумажный «белая лента»;
- палочку стеклянную с резиновым наконечником;
- толуол с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %;
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Допускается применение других весов, имеющих метрологические характеристики не ниже указанных;
- шпатель или ложка по ГОСТ 9147 или аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с пеком;
- противень из нержавеющего материала (размером 200 х 300 мм).

4 Подготовка к анализу

4.1 Отбор проб по ГОСТ 5445.

4.2 Среднюю пробу, отобранную и подготовленную к анализу в соответствии с требованиями нормативных и технических документов на пек (образец твердого пека измельчают так, чтобы частицы проходили через сито с сеткой № 0,25), тщательно перемешивают шпателем, ложкой или аналогичным приспособлением на противне из нержавеющего материала и разравнивают слоем от 1 до 2 см. Из разных мест слоя отбирают не менее пяти порций, из которых составляют две навески массой приблизительно 1 г каждая. Навеску переносят в колбу.

4.3 Фильтры, используемые для анализа, промывают толуолом, высушивают и хранят в эксикаторе. Берут два предварительно подготовленных целых фильтра и два кусочка размером в 1/4 фильтра каждый, помещают в стаканчик со снятой крышкой и сушат от 30 до 60 мин в сушильном шкафу при температуре (120 ± 2) °С. После этого стаканчик с фильтрами охлаждают от 25 до 60 мин в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Высушивание повторяют до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г.

За массу стаканчика с фильтрами принимают среднее арифметическое результатов двух последних взвешиваний.

4.4 Результаты всех взвешиваний, г, записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

5 Проведение анализа

5.1 100 см^3 толуола отмеряют цилиндром, затем от 10 до 20 см^3 наливают в колбу, в эту колбу количественно с помощью толуола переносят навеску и добавляют оставшийся в цилиндре толуол.

5.2 Колбу соединяют с обратным холодильником плотной корковой пробкой или шлифом таким образом, чтобы исключить потерю толуола в месте соединения, и нагревают на песчаной бане до слабого кипения, поддерживая его в течение 1 ч.

5.3 Содержимое колбы в горячем состоянии фильтруют через стеклянную воронку с двумя фильтрами, подготовленными по 4.3 таким образом, чтобы уровень фильтруемой жидкости в воронке был практически постоянным. Остаток в колбе смывают в воронку с помощью промывалки толуолом, нагретым до кипения, а частички продукта, прилипшие к стенкам колбы, снимают при помощи стеклянной палочки кусочками фильтра (см. 4.3), которые затем присоединяют к фильтрам с осадком.

5.4 Осадок на фильтрах промывают небольшими порциями толуола, нагретого до кипения, смывая осадок с краев фильтра к середине. Каждую последующую порцию толуола прибавляют после того, как полностью стечет предыдущая.

5.5 Осадок промывают до тех пор, пока толуол не будет стекать бесцветным. Цвет толуола определяют визуально. Объем толуола, израсходованный для промывки, должен быть не менее 250 см^3. После этого фильтры с осадком сушат и взвешивают в соответствии с 4.3.

5.6 Анализ проводят в вытяжном шкафу. Применение для нагревания открытого огня не допускается.

6 Обработка результатов

6.1 Содержание веществ, нерастворимых в толуоле (α-фракция), X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} - A, \quad (1)$$

где m_1 — масса стаканчика с фильтрами и осадком, г;

m_2 — масса стаканчика с фильтрами, г;

A — зольность пека, определенная по ГОСТ 7846, %;

m — масса навески пека, г.

6.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до целого числа.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать:

0,8 % — при массовой доле веществ, нерастворимых в толуоле, от 15 % до 40 % включительно;

1 % — при массовой доле веществ, нерастворимых в толуоле, свыше 40 % до 60 %.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях, при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать:

1,6 % — при массовой доле веществ, нерастворимых в толуоле, от 15 % до 40 % включительно;

2,0 % — при массовой доле веществ, нерастворимых в толуоле, свыше 40 % до 60 %.

Результаты анализа округляют до целого числа.

7 Определение содержания нерастворимых в толуоле веществ по ИСО 6376 (способ 2)

Метод заключается во взвешивании части испытуемой навески пека, которая не растворяется в толуоле после кипячения в определенных условиях.

7.1 Реактивы и материалы

7.1.1 Толуол

7.1.2 Ацетон

7.2 Приборы

7.2.1 Обычные лабораторные приборы, а также:

- колба коническая вместимостью 500 см^3 из боросиликатного стекла, снабженная муфтой из пришлифованного стекла по ГОСТ 25336;
- конденсатор орошения (холодильник) с эффективной длиной 300 мм, имеющий на нижнем конце конус из пришлифованного стекла по ГОСТ 25336, с помощью которого его можно прикрепить к конической колбе через муфту;
- тигель фильтрующий стеклянный вместимостью около 30 см^3, снабженный круглыми фильтрами из стеклянного спекшегося порошка класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336 и имеющий следующие размеры: диаметр — 30 мм; высота (от фильтра до верхнего края) — 35 мм;
- печь электрическая, поддерживающая температуру от 105 °С до 110 °С.

7.3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5445.

Образец твердого пека измельчают таким образом, чтобы частицы проходили через сито с сеткой № 0,2 по ГОСТ 6613.

Образец из мягкого пека используют без предварительного измельчения.

7.4 Проведение испытания

Около 1 г испытуемого образца взвешивают с точностью до 0,001 г (m_0). Предварительно готовят фильтрующий тигель, нагревая его в течение 1 ч в печи при температуре от 105 °С до 110 °С и охлаждая до температуры окружающей среды в эксикаторе, а затем взвешивают с точностью до 0,001 г (m_2).

Испытуемый образец помещают в коническую колбу, добавляют около 100 см^3 горячего (температурой приблизительно 80 °С) толуола и растворяют. При переносе образца в колбу следует избегать образования капель пека, которые плохо растворяются в кипящем толуоле*.

Присоединяют холодильник к колбе и начинают циркуляцию воды. Содержимое колбы доводят до постоянного кипения и продолжают кипячение под орошением в течение примерно 30 мин.

Прекращают нагревание и снимают холодильник. При слабом разряжении немедленно фильтруют содержимое колбы через сухой и взвешенный фильтрующий тигель. Ополаскивают колбу примерно 10 см^3 горячего (температурой приблизительно 80 °С) толуола и фильтруют промывную жидкость через фильтрующий тигель. После окончания фильтрования повторяют операцию промывки и фильтрования с горячим толуолом объемом 10 см^3 до полного удаления остатка в фильтрующий тигель и обесцвечивания фильтрата. Фильтрующий тигель и его содержимое промывают примерно 10 см^3 ацетона и после окончания фильтрования повторяют операцию, используя ацетон объемом 10 см^3. Затем фильтрующий тигель вместе с содержимым нагревают в течение 1 ч в печи при температуре от 105 °С до 110 °С, охлаждают до температуры окружающей среды в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г (m_1).

7.5 Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, %, вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля, содержащего нерастворимый остаток, г;

m_2 — масса пустого тигля, г;

m_0 — масса испытуемого образца, г.

Сходимость определений — 0,5 %, воспроизводимость — 1 %.

7.6 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- идентификацию образца;
- ссылку на используемый метод;
- результаты и используемый метод их выражения;
- любые обстоятельства, отмеченные в ходе испытаний;
- любую операцию, не включенную в настоящий стандарт.

* Толуол является токсичным и легко воспламеняемым веществом, поэтому все операции с ним проводят в тщательно вентилируемом вытяжном шкафу.

УДК 622.549:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: пек каменноугольный, массовая доля веществ нерастворимых в толуоле, α-фракция

БЗ 8—2020

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 20.07.2020. Подписано в печать 22.07.2020. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru