

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ, НЕРАСТВОРИМЫХ В ТОЛУОЛЕ

ГОСТ 7847—73

Издание официальное

БЗ 5—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.749.001.4(083.74) Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле

Coal-tar pitch. Method for determination of mass fraction of substances insoluble in toluene

ГОСТ 7847—73*

Взамен ГОСТ 7847—55

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 августа 1973 г. № 2079 дата введения установлена

01.01.75

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.10.92 № 143

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 %.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения содержания веществ, нерастворимых в толуоле, применяются:

колба стеклянная лабораторная типа КН по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 $см^3$;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (август 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в октябре 1984 г., декабре 1988 г., декабре 1990 г., октябре 1992 г. (ИУС 8—84, 4—89, 3—91, 1—93)*

© Издательство стандартов, 1973
© ИПК Издательство стандартов, 1997

цилиндры измерительные с носиком по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100 и 250 $см^3$;

стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336—82, типа СВ $^{34}/_{12}$;

воронка стеклянная по ГОСТ 25336—82, 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—82, типа ХШ;

баня песчаная с электрическим обогревом;

шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание (120±2) °С;

промывалка с резиновой грушей;

фильтр бумажный «белая лента»;

палочка стеклянная с резиновым наконечником;

толуол с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 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—80 или аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с песком;

противень из нержавеющего материала (размером 200×300 мм).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Среднюю пробу, отобранную и подготовленную к анализу в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на пек, тщательно перемешивают шпателем, ложкой или аналогичным приспособлением на противне из нержавеющего материала и разравнивают слоем 1—2 см. Из разных мест слоя отбирают не менее пяти порций, из которых составляют две навески массой около 1 г каждая. Навеску переносят в колбу.

2.2. 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 30—60 мин в сушильном шкафу при температуре (120±2) °С. После этого

стаканчик с фильтрами охлаждают 25—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.

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

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 100 $см^3$ толуола отмеряют цилиндром, затем 10—20 $см^3$ наливают в колбу, в эту же колбу количественно с помощью толуола переносят навеску и добавляют оставшийся в цилиндре толуол.

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

3.3. Содержимое колбы в горячем состоянии фильтруют через стеклянную воронку с двумя фильтрами, подготовленными по п. 2.2 так, 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. п. 2.2), которые затем присоединяют к фильтрам с осадком.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. 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.

3.5. 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, как указано в п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание веществ, нерастворимых в толуоле (α-фракция), (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески пека, г;

m_1 — масса стаканчика с фильтрами и осадком, г;

m_2 — масса стаканчика с фильтрами, г;

A — зольность пека, определенная по ГОСТ 7846—73, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. 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, 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕРАСТВОРИМЫХ В ТОЛУОЛЕ ВЕЩЕСТВ ПО ИСО 6376—80 (СПОСОБ 2)

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

5.1. Реактивы и материалы

5.1.1. Толуол

5.1.2. Ацетон

5.2. Приборы

Обычные лабораторные приборы, а также:

5.2.1. Колба коническая вместимостью 500 см^3 из боросиликатного стекла, снабженная муфтой из пришлифованного стекла по ГОСТ 25336—82.

5.2.2. Конденсатор орошения (холодильник) с эффективной длиной 300 мм, имеющий на нижнем конце конус из пришлифованного стекла (ГОСТ 25336—82), с помощью которого его можно прикрепить к конической колбе через муфту.

5.2.3. Тигель фильтрующий стеклянный вместимостью около 30 см^3, снабженный круглыми фильтрами из стеклянного спекшегося порошка класса ПОР 10 или ПОР 16 (ГОСТ 25336—82) и имеющий следующие размеры: диаметр — 30 мм; высота (от фильтра до верхнего края) — 35 мм.

5.2.4. Электрическая печь, поддерживающая температуру 105—110 °С.

5.3. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5445—79*.

Образец твердого пека измельчают так, чтобы частицы проходили через сито с сеткой № 0,2 по ГОСТ 6613—86.

Образец из мягкого пека используют без предварительного измельчения.

5.4. 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 105—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 (примерно 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.

---

*Применяют до введения ИСО 6257—85.

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

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 (около 80 °С) толуола и фильтруют промывную жидкость через фильтрующий тигель. После окончания фильтрования повторяют операцию промывки и фильтрования с 10 см^3 горячего толуола 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 еще с 10 см^3 ацетона. Затем фильтрующий тигель вместе с содержимым нагревают примерно 1 ч в печи при температуре 105—110 °С, охлаждают до температуры окружающей среды в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г (m_1).

5.5. Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в толуоле, в процентах рассчитывают по формуле

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

где m_0 — масса испытуемого образца, г;

m_1 — масса тигля, содержащего нерастворимый остаток, г;

m_2 — масса пустого тигля, г.

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

5.6. Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

1) идентификацию образца;
2) ссылку на используемый метод;
3) результаты и используемый метод их выражения;
4) любые необычные особенности, отмеченные в ходе испытаний;
5) любую операцию, не включенную в настоящий стандарт.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 4).**

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *М И Першина*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 08 07 97 Подписано в печать 04 08 97
Усл печ л 0,47 Уч -изд л 0,38 Тираж 134 экз С748 Зак 542

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru