

Изменение № 4 ГОСТ 7847—73 Пек каменноугольный. Метод определения массовой доли веществ, не растворимых в толуоле

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 21.10.92 № 1437

Дата введения 01.07.93

Стандарт дополнить разделом — 5: «5. Определение содержания не растворимых в толуоле веществ (способ 2). ИСО 6376—80 «Углеродистые вещества для производства алюминия. Пек для электродов. Определение содержания не растворимых в толуоле материалов».

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 см³ из боросиликатного стекла, снабженная муфтой из шлифованного стекла по ГОСТ 25336—82.

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

(Продолжение см. с. 90)

(Продолжение изменения к ГОСТ 7847—73)

5.2.3. Тигель фильтрующий стеклянный вместимостью около 30 см³, 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 см³ горячего (примерно 80 °С) толуола и растворяют. При переносе образца в колбу следует избегать образования капель пека, которые плохо растворяются в кипящем толуоле**.

* Применяют до введения ИОО 6257—85.

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

(Продолжение см. с. 91)

Присоединяют холодильник к колбе и начинают циркуляцию воды. Содержимое колбы доводят до постоянного кипения и продолжают кипячение под орошением в течение примерно 30 мин.

Прекращают нагревание и снимают холодильник. При слабом разряжении немедленно фильтруют содержимое колбы через сухой и взвешенный фильтрующий тигель. Ополаскивают колбу примерно 10 см³ горячего (около 80 °С) толуола и фильтруют промывную жидкость через фильтрующий тигель. После окончания фильтрования повторяют операцию промывки и фильтрования с 10 см³ горячего толуола до полного удаления остатка в фильтрующий тигель и обесцвечивания фильтрата. Фильтрующий тигель и его содержимое промывают примерно 10 см³ ацетона и после окончания фильтрования повторяют операцию еще с 10 см³ 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

(Продолжение см. с. 92)

Массовую долю веществ, не растворимых 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».

(ИУС № 1 1993 г.)