ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70536— 2022

ПРОДУКТЫ КОКСОХИМИЧЕСКИЕ

Ускоренный метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2022 г. № 1482-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 испытанию 2
5 Проведение испытания 5
6 Обработка результатов 5
Приложение А (обязательное) Определение массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, по уравнению градуировочной характеристики 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ КОКСОХИМИЧЕСКИЕ

Ускоренный метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Coke-chemical products. Rapid method for determination of mass fraction of substances insoluble in toluene

Дата введения —2024—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на коксохимические продукты и устанавливает ускоренный метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, для каменноугольной смолы в интервале от 5 % до 11 % и для пека от 20 % до 35 %.

Метод основан на использовании различной растворимости компонентов пека или смолы в толуоле и заключается в фотометрическом определении интенсивности светового потока, прошедшего через суспензию, образующуюся в результате обработки навески коксохимического продукта в толуоле ультразвуком.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.423 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

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

ГОСТ 2477 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

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

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 7847 Пек каменноугольный. Метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

ГОСТ 8448 Бензол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9880 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 14710 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

Издание официальное

ГОСТ 29230 (ИСО 835-4—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Аппаратура, посуда и реактивы

3.1 Диспергатор низкочастотный ультразвуковой типа УЗДН-1 или УЗДН-2Т, обеспечивающий рабочую частоту излучателя и генератора (44 ± 5) кГц с конической насадкой к универсальному излучателю. Допускается применение прибора типа УЗУ-0,25, обеспечивающего рабочую частоту от 18 до 44 кГц.

3.2 Колориметр фотоэлектрический любого типа, обеспечивающий измерение коэффициента светопропускания с абсолютной погрешностью ±1 %.

3.3 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228, с пределом взвешивания не менее 200 г, не ниже II класса точности, с ценой деления шкалы 0,01 г, или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

3.4 Секундомер по ГОСТ 8.423.

3.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью или любой другой нагревательный прибор, обеспечивающий мощность 800 Вт.

3.6 Шкаф сушильный электрический любого типа.

3.7 Пробирка П2Т-31-70 ХС по ГОСТ 25336.

3.8 Цилиндр 2-25 по ГОСТ 1770.

3.9 Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770.

3.10 Колба Кн-1-100-14/23 ТС или Кн-2-100-18 ТХС по ГОСТ 25336.

3.11 Пипетки 1-1-1 и 6-1-10 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 — ГОСТ 29230.

3.12 Палочка стеклянная.

3.13 Толуол по ГОСТ 5789 или толуол каменноугольный по ГОСТ 9880 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710.

3.14 Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

3.15 Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

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

4 Подготовка к испытанию

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 5445.

4.2 Подготовка проб — в соответствии с требованиями стандарта или технических условий на коксохимический продукт.

4.3 В пробе смолы предварительно определяют массовую долю воды по ГОСТ 2477 со следующими дополнениями: в качестве растворителя применяют бензол по ГОСТ 8448 или по ГОСТ 5955, толуол по ГОСТ 9880 или по ГОСТ 5789, ксилол по ГОСТ 9949.

4.4 Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в каменноугольной смоле для определения градуировочной характеристики находят по ГОСТ 7847 со следующими дополнениями и изменениями.

Навеску смолы берут около 3 г.

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, X в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески смолы, г;

m_1 — масса стаканчика с фильтрами и осадком, г;

m_2 — масса стаканчика с фильтрами, г.

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в пересчете на безводную смолу X_1 в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где W — массовая доля воды в смоле, определяемая по 4.3.

4.5 Этиловый спирт сушат в течение суток сернокислой медью, прокаленной предварительно при температуре 300 °С до белого цвета из расчета 0,2 кг на 1000 см^3 спирта, и отфильтровывают перед употреблением.

4.6 Подготовку к работе ультразвуковых приборов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Проверку пригодности прибора к работе, уточнение условий и времени диспергирования при использовании ультразвукового диспергатора проводят следующим образом. Четыре навески массой 0,0300 г для пека, 0,0500—0,1000 г для смолы в 15 мл толуола диспергируют 5, 10, 15 и 20 мин, каждый раз измеряя оптическую плотность суспензии сразу по окончании диспергирования и по истечении 20 мин. За требуемое время диспергирования принимают минимальное время, в течение которого оптическая плотность суспензии остается неизменной 20 мин. Если при указанном времени диспергирования и соблюдении всех требований, указанных в разделе 4, на нескольких различных пробах не удается получить устойчивую суспензию, диспергатор не пригоден к работе.

4.7 Диспергирование в ультразвуковой установке

Пробу смолы разогревают на электроплитке до температуры 50 °С—70 °С при тщательном перемешивании.

Пробу смолы массой от 0,05 до 0,10 г взвешивают в конической колбе, приливают 15 см^3 толуола и ставят колбу в ванну ультразвуковой установки, в которую предварительно наливают воду комнатной температуры. Уровень воды в ванне должен быть не ниже уровня жидкости в колбах, стоящих на пьезоэлектрических преобразователях. Затем ванну закрывают крышкой и включают генератор. Продолжительность воздействия ультразвука — 5 мин.

Для диспергирования в ванну одновременно можно ставить три колбы с пробами.

4.8 Диспергирование с помощью ультразвукового диспергатора

Навеску пробы пека или смолы помещают в пробирку и приливают 15 см^3 толуола.

Пробирку закрепляют на штативе диспергатора и погружают в нее экспоненциальный излучатель так, чтобы он находился на расстоянии не более 20 мм от дна пробирки. Во избежание разогрева пробирку помещают в стакан с холодной водой.

После сборки установки включают ультразвуковой диспергатор на время, определенное по 4.6, тщательно поддерживая режим его работы согласно инструкции по эксплуатации.

4.9 Определение градуировочной характеристики

В качестве градуировочной характеристики используют расчетную формулу (см. приложение А) или градуировочный график.

Градуировочную характеристику определяют не менее чем по трем точкам для смолы и пяти точкам для пека для интервала значений массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, используемых на данном предприятии.

Для определения градуировочной характеристики используют пробу с максимальной массовой долей веществ, нерастворимых в толуоле, поступающую на данное предприятие. Эта проба является исходной для определения градуировочной характеристики.

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в исходной пробе пека определяют по ГОСТ 7847, смолы — по ГОСТ 7847 и разделу 4.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

4.9.1 Определение градуировочной характеристики для смолы

Навески одной пробы смолы массой 0,05; 0,08 и 0,1 г помещают в конические колбы или пробирки (в зависимости от способа диспергирования). Добавляют в каждую колбу или пробирку по 15 $см^3$ толуола и проводят диспергирование одним из способов, указанных в 4.7 и 4.8.

После диспергирования содержимое конических колб или пробирок количественно переносят в мерные колбы, в которые для стабилизации полученной суспензии добавляют по 5 $см^3$ этилового спирта, и доводят толуолом до метки. После тщательного перемешивания часть суспензии из колбы переносят в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 3 мм и измеряют оптическую плотность суспензии при длине волны (582 ± 10) нм относительно раствора сравнения, которым служит толуол, помещенный в такую же кювету.

Определение выполняют для каждой точки градуировочной характеристики не менее трех раз, повторяя все операции, начиная с взятия навески.

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в смоле в процентах пересчитывают на массовую концентрацию веществ, нерастворимых в толуоле, в приготовленных суспензиях в граммах на кубический дециметр.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности суспензии от массовой концентрации веществ, нерастворимых в толуоле, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию веществ, нерастворимых в толуоле, в граммах на кубический дециметр, а по оси ординат — значение оптической плотности, либо по полученным данным рассчитывают уравнение градуировочной характеристики, как указано в приложении А.

4.9.2 Определение градуировочной характеристики для пека

Берут навеску одной пробы пека массой 0,03 г.

Навеску помещают в пробирку, добавляют 15 $см^3$ толуола и проводят диспергирование в соответствии с 4.8.

После диспергирования и измерения оптической плотности получают первую точку градуировочной характеристики. Для получения последующих точек градуировочной характеристики готовят рабочую пробу (для каждой точки графика новую, используя одну и ту же мерную колбу и одну и ту же исходную пробу).

Для каждой точки графика берут одну и ту же навеску массой по 0,0300 г, диспергируют, переводят в мерную колбу, добавляют в нее 5 $см^3$ этилового спирта для стабилизации полученной суспензии и толуолом доводят содержимое до метки.

Затем отбирают 3, 6, 9, 12 и 15 $см^3$ суспензии (для каждой точки одну из аликвот), добавляют вместо отобранного количества 0,15; 0,30; 0,45; 0,60 и 0,75 $см^3$ этанола соответственно и доводят толуолом до метки. После тщательного перемешивания часть суспензии из колбы переносят в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 3 мм и измеряют оптическую плотность суспензии при длине волны (582 ± 10) нм относительно раствора сравнения, которым служит толуол, помещенный в такую же кювету.

Определение проводят для каждой точки графика не менее трех раз, повторяя все операции, начиная с взятия навески, и вычисляют среднее значение оптической плотности этих суспензий.

Для расчета массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, в процентах для каждой точки графика при отборе аликвот при разведении необходимо значение ее в исходной пробе в процентах умножить соответственно на 0,97; 0,94; 0,91; 0,88; 0,85.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в процентах, а по оси ординат — оптическую плотность, либо результаты обрабатывают так, как указано в приложении А, и по полученным данным рассчитывают уравнение регрессии (уравнение градуировочной характеристики).

4.9.3 Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 3 месяца путем определения веществ, нерастворимых в толуоле, в одной пробе продукта по ГОСТ 7847 и по настоящему стандарту. Проводят по два параллельных определения каждым методом.

Если разница между результатами определений, полученными этими методами, составляет не более чем 1,2 допускаемого расхождения 0,8 %, результаты проверки считаются удовлетворительными.

В противном случае проверку повторяют на двух пробах продукта.

Если хотя бы один из двух результатов второй проверки показал расхождение больше допускаемого, необходимо проверить качество диспергирования в соответствии с разделом 4 настоящего стандарта и, если диспергирование проходит нормально, заново построить градуировочный график.

4.9.4 При построении градуировочного графика допускается его линейная экстраполяция в сторону большего и меньшего значений массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, не более чем на 1 %.

5 Проведение испытания

Навеску пробы пека массой 0,03 г или смолы массой от 0,05 до 0,1 г анализируют так, как указано в разделе 4 настоящего стандарта при определении градуировочной характеристики. Измеряют оптическую плотность пробы и по полученному значению оптической плотности Y находят массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле X, используя градуировочный график и формулы, приведенные в разделе 6, или уравнение градуировочной характеристики (см. приложение А).

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в каменноугольной смоле X_2 в процентах вычисляют по формуле и записывают с точностью до первого десятичного знака

$$X_2 = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 100}, \quad (3)$$

где c — массовая концентрация веществ, нерастворимых в толуоле, найденная по градуировочному графику, г/дм^3;

V — объем мерной колбы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в пересчете на безводную смолу X_3 в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{100 - W}, \quad (4)$$

где W — массовая доля воды в смоле, определенная, как указано в 4.3.

6.2 Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в каменноугольном пеке в процентах определяют по градуировочному графику и записывают с точностью до первого десятичного знака.

6.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,8 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результат анализа округляют до четвертого десятичного знака.

Приложение А
(обязательное)

Определение массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, по уравнению градуировочной характеристики

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле X, в процентах по полученному значению оптической плотности Y вычисляют по формуле

$$X = \frac{1}{2} \cdot Y - \frac{A}{B}, \quad (A.1)$$

где A и B — коэффициенты уравнения прямой определяют по формулам:

$$A = \frac{\sum Y_i \sum X_i^2 - \sum X_i \sum X_i Y_i}{m \sum X_i^2 - \left(\sum X_i\right)^2}, \quad (A.2)$$

$$B = \frac{m \sum X_i Y_i - \sum X_i \sum X_i Y_i}{m \sum X_i^2 - \left(\sum X_i\right)^2}, \quad (A.3)$$

где m — число опытов, проведенных при определении градуировочной характеристики;

X_i — массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, определяемая по п. 4.9, %;

Y_i — оптическая плотность, определяемая по 4.9.

Суммирование во всех случаях проводится от 1 до m.

УДК 662.749.2.001.4:006.354 ОКС 71.080.90

Ключевые слова: продукты коксохимические, ускоренный метод, определение массовой доли веществ, нерастворимые в толуоле вещества

Редактор *Т.И. Магала*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 11.01.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru