МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ КОКСОХИМИЧЕСКИЕ

УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ, НЕРАСТВОРИМЫХ В ТОЛУОЛЕ

Издание официальное

БЗ 11—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.749.2.001.4:006.354 Группа Л39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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

ГОСТ 28357—89

МКС 75.160.10
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на коксохимические продукты и устанавливает ускоренный метод определения массовой доли веществ, нерастворимых в толуоле (α-фракции), 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.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

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.

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

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Секундомер.

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

Шкаф сушильный электрический любого типа.

Пробирка П2Т-31—70 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 2—25 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 2—100—2 по ГОСТ 1770.

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

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

Палочка стеклянная.

Толуол по ГОСТ 5789 или толуол каменноугольный по ГОСТ 9880 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710, ч.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 марки А.

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2006

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Отбор проб — по ГОСТ 5445.

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

2.3. 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.

2.4. 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 3,000 г.

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

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

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

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля воды в смоле, определяемая по п. 2.3.

2.5. 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.

2.6. 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 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 разд. 2 на нескольких различных пробах не удается получить устойчивую суспензию, диспергатор не пригоден к работе.

2.7. Диспергирование в ультразвуковой установке

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

Навеску смолы массой 0,0500—0,1000 г с помощью стеклянной палочки помещают в коническую колбу, 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.

2.8. 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 п. 2.6, тщательно поддерживая режим его работы согласно инструкции по эксплуатации.

2.9. Определение градуировочной характеристики

В качестве градуировочной характеристики используют расчетную формулу (см. приложение) 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, поступающей 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 разд. 2.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

2.9.1. Определение градуировочной характеристики для смолы

Навески одной пробы смолы массой 0,0500, 0,0800 и 0,1000 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 пп. 2.7 и 2.8.

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 со 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.

2.9.2. Определение градуировочной характеристики для пека

Берут навеску одной пробы пека массой 0,0300 г.

Навеску помещают в пробирку, добавляют 15 $см^3$ толуола и проводят диспергирование в соответствии с п. 2.8.

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 со 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, и по полученным данным рассчитывают уравнение регрессии (уравнение градуировочной характеристики).

2.9.3. Градуировочный график проверяют не реже одного раза в 3 мес 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 по разд. 2 настоящего стандарта и, если диспергирование проходит нормально, заново построить градуировочный график.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы пека массой 0,0300 г или смолы массой 0,0500—0,1000 г анализируют так, как указано в разд. 2 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 разд. 4, или уравнение градуировочной характеристики (см. приложение).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_2 = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

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

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля воды в смоле, определенная, как указано в п. 2.3.

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

4.3. 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 целого числа.

ПРИЛОЖЕНИЕ
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

$$X = \frac{1}{B} \cdot Y - \frac{A}{B},$$

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

$$A = \frac{\Sigma Y_i \Sigma X_i^2 - \Sigma X_i \Sigma X_i Y_i}{m \Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2},$$

$$B = \frac{m \Sigma X_i Y_i - \Sigma X_i \Sigma Y_i}{m \Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2},$$

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

X_i — массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, определяемая по п. 2.9, %;

Y_i — оптическая плотность, определяемая по п. 2.9.

Суммирование во всех случаях проводится от 1 до m.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета по управлению качеством продукции и стандартам от 05.12.89 № 3574

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 2477—65	2.3
ГОСТ 4165—78	1
ГОСТ 5445—79	2.1
ГОСТ 5789—78	1, 2.3
ГОСТ 5955—75	2.3
ГОСТ 7847—73	2.4, 2.9, 2.9.3
ГОСТ 8448—78	2.3
ГОСТ 9880—76	1, 2.3
ГОСТ 9949—76	2.3
ГОСТ 14710—78	1
ГОСТ 17299—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 29169—91	1
ГОСТ 29227-91—ГОСТ 29230-91	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2005 г.

Редактор *Л.А. Шебаронина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.12.2005. Подписано в печать 31.01.2006. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 55 экз. Зак. 71. С 2415.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru