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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
10200—
2017**

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ ЭЛЕКТРОДНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 по стандартизации ТК 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 августа 2017 г. № 102-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2018 г. № 172-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 10200—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 10200—83

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 Технические требования 2
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 3
5 Правила приемки 5
6 Методы анализа 5
7 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение 8
8 Гарантии изготовителя 9
Библиография 10

Введение

Каменноугольный электродный пек получают при переработке каменноугольной смолы.

Каменноугольный электродный пек предназначен для производства анодной массы, угольной и графитированной продукции, конструкционных углеграфитовых материалов, электроугольных изделий и других целей.

Качество каменноугольного электродного пека характеризуется, главным образом, температурой размягчения, массовой долей веществ, не растворимых в толуоле (α-фракция), массовой долей веществ, не растворимых в хинолине (α_1-фракция), выходом летучих веществ и зольностью.

Актуальность пересмотра ГОСТ 10200—83 обусловлена тем, что за время действия стандарта изменились правила безопасности и охраны окружающей среды, упаковки, маркировки, транспортирования и хранения продукта, а также качественные показатели пека в связи с изменением требований потребителей. На методы отбора проб пека утверждены и действуют ГОСТ 32270—2013 «Пеки. Отбор проб» и ГОСТ Р ИСО 6257—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб».

Проект стандарта разработан в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001, в нем рекомендовано отбор проб пека проводить наряду с традиционными методами также по ГОСТ 32270—2013 или по ГОСТ Р ИСО 6257—2015, по предложению потребителей внесена новая марка пека $В_1$, являющегося сырьем для алюминиевой промышленности, внесены два факультативных показателя «Коксовое число» и «Динамическая вязкость», скорректированы технические требования по качеству пека, полностью пересмотрены разделы «Требования безопасности», «Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение», включены требования по транспортированию твердого пека и транспортной маркировке продукции, снято ограничение объема поставляемой партии пека, внесен в текст стандарта новый раздел «Меры предосторожности при работе с хинолином».

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 ЭЛЕКТРОДНЫЙ

Технические условия

Electrode coal-tar pitch. Specifications

Дата введения —2019—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный электродный пек (далее — пек), получаемый при переработке каменноугольной смолы, предназначенный для производства анодной массы, угольной и графитированной продукции, конструкционных углеграфитовых материалов, электроугольных изделий и других целей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.014—84 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерений концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.041—2001 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.253—2013 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.293—2015 (EN 136:1998) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Маски общие технические условия

ГОСТ 17.2.3.02—2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2226—2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 2477—2014 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

ГОСТ 5445—79 Продукты коксования химические. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 7846—73 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

Издание официальное

ГОСТ 7847—73 Пек каменноугольный. Метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

ГОСТ 9410—78 Ксилол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 9880—76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 9950—83 Пек каменноугольный. Метод определения температуры размягчения

ГОСТ 9951—73 Пек каменноугольный. Метод определения выхода летучих веществ

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14710—78 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 17811—78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28357—89 Продукты коксохимические. Ускоренный метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

ГОСТ 28572—90 Пек каменноугольный. Диэлектрический метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине

ГОСТ 31340—2013 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ 32270—2013 Пеки. Отбор проб

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 за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Пек изготовляют в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 В зависимости от назначения каменноугольный электродный пек выпускают следующих марок:

А — для конструкционных углеродных материалов; допускается использовать для производства электродной продукции и изделий электротехнического назначения;

Б — для электродной продукции широкого назначения;

$Б_1$,В и $В_1$ — для алюминиевой промышленности.

3.3 По физико-химическим показателям каменноугольный электродный пек должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки					Метод испытания
	А	Б	$Б_1$	В	$В_1$	
1 Внешний вид	Жидкий или твердый пек					Визуально
2 Температура размягчения, °С	От 65 до 70 включ.	От 67 до73 включ.	От 72 до 76 включ.	От 85 до 92включ.	От 90 до 95 включ.	По ГОСТ 9950
3 Массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, (α-фракция), %	От 24 до 28 включ.	От 25 до 31 включ.	От 26 до 31 включ.	Не менее 31	Не менее 32	По ГОСТ 7847 или по ГОСТ 28357

Окончание таблицы 1

Наименование показателя		Норма для марки					Метод испытания
		А	Б	$Б_1$	В	$В_1$	
4 Массовая доля веществ, нерастворимых в хинолине, (α_1-фракция), %, не более		7	9	12	14	16	По ГОСТ 28572 или по 6.3 настоящего стандарта
5 Выход летучих веществ, %		От 59 до 63 включ.	От 58 до 62 включ.	Не более 59	Не более 57	Не более 56	По ГОСТ 9951
6 Зольность, %, не более		0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	По ГОСТ 7846
7 Массовая доля воды в твердом пеке, %, не более		4,0	4,0	4,0	4,0	4,0	По ГОСТ 2477 и по 6.4 настоящего стандарта
8 Коксовое число, %, не менее		49,0	51,0	53,0	56,0	58,0	*
9 Вязкость динамическая, сП, при температуре	150 °С	—	400—750	—	—	—	ASTM D 4402/ D4402M
	155 °С	—	—	400—1500	1500—4500	—	
	185 °С	—	—	100—300	300—550	—	

Примечания

1 В пеке марки А, предназначенном для производства конструкционных углеродных материалов, выход летучих веществ должен составлять от 60 % до 63 %.

2 При разногласиях в оценке массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле, анализ проводят по ГОСТ 7847.

3 При разногласиях в оценке температуры размягчения пека анализ проводят по ГОСТ 9950 методом «Кольцо и стержень».

4 При разногласии в оценке массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине, анализ проводят по 6.3.2 методом горячего фильтрования.

5 Показатели, указанные в разделах 8 и 9, являются факультативными до 01.01.2021.

6 Перевод из СГС в СИ физической величины П (Пуаз) выполняется по равенству: 1 П = 0,1 Па · с.

7 Дополнительные требования и отклонения от норм для марок пека согласуют с изготовителем и указывают в договорах/контрактах на поставку продукта.

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

4.1 Каменноугольный электродный пек — твердый остаток дистилляции каменноугольной смолы черного цвета. Состоит из многоядерных ароматических и гетероциклических соединений и продуктов их поликонденсации.

4.2 Требования безопасности при производстве, применении и хранении пека должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности, «Правила безопасности при получении, транспортировании, использовании расплавов черных и цветных металлов и сплавов на основе этих расплавов», Санитарным правилам для предприятий черной металлургии, правилам пожарной безопасности и действующим Санитарным правилам при транспортировании и работе с пеками и др.

Отбор проб и анализ пека следует проводить в соответствии с правилами по технике безопасности, утвержденными в установленном порядке.

Опасное воздействие при работе с пеком обусловлено действием токсичных компонентов, входящих в состав пека, а также хинолина и толуола, используемых при анализе пека.

---

* По нормативному документу страны, проголосовавшей за принятие настоящего стандарта.

4.3 Сведения о токсичности пека

4.3.1 По степени воздействия на организм пек — высокоопасное вещество, которое в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится ко второму классу опасности. Предельно допустимая концентрация (ПДК) аэрозолей и пека в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 0,2 мг/м^3, ПДК определяют по нормативной документации.

Пек может вызывать аллергическую реакцию, при контакте с кожей генетические дефекты, онкологические заболевания, воздействовать на функцию воспроизводства, токсичен для водных организмов с долгосрочными последствиями.

При попадании на кожу вызывает покраснение, усиливающееся на свету, отеки, жжение. При попадании горячего пека возможны термические ожоги.

При ингаляционном воздействии вызывает слюнотечение, раздражение верхних дыхательных путей, кашель, головную боль, головокружение; в тяжелых случаях — тошноту, рвоту, потерю сознания, боли в подложечной области; при попадании на слизистые оболочки глаз — конъюнктивиты, жжение, светобоязнь.

4.3.2 Токсичность хинолина

При остром отравлении хинолином наблюдается возбуждение, сменяющееся угнетением, рвота, мышечная слабость, снижение двигательной активности. Наиболее поражаемые органы и системы: нервная система, печень, почки, глаза, верхние дыхательные пути, легкие.

4.3.3 Токсичность толуола

При остром отравлении толуолом наблюдается повышенная психическая активность, эйфория, галлюцинации, прогрессирующее расстройство сознания, завершающееся судорогами и коматозным состоянием. Наиболее поражаемые органы и системы: центральная система и периферическая нервная система, верхние дыхательные пути, система кроветворения, печень, почки, иммунная и эндокринная системы.

4.3.4 Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.014, ГОСТ 12.1.016 и Методическими указаниями Минздрава, утвержденными в установленном порядке. Периодичность контроля — в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

4.4 Защитные средства при работе с пеком

Общие рекомендации: избегать вдыхания паров пека, попадания пека и его паров в глаза и на кожу, случайного проглатывания.

Защита глаз — в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.253.

Защита органов дыхания — в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.041, ГОСТ 12.4.235, ГОСТ 12.4.293 и другой нормативной документации.

Защита рук — резиновые или термостойкие перчатки.

Защитная одежда — костюм или комбинезон из плотной ткани (желательно хлопчато-бумажной) с капюшоном или шлемом, прикрывающими шею и грудь, башмаки марки «ПЫЛЬ» или сапоги, или полусапоги кожаные для пыли, нательное белье (для пека), халаты из хлопчато-бумажных тканей (для толуола и хинолина).

Защита кожи — ожиряющие и фотозащитные кремы, защитные мази и пасты по нормативной документации.

При производстве, использовании, погрузочно-разгрузочных работах, при проведении лабораторных испытаний пека производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжными вентиляционными установками в соответствии с ГОСТ 12.4.021, обеспечивающими содержание вредных веществ не выше норм ПДК, а оборудование и коммуникации производственных процессов — герметизированы.

Выбросы в атмосферу должны соответствовать ПДВ предприятия, согласно ГОСТ 17.2.3.02 и Санитарным правилам по охране окружающего воздуха. Необходимо избегать попадания вредных веществ в почву и водоемы.

В производственных помещениях должны быть питьевая и техническая вода (душевые установки или ванна), аптечка с медикаментами для оказания первой помощи и противопожарный инвентарь.

4.5 При работе с пеком должны соблюдаться правила личной гигиены: следует принимать пищу в специально отведенных помещениях с предварительным мытьем рук, необходимо пользоваться санитарно-бытовыми помещениями, принимать душ по окончании смены. Следить за чистотой спецодежды, стирку спецодежды производить централизованно только в производственных помещениях.

4.6 Пек — горючее невзрывоопасное вещество. Пожарная безопасность при его производстве, использовании, транспортировании и хранении — в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

Температура вспышки — не ниже 210 °С,

Температура воспламенения — не ниже 250 °С,

Температура самовоспламенения — не ниже 570 °С.

4.7 При загорании небольшого количества продукта для тушения применяют тонкораспыленную воду со смачивателем, сухой песок, землю. При объемном тушении применяют ручные огнетушители ОП-3, ОП-5. При больших загораниях применяют химическую или воздушно-механическую пену.

4.8 При рассыпании твердого продукта его собирают, используя средства индивидуальной защиты, и возвращают в производство. Жидкому пеку дают предварительно застыть. Способ утилизации — добавление в угольную шихту.

4.9 При транспортировании пека погрузо-разгрузочные работы должны быть механизированы. При перевозках пека в случаях аварийных ситуаций следует выполнять требования 7.1 и 7.2.

4.10 Пек перевозят в затаренном виде. При транспортировании и погрузочно-разгрузочных работах должно быть исключено загрязнение поверхности транспортного средства пеком.

4.11 Охрана окружающей среды при использовании, изготовлении, транспортировании и хранении пека обеспечивается герметизацией оборудования, предотвращением рассыпания продукта, обеспечением механизации и автоматизации управления технологическими процессами, предотвращением попадания продукта в почвы и водоемы.

Сброс пека или его остатков, а также промывных или сточных вод, содержащих пек или продукты на его основе, в поверхностные водостоки и другие водоемы запрещается.

5 Правила приемки

5.1 Правила приемки — по ГОСТ 5445.

5.2 Партия должна состоять из пека одной марки.

5.3 Показатель «Зольность» для пека всех марок определяют периодически один раз в 10 сут из средней пробы, составленной из проб, отобранных от каждой партии продукта, отгруженного за этот период.

По требованию потребителя изготовитель обязан перейти к контролю показателя из каждой партии продукта.

5.4 Показатели «Коксовое число» и «Вязкость» определяют периодически один раз в 10 сут из средней пробы, составленной из проб, отобранных от каждой партии продукта, отгруженного за этот период.

6 Методы анализа

6.1 Методы отбора проб

Методы отбора проб — по ГОСТ 5445. Допускается проводить отбор проб по ГОСТ 32270*.

6.2 Приготовление средней пробы

Жидкий пек

Объединенную пробу жидкого пека охлаждают в закрытом противне, дробят до кусков размером не более 13 мм и методом квартования сокращают до 250 г. Полученную среднюю лабораторную пробу измельчают до частиц размером не более 3 мм.

Твердый пек

Объединенную пробу твердого пека дробят до кусков размером не более 13 мм и методом квартования сокращают до 1000 г.

Полученную среднюю лабораторную пробу делят на две равные части, одну из которых оставляют для определения массовой доли воды.

---

* В Российской Федерации дополнительно по ГОСТ Р ИСО 6257—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб».

Половину второй части измельчают до частиц размером не более 3 мм и используют для остальных анализов.

При массовой доле воды в продукте более 0,2 % пробу предварительно просушивают в сушильном шкафу на противне из нержавеющей стали или из другого некорродирующего материала при температуре (50 ± 5) °С в течение от 15 до 20 мин. От 10 до 15 г измельченной до 3 мм пробы помещают в чистую сухую закрытую емкость и сохраняют для определения зольности по ГОСТ 7846.

Для определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле и хинолине, от 30 до 50 г средней пробы, измельченной до частиц размером не более 3 мм, дополнительно измельчают до частиц размером не более 0,25 мм.

Хранение пробы — по ГОСТ 5445 (2.1.5, 2.1.6).

6.3 Определение массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине (α_1-фракция)

6.3.1 Метод центрифугирования

Метод применяется в интервале значений массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине (α_1-фракция), от 1,5 % до 15 %.

6.3.1.1 Аппаратура, посуда реактивы:

центрифуга лабораторная типов ЦЛС-3, ЦЛС-31, ЦУМ-1, ЦЛН-2 или других типов с фактором разделения не менее 2500.

Фактор разделения $F_г$ вычисляют по формуле

$$F_г = 56 \cdot 10^{-5} \cdot D \cdot n^2, \quad (1)$$

где $56 \cdot 10^{-5}$ — эмпирический коэффициент;

D — наибольший внутренний диаметр ротора, м;

n — число оборотов ротора в минуту;

шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры (120 ± 5) °С;

весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допустимой погрешностью взвешивания не более 0,0002 г. Допускается применение других весов, имеющих метрологические характеристики не ниже указанных;

пробирки из дюралюминия, стекла или нержавеющей стали с внутренним диаметром 27 мм и высотой от 70 до 75 мм для центрифуг типов ЦЛС-3, ЦЛС-31, ЦУМ-1 и с внутренним диаметром 20 мм и высотой 60 мм для центрифуги типа ЦЛН-2;

штатив для пробирок;

мешалка — полированный стальной стержень;

цилиндры измерительные исполнения 1 и 3 по ГОСТ 1770, вместимостью 25 и 50 $см^3$;

эксикатор по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием;

хлористый кальций прокаливают и обновляют при появлении признаков видимого увлажнения;

толуол по ГОСТ 9880, ГОСТ 5789 или ГОСТ 14710;

хинолин, ч.

6.3.1.2 Проведение анализа

Навеску пека массой около 0,25 г взвешивают, помещают в сухую предварительно взвешенную пробирку, добавляют 15 $см^3$ хинолина. Для центрифуги типа ЦЛН-2 навеску пека и количество применяемых реактивов берут вдвое меньше.

Пробирку, установленную в штатив, после перемешивания содержимого помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (120 ± 5) °С, и выдерживают в течение 30 мин. После этого пробирку переносят в гнездо ротора центрифуги, и содержимое пробирки центрифугируют 10 мин при факторе разделения 2500^{+200}. Затем раствор осторожно декантируют, не допуская потери осадка, снова в пробирку добавляют 15 $см^3$ хинолина комнатной температуры, тщательно перемешивают мешалкой так, чтобы осадок и стенки пробирки хорошо отмыть от веществ, растворимых в хинолине.

Осадок на мешалке смывают прополаскиванием ее в верхнем слое раствора. Пробирку с раствором снова центрифугируют, и раствор осторожно декантируют. Осадок отмывают от хинолина тщательным перемешиванием с 15 $см^3$ толуола, затем центрифугируют от 2 до 3 мин.

Промывание толуолом с последующим центрифугированием повторяют 2, 3 раза до бесцветной или слабо-желтой окраски фильтрата.

Пробирку с промытым осадком устанавливают в штатив, помещают в сушильный шкаф, нагретый до (120 ± 5) °С, и сушат до постоянной массы до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями будет не больше погрешности взвешивания применяемых весов. Затем пробирку охлаждают сначала на воздухе, потом в эксикаторе и взвешивают.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6.3.2 Метод горячего фильтрования

Метод применяется в интервале значений массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине, от 1,5 % до 15 %.

6.3.2.1 Аппаратура, посуда, реактивы:

колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 50 $см^3$;

воронка стеклянная типа В по ГОСТ 25336, диаметром 75 мм;

воронка для горячего фильтрования диаметром 70 мм с термометром с пределом измерения от 0 °С до 150 °С и ценой деления 1 °С и регулируемым электронагревателем мощностью 45 Вт, обеспечивающим поддержание температуры фильтра от 95 °С до 100 °С;

стаканчик для взвешивания типа СВ по ГОСТ 25336 диаметром 40 мм;

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770, вместимостью 50 $см^3$;

холодильник воздушный с внутренним диаметром 7—8 мм и длиной от 200 до 220 мм;

фильтр «Белая лента»;

термометр ртутный стеклянный лабораторный с пределами измерения от 0 °С до 150 °С и ценой деления 1 °С;

эксикатор по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием;

хлористый кальций прокаливают и обновляют при появлении признаков видимого увлажнения;

шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры (120 ± 5) °С;

баня водяная;

толуол по ГОСТ 9880, ГОСТ 5789 или ГОСТ 14710;

хинолин, ч.

6.3.2.2 Подготовка к анализу

Два фильтра, соответствующих по размеру диаметру воронки, помещают в воронку, промывают толуолом и переносят в стаканчик для взвешивания. Стаканчик с фильтрами сушат до постоянной массы до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями будет не больше погрешности взвешивания применяемых весов и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6.3.2.3 Проведение анализа

Навеску пека массой от 0,45 до 0,55 г (от 0,20 до 0,30 г пека марки В) взвешивают, помещают в коническую колбу и приливают 30 $см^3$ хинолина.

Колбу плотно соединяют с воздушным холодильником с помощью корковой пробки или шлифа и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы в горячем состоянии фильтруют с помощью воронки для горячего фильтрования через двойной фильтр, подготовленный по 6.3.2.2. Температуру фильтрования поддерживают в пределах от 95 °С до 100 °С. Осадок из колбы количественно переносят на фильтр, ополаскивая колбу хинолином, нагретым до 95 °С. Осадок на фильтре промывают 30 $см^3$ горячего хинолина (в 4, 5 приемов) и затем толуолом, нагретым до кипения. Фильтрат в конце промывки должен быть бесцветным. Примерный расход толуола 100 $см^3$. Промытый осадок с фильтрами помещают в стаканчик для взвешивания, сушат в сушильном шкафу при температуре (120 ± 5) °С до постоянной массы до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями будет не больше погрешности взвешивания применяемых весов, и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6.3.2.4 Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в хинолине (α_1-фракцию) X, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} - X_1, \qquad (2)$$

где m_1 — масса осадка, г;

m — масса навески пека, г;

X_1 — зольность пека, определенная по ГОСТ 7846, %.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ (повторяемость — r), не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля веществ, нерастворимых в хинолине	Допустимые расхождения результатов двух параллельных определений	
	Для метода центрифугирования	Для метода горячего фильтрования
От 1,5 до 5 включ.	0,5	0,3
Св. 5 до 15 включ.	0,7	0,5

Если предел повторяемости превышает это значение, проводят третье измерение этой же пробы. Разница между минимальным и максимальным значениями трех измерений не должна превышать 1,2 r. В этом случае за результат анализа принимают среднее значение из трех измерений.

Если разница превышает 1,2 r, анализ прекращают до выяснения причин, вызывающих повышенный разброс результатов параллельных измерений.

Результат округляют до целого числа.

Абсолютные допустимые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях для метода центрифугирования (воспроизводимость — R), не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля веществ, нерастворимых в хинолине	Допустимое расхождение
От 1,5 до 5 включ.	1,0
Св. 5 до 15 включ.	2,0

Результат округляют до целого числа.

6.3.3 При возникновении разногласий в оценке массовой доли веществ, нерастворимых в хинолине, анализ пробы пека от партии, по которой имеются разногласия, проводят методом горячего фильтрования по 6.3.2.

6.3.4 Меры предосторожности при работе с хинолином

Хинолин обладает токсичными свойствами. По степени воздействия на организм он относится ко второму классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

Все операции с хинолином следует проводить с применением вытяжной вентиляции при кратности обмена воздуха не менее 10.

Отработанный хинолин добавляют в жидкие горючие смеси и сжигают.

Симптомы отравления: жжение кожи, слезотечение.

Первая помощь при отравлениях: свежий воздух, искусственное дыхание, промывание водой слизистых оболочек глаз, кожи, смазывание кожи ожиряющими кремами и пастами.

6.4 Массовую долю воды в твердом пеке определяют по ГОСТ 2477, при этом в качестве растворителя применяют толуол по ГОСТ 9880, ГОСТ 14710 и ГОСТ 5789 или ксилол по ГОСТ 9949 и ГОСТ 9410. Масса навески пека — 100 г. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака.

7 Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

7.1 При транспортировании пек относят к классу 9, классификационные шифры: 9073 — для жидкого пека и 9063 — для твердого пека, номера аварийной карточки: 908 — для жидкого пека и 906 — для твердого пека, номера ООН: 3257 — для жидкого пека и 3077 — для твердого пека.

7.2 Жидкий и твердый пек транспортируют железнодорожным, автомобильным или водным транспортом в соответствии с Правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта.

Жидкий пек транспортируют в цистернах, оборудованных кожухом термоизоляции с устройством для разогрева, в соответствии с «Правилами перевозок грузов», «Сборником правил перевозок и тарифов железнодорожного транспорта» № 370, «Правилами перевозок опасных грузов по железным дорогам», «Правилами безопасности и порядком ликвидации аварийных ситуаций с опасными грузами при перевозке их по железным дорогам».

Твердый пек перевозят в упакованном виде в четырех- или шестислойных бумажных мешках по ГОСТ 2226, в полиэтиленовых мешках по ГОСТ 17811. Полиэтиленовые мешки должны быть заварены, а бумажные — зашиты или заклеены. При двойном упаковывании мешки зашивают вместе.

Допускается транспортирование пека в металлической таре или в мягких контейнерах для сыпучих продуктов в условиях, исключающих загрязнение продукта посторонними веществами, попадание влаги и воздействие прямых солнечных лучей.

Манипуляционные знаки по ГОСТ 14192 не применяют.

7.3 Предупредительная маркировка — в соответствии с ГОСТ 31340. Описание опасности: сигнальное слово — «ОПАСНО», символы опасности — «Опасность для здоровья человека», «Восклицательный знак», «Сухое дерево и мертвая рыба».

7.4 Жидкий пек хранят в обогреваемых глухим паром или ТЭНами закрытых емкостях при температуре, превышающей температуру размягчения пека не более, чем на 90 °С, не допуская местных перегревов.

На предприятии-потребителе допускается хранить *жидкий электродный пек* при температуре, установленной действующими на данном предприятии технологическими инструкциями.

Твердый пек хранят в необогреваемых складских помещениях, оборудованных вентиляционными установками, или под навесом при температуре окружающей среды в условиях, исключающих попадание влаги, зольных примесей, воздействие прямых солнечных лучей, атмосферных осадков и почвенных вод.

Хранение твердого пека в общих складах, пакгаузах, в местах общего пользования железнодорожных станций запрещается. При хранении *твердого пека* рекомендуется во избежание слеживаемости, спекания и замерзания затаривание в бумажные мешки, которые размещаются штабелями на настилах, поднятых на 15—20 см от уровня пола.

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель гарантирует соответствие выпускаемого продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения твердого пека — 4 мес со дня изготовления, жидкого — 1 мес.

Библиография

Международный стандарт ASTM D4402/D4402M	Standard Test Method for Viscosity Determination of Asphalt at Elevated Temperatures Using a Rotational Viscometer Стандартный метод испытаний для определения вязкости асфальта при повышенных температурах с использованием вращающегося вискозиметра

УДК 622.549:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: каменноугольный электродный пек, технические требования, требования безопасности, правила приемки, методы отбора и испытания проб, упаковка, маркировка, транспортирование, хранение

БЗ 4—2018/71

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 05.04.2018. Подписано в печать 16.04.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru