
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
70547—
2022

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ
Метод определения выхода летучих веществ

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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. № 1493-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 (www.rst.gov.ru)

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022

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 и посуда	1
4 Подготовка к испытанию	2
5 Проведение испытания	2
6 Обработка результатов	2

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения выхода летучих веществ

Coal tar pitch. Method for the determination of volatile matter

Дата введения — 2024—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный пек и устанавливает метод определения выхода летучих веществ.

Сущность метода заключается в удалении летучих веществ из пека нагреванием навески пека в закрытом фарфоровом тигле до (850 ± 20) °С в течение 10 мин с последующим определением потери массы взятой навески.

Метод применяется в интервале значений выхода летучих веществ от 40 % до 80 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ Р 8.585 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопары. Номинальные статические характеристики преобразования

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 и посуда

3.1 Для определения выхода летучих веществ применяют:

- печь муфельную электрическую с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (850 ± 20) °С. Печь должна обеспечивать свободный выход продуктов горения и иметь отверстие для установки термопреобразователя;

- термопреобразователь типа ТХА по ГОСТ Р 8.585 с прибором, показывающим температуру с относительной погрешностью не более 1,5 %. Термопреобразователь устанавливают в муфельную печь так, чтобы горячий его спай находился в середине муфельной печи. Используют периодически для контроля температуры нагрева печи;

- тигель фарфоровый высокий № 3 по ГОСТ 9147 с крышкой к тиглю № 3-1 по ГОСТ 9147. Крышку плотно притирают к тиглю по всей поверхности соприкосновения вручную или механическим способом с использованием влажного абразивного порошка;

- эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;

- подставку для установки тиглей в муфельную печь. Подставка должна быть изготовлена из никромовой проволоки с нанизанными на нее фарфоровыми бусами или из тонкой листовой стали так, чтобы расстояние от дна установленных в нее тиглей до пода муфельной печи составляло от 20 до 25 мм;

- щипцы тигельные;

- весы по ГОСТ Р 53228, II класс точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с ценой деления шкалы 0,01 г;

- шпатель или ложка по ГОСТ 9147 или аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с пеком;

- противень из нержавеющей стали (размером 200 × 300 мм).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

4 Подготовка к испытанию

4.1 Среднюю пробу пека, отобранную и подготовленную к анализу в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на пек, тщательно перемешивают шпателем или ложкой на противне из нержавеющей стали, разравнивают слоем толщиной от 1 до 2 см, из разных мест слоя отбирают не менее пяти порций, из которых составляют две навески массой около 1 г каждая. Легким постукиванием разравнивают навеску пека в тигле и закрывают крышкой.

4.2 Тигли и крышки предварительно нумеруют, прокаливают, охлаждают и взвешивают до постоянной массы (пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более погрешности взвешивания весов). После прокаливания тигли вынимают из муфельной печи, охлаждают на воздухе 10—15 мин, затем от 25 до 60 мин до комнатной температуры в эксикаторе, в котором их хранят. Перед каждым анализом тигли и крышки взвешивают.

4.3 Муфельную печь нагревают до температуры $(850 \pm 20) ^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре не менее 30 мин.

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

5 Проведение испытания

5.1 Два тигля с навесками пека устанавливают на подставку и проверяют расстояние от дна тиглей до пода муфельной печи. Подставку с тиглями помещают в середину печи и закрывают дверцу. Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, снова должна повыситься до $(850 \pm 20) ^\circ\text{C}$ не более чем за 4 мин. В противном случае анализ повторяют.

5.2 Тигли выдерживают в муфельной печи в течение 10 мин с момента установки их в муфельную печь, включая время выравнивания температуры. По истечении 10 мин тигли вынимают из муфельной печи, охлаждают и взвешивают, как указано в 4.2.

6 Обработка результатов

6.1 Выход летучих веществ X , %, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески пека, г;

m_1 — масса остатка после удаления летучих веществ, г.

6.2 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 1,0 %.

6.3 Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 2,0 %.

Редактор *Т.Н. Магала*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 22.12.2022. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта