ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫХОДА ТОЛУОЛЬНОГО ЭКСТРАКТА И СОДЕРЖАНИЯ В НЕМ РАСТВОРИМЫХ В АЦЕТОНЕ ВЕЩЕСТВ (СМОЛИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА)

ГОСТ 10969—91
(ИСО 975—85,
ИСО 1017—85)

Издание официальное

БЗ 8—91/982

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.332.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

Методы определения выхода толуольного экстракта и содержания в нем растворимых в ацетоне веществ (смолистые вещества)

Brown coals and lignites.
Determination of yield of toluene-soluble extract and content of acetone-soluble materials (resinous substances) in it

ГОСТ 10969—91 (ИСО 975—85, ИСО 1017—85)

ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.93

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫХОДА ТОЛУОЛЬНОГО ЭКСТРАКТА

1.1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения выхода толуольного экстракта из бурых углей и лигнитов.

Примечание. Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, приведены в приложении.

1.2. Ссылка

ГОСТ 27314* «Топливо твердое. Определение содержания влаги».

1.3. Сущность метода

Навеску бурого угля или лигнита экстрагируют толуолом в экстракционном аппарате. Затем отгоняют растворитель, а растворимый остаток высушивают до постоянной массы. Выход толуольного экстракта в процентах вычисляют по массе остатка после высушивания, результат представляют в расчете на сухое состояние топлива.

1.4. Реактивы

Толуол, ч.д.а., $\rho_{20}=0{,}867$ г/см^3, температура кипения 109—111 °С. В этом диапазоне должно перегоняться не менее 95 % толуола.

Предостережение. Толуол легко воспламеняется, токсичен при вдыхании, попадании внутрь и на кожу.

1.5. Аппаратура

* Допускается до введения ИСО 1015 в качестве государственного стандарта.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

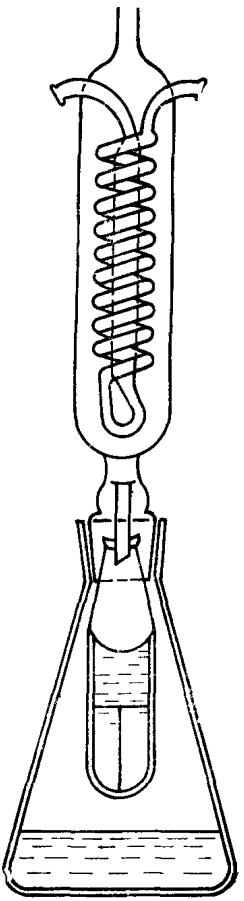
1.5.1 Экстракционный аппарат (см чертеж) состоит из следующих частей.

1.5.1.1. Колба плоскодонная коническая, вместимостью 500 $см^3$ со шлифом 40/30.

1.5.1.2. Холодильник обратный со шлифом 40/30, минимальная длина холодильника 400 мм.

1.5.1.3. Гильза экстракционная из фильтровальной бумаги диаметром 30 мм, длиной 90 мм, помещенная в сетчатый каркас.

Аппарат для определения выхода толуольного экстракта



1.5.2. Насадка перегонная Холодильник со шлифом 40/30 для соединения с муфтой конической колбы.

1.5.3 Баня песчаная или другое устройство для нагревания.

1.5 4. Шкаф вакуумный сушильный с электронагревателем, обеспечивающий постоянную температуру (80±2) °С и давление 50 кПа*.

1.5.5. Чашка для выпаривания стеклянная или фарфоровая, высотой 30 мм и диаметром 80 мм.

1.5 6 Весы с точностью взвешивания до 1 мг.

1.5.7. Сито из проволочной сетки с номинальным размером отверстия (1×1) мм.

1 6. Подготовка пробы

Лабораторную пробу помещают на противень и доводят до состояния, при котором устанавливается равновесие между влажностью пробы и окружающей атмосферы. Осторожно измельчают пробу и просеивают ее через сито. Измельченную пробу хранят в закрытой банке, наполненной на 80 % ее емкости.

Перед началом определения измельченную пробу тщательно перемешивают в течение 1 мин (предпочтительно механическим способом).

1 7. Проведение испытания

Взвешивают с точностью до 1 мг около 10 г измельченной пробы, помещают в экстракционную гильзу и накрывают чистой хлопковой ватой. Помещают экстракционную гильзу в сетчатый каркас, который подве-

* Можно использовать сушильный шкаф с вентиляцией, с температурой 110—115 °С или другие средства сушки при условии соблюдения мер безопасности для предотвращения воспламенения толуольного экстракта.

шивают к концу обратного холодильника так, чтобы конденсирующийся толуол капал в экстракционную гильзу.

В колбу наливают 150 см³ толуола и присоединяют ее к обратному холодильнику. Колбу нагревают на песчаной бане или другим способом так, чтобы конденсирующийся толуол протекал через пробу равномерным потоком. Нагревание производят в течение 4 ч или до тех пор, пока толуол, вытекающий из экстракционной гильзы, не станет почти светлым.

Заменяют обратный холодильник на перегонную насадку и отгоняют толуол, пока в колбе не останется около 20 см³ жидкости, переносят ее количественно в предварительно взвешенную чашку для выпаривания, смывая толуолом из промывалки. Остатки толуола выпаривают в вакуумном сушильном шкафу при температуре (80±2) °С и давлении около 50 кПа. Высушивают экстракт постоянной массы.

Примечание. Масса считается постоянной, если расхождение между последовательными взвешиваниями не превышает 1 % от массы экстракта.

Массовую долю влаги в пробы определяют по ГОСТ 27314.

1.8. Обработка результатов

Выход толуольного экстракта ($E_т$) в пробе в процентах вычисляют по формуле

$$E_т = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1},$$

где m_1 — масса навески, г;

m_2 — масса толуольного экстракта, г.

Выход на сухое состояние вычисляют по формуле

$$E_т \cdot \frac{100}{100 - M},$$

где M — массовая доля влаги в анализируемой пробе, %.

Результат (предпочтительно среднее арифметическое результатов двух определений), пересчитанный на сухое состояние, записывают с точностью до 0,1 %.

1.9. Точность метода

Таблица 1

Выход толуольного экстракта на сухое состояние, %	Максимально допустимое расхождение результатов	
	Сходимость	Воспроизводимость
Менее 5	0,3 абс. %	0,5 абс. %
5—10 включ.	0,5 абс. %	0,7 абс. %
Более 10	5 отн. %	7 отн. %

1.9.1. *Сходимость*

Результаты двух определений, выполненных в различное время в одной и той же лаборатории одним лаборантом на одной и той же аппаратуре на двух представительных навесках, взятых из одной и той же аналитической пробы, не должны превышать значения, указанного в табл. 1.

1.9.2. *Воспроизводимость*

Результаты двух определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных навесках, взятых из одной и той же измельченной пробы для анализа, не должны превышать значения, указанного в табл. 1.

Примечание Если пересылают пробы с размером кусков более 1 мм, допускаемые расхождения могут быть превышены.

1.10. Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) идентификацию испытуемого продукта;

б) ссылку на применяемый метод;

в) результаты и способ их выражения;

г) отклонения, замеченные при определении;

д) операции, не предусмотренные настоящим стандартом и являющиеся необязательными.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРИМЫХ В АЦЕТОНЕ ВЕЩЕСТВ (СМОЛИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА) В ТОЛУОЛЬНОМ ЭКСТРАКТЕ

2.1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания растворимых в ацетоне (смолистые вещества) в толуольном экстракте, выделенном из бурых углей и лигнитов.

Примечания:

1. В ацетоновом экстракте может содержаться некоторое количество воска, который растворяется одновременно со смолистыми веществами.

2. См. примечание к п. 1.1.

2.2. Ссылка (см. п. 1.2)

2.3. Сущность метода

Пробу толуольного экстракта из бурого угля или лигнита, выделенного по разд. 1, экстрагируют ацетоном при температуре 18—22 °С. Растворимую фракцию отфильтровывают или центрифугируют и после выпаривания растворителя высушивают до постоянной массы. Процентное содержание веществ, растворимых в ацетоне, вычисляют на массе остатка после сушки.

2.4. Реактив

Ацетон, ч.д.а.

Предостережение. Ацетон легко воспламеняется и токсичен при вдыхании, попадании внутрь и на кожу.

2.5. Аппаратура

2.5.1. Центрифуга со скоростью вращения 1600 об/мин. Частота вращения центрифуги должна обеспечивать отделение растворимой фракции от исходной пробы.

2.5.2. Стеклянные пробирки, цилиндрические или конические, вместимостью 15 см³, с пришлифованными пробками, используемые в центрифуге.

2.5.3. Выпарная чашка стеклянная или кварцевая, высотой 20 мм и диаметром 50 мм.

2.5.4. Вакуумный сушильный шкаф (см. п. 1 5.4).

2.5.5. Сушильный шкаф с электронагревом, в котором поддерживается температура 100—110 °С.

2.5.6. Инфракрасная сушильная лампа.

2.5.7. Сито из проволочной сетки с номинальным размером отверстия 10 мм.

2 6. Подготовка пробы

Толуольный экстракт, выделенный по разд. 1 и высушенный до постоянной массы, измельчают до прохождения через сито. Если экстракт представляет собой вязкую жидкость, его следует охладить в твердом диоксиде углерода до 80 °С, затем измельчить.

2.7. Проведение испытания

2.7.1. *Условия испытания*

Высокая селективность ацетона требует строгого контроля за температурой во время определения. Температура растворителя и температура в лабораторном помещении в начале и в конце определения не должна отличаться более чем на 0,5 °С и должна быть в пределах 18—22 °С.

2.7.2. *Определение*

Около 0,5 г пробы стеклянной пробирки взвешивают с точностью до 1 мг. Добавляют 7 см³ ацетона и встряхивают в течение 2 мин (примечание 1). Отстаивают содержимое пробирки до тех пор, пока растворимая в ацетоне фракция не станет прозрачной; затем ее декантируют в предварительно взвешенную сухую чашку для выпаривания. Если фракция при отстаивании не становится прозрачной, ее центрифугируют в течение 1 мин и затем декантируют или фильтруют (примечание 2), если необходимо, в чашку для выпаривания (примечание 3).

В стеклянную пробирку добавляют снова 7 см³ ацетона и повторяют экстрагирование до тех пор, пока раствор не станет светлым.

Если применяют фильтрование, то фильтр обмывают несколькими кубическими сантиметрами ацетона и добавляют его в чашку для выпаривания.

Чашку для выпаривания помещают в вакуумный сушильный шкаф и выпаривают ацетон при температуре (80±2) °С и давле-

чии около 50 кПа. Кроме того, ацетон можно выпаривать с помощью инфракрасной лампы.

Чашку переносят в сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы при температуре (100±3) °С.

Примечания:

1. Нагрев растворителя может быть минимальным, если поместить верхний конец стеклянной пробирки между указательным и средним пальцами, а большим пальцем придерживать пришлифованную стеклянную работу. Следует работать в резиновых перчатках.
2. Поскольку раствор ацетона может ползти по фильтровальной бумаге, следует использовать фильтр минимального размера.
3. Частицы толуольного экстракта, прилипшие к верхнему концу стеклянной пробирки при встряхивании, смывают, осторожно наклоняя пробирку; после этого дают отстояться фракции или центрифугируют ее.

2.8. Обработка результатов

Массовую долю веществ, растворимых в ацетоне (Ac_{20}) в анализируемой пробе в процентах, вычисляют по формуле

$$Ac_{20} = \frac{K \cdot m_2}{m_1},$$

где m_1 — масса навески толуольного экстракта, г;

m_2 — масса веществ, растворимых в ацетоне, г;

$K = 100 + 2{,}5(20 - t)$, в котором

$$t = \frac{t_1 + t_2 + t_3}{t_3},$$

где t_1 — температура ацетона, взятого для экстракции, °С;

t_2 — температура окружающей среды в начале определения, °С;

t_3 — температура окружающей среды в конце определения, °С.

Результаты (предпочтительно среднее арифметическое результатов двух определений) записывают с точностью до 0,1 %.

2.9. Точность метода

Таблица 2

Количество растворимого в ацетоне вещества, %	Максимально допустимое расхождение результатов	
	Сходимость	Воспроизводимость
Менее 20	0,3 абс. %	0,5 абс. %
От 20 до 30	0,4 абс. %	0,7 абс. %
» 30 » 50	0,5 абс. %	0,9 абс. %
Более 50	1,0 отн. %	1,8 отн. %

2.9.1. *Сходимость*

Результаты двух определений, выполненных в разное время в одной и той же лаборатории одним лаборантом при использова-

нии одной и той же аппаратуры из одного и того же толуольного экстракта, не должны превышать значения, указанного в табл. 2.

2.9.2. *Воспроизводимость*

Результаты двух определений, проведенных в разных лабораториях на представительных навесках, взятых из одного и того же толуольного экстракта, не должны превышать значения, указанного в табл. 2.

2.10. Протокол испытания (см. п. 1 10)

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ, ОТРАЖАЮЩИЕ ПОТРЕБНОСТИ НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА

Пункт 1.4 (дополнительный абзац).

Перед применением толуол высушивают с хлористым кальцием.

Кальций хлористый, безводный, прокаленный.

Пункт 1.5.7 (дополнительный абзац).

Сито из проволочной сетки с номинальным размером отверстия (0,2××0,2) мм.

Пункт 1.6 (дополнительный абзац).

Измельченную лабораторную пробу последовательно просеивают через сита с ячейками (1×1) мм и (0,2×0,2) мм. Остаток на сите (1×1) мм доизмельчают в фарфоровой ступке или любым другим способом до размера зерен менее 1 мм. В подготовленной таким образом пробе содержание класса крупности менее 0,2 мм не должно превышать 50 % от общей массы пробы В противном случае проба отбраковывается

Пункт 1.8 (дополнительный абзац).

По ГОСТ 27313 выход толуольного экстракта из анализируемой пробы угля обозначают символом B^a, а массовую долю влаги в этой пробе — W^a.

Пересчет результата определения выхода толуольного экстракта на другие состояния топлива производят по ГОСТ 27313.

Пункт 1.9.2 (дополнительный абзац).

Если расхождение между результатами двух определений превышает значения, приведенные в табл. 1, то проводят третье определение. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к двум предыдущим результатам, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов трех определений.

Пункт 2.8 (дополнительный абзац).

По ГОСТ 27313 содержание веществ, растворимых в ацетоне, в толуольном экстракте (смолистые вещества) обозначают символом $B^a_ч$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом 179 «Уголь и продукты его обогащения»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением комитета стандартизации и метрологии СССР от 03.10.91 № 1584. Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международных стандартов ИСО 975—85 «Угли бурые и лигниты. Определение выхода толуольного экстракта» и ИСО 1017—85 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания растворимых в ацетоне веществ (смолистые вещества) толуольного экстракта» с дополнительными требованиями, отражающими потребность народного хозяйства

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 10969—87

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	ИСО
ГОСТ 27311—87	—

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. И. Зюбан*

Сдано в наб. 21.10.91. Подп. в печ. 10.01.92. Усл. печ. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,88. Уч.-изд. л. 0,52.
Тир. 320 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2016

gost.e-ecolog.ru