
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
8723—
2015

**МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ
ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ.
ПРОКАЛЕННЫЙ КОКС**

**Определение содержания масла.
Метод экстракции растворителем**

ISO 8723:1986
Carbonaceous materials used in the production of aluminium —
Calcined coke — Determination of oil content —
Method by solvent extraction
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 июня 2015 г. № 574-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 8723:1986 «Материалы углеродные для производства алюминия. Прокаленный кокс. Определение содержания масла. Метод экстракции растворителем» (ISO 8723:1986 «Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Calcined coke — Determination of oil content — Method by solvent extraction»).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 47, Химия.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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.gost.ru)

© Стандартиформ, 2015

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

**МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ.
ПРОКАЛЕННЫЙ КОКС****Определение содержания масла.
Метод экстракции растворителем**

Carbonaceous materials used in the production of aluminium. Calcined coke. Determination of oil content. Method by solvent extraction

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные прокаленные коксы и устанавливает метод определения содержания масла экстракцией растворителем.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 5725 (все части) Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости межлабораторных испытаний (ISO 5725 (all parts), Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility by inter-laboratory tests)

ИСО 6375 Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб (ISO 6375, Carbonaceous materials for the production of aluminium — Coke for electrodes — Sampling)

3 Сущность метода

Пробу кокса обрабатывают в соответствующем аппарате дихлорметаном (метиленхлоридом) для экстракции масла. Содержание масла вычисляют по изменению массы кокса.

П р и м е ч а н и е — Небольшое количество воды, которое может присутствовать в высушенной пробе, входит в результаты измерения содержания масла.

4 Растворитель

Дихлорметан (метиленхлорид), массовая доля основного компонента — не менее 98 %, температура кипения — от 39 °С до 40 °С.

Предупреждение — Дихлорметан (метиленхлорид) опасен при вдыхании, следует избегать контакта с кожей. Работы следует проводить в вытяжном шкафу.

П р и м е ч а н и е — Метиленхлорид может быть регенерирован фильтрацией через активированный уголь или дистилляцией. В случае присутствия желтого цвета после перегонки, что указывает на наличие соляной кислоты, продукт непригоден.

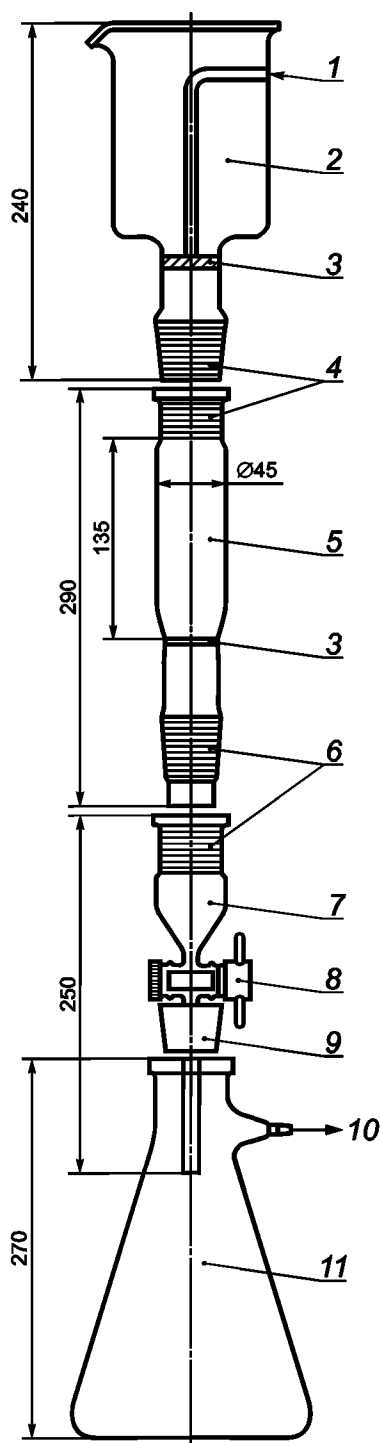
5 Аппаратура

Используют стандартную лабораторную аппаратуру, включающую следующее оборудование:

5.1 Сушильный шкаф, поддерживающий температуру (110 ± 2) °С.

5.2 Экстракционный аппарат, схема которого представлена на рисунке 1, включающий следующие элементы:

5.2.1 Цилиндрическая стеклянная воронка объемом 1000 мл, с притертым пористым фильтром класса P250 диаметром от 45 до 50 мм, установленным во внутреннюю трубку для предотвращения захвата воздуха. Диаметр пор фильтра — от 160 до 250 мкм (см. ИСО 4793)*.



1 — вентиляционное отверстие; 2 — цилиндрическая стеклянная воронка (5.2.1); 3 — фильтр; 4 — стыки; 5 — стеклянный экстрактор (5.2.2); 6 — стыки; 7 — стеклянный адаптер (5.2.3); 8 — ПТФЭ кран; 9 — резиновая пробка; 10 — к вакуумному насосу (5.5); 11 — колба Бюхнера (5.2.4)

Рисунок 1 — Экстракционный аппарат

* ИСО 4793 «Фильтры лабораторные спеченные (фритованные). Класс пористости, классификация и обозначение» (ISO 4793 «Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation»).

- 5.2.2 Стеклоанный экстрактор, вакуум-стойкий, с пористым фильтром класса Р4 диаметром — от 45 до 50 мм. Диаметр пор фильтра — от 1,6 до 4 мкм (см. ИСО 4793).
- 5.2.3 Стеклоанный адаптер с 4 мм запорным краном из политетрафторэтилена (ПТФЭ).
- 5.2.4 Стеклоанная колба Бюхнера вместимостью примерно 2000 мл.
- 5.3 Стеклоанный бюкс для сушки и взвешивания стеклоанного экстрактора (5.2.2).
- 5.4 Политетрафторэтиленовые манжеты для уплотнения стыков.
- 5.5 Вакуумный насос, например водяной.
- 5.6 Эксилятор (с силикагелем или активированным оксидом алюминия) для стеклоанного бюкса (5.3) со стеклоанным экстрактором (5.2.2).

6 Отбор проб и подготовка пробы к анализу

6.1 Отбор проб

Проводят отбор проб в соответствии с ИСО 6375.

6.2 Подготовка пробы к анализу

Дробят в ступке 200 г пробы кокса и просеивают через сито с размерами отверстий 4 мм (см. ИСО 565)*. Прошедший через сито кокс просушивают в сушильном шкафу (5.1) при температуре (110 ± 2) °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе в течение 1 ч.

7 Проведение анализа

7.1 Подготовка к анализу

Промывают экстрактор (5.2.2) метиленхлоридом (раздел 4), высушивают вместе с бюксом (5.3) в течение 30 мин в сушильном шкафу (5.1) при температуре (110 ± 2) °С. Охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе (5.6) и взвешивают бюкс с экстрактором с точностью до 0,001 г.

Помещают в экстрактор 100 г пробы (6.2) и взвешивают экстрактор с бюксом с точностью до 0,001 г. Разница между двумя взвешиваниями представляет собой массу пробы.

7.2 Проведение анализа

Собирают экстракционный аппарат (5.2), используя политетрафторэтиленовые манжеты (5.4) для уплотнения стыков. Закрывают кран и добавляют метиленхлорид (раздел 4) в экстрактор (5.2.2) через воронку (5.2.1) до уровня на 2 см выше пробы (примерно 100 мл). Когда прекращается бурное выделение газа (примерно через 5 мин), открывают кран и включают вакуумный насос (5.5). Когда метиленхлорид достигнет уровня крана, кран закрывают. Повторяют эту процедуру 10 раз, время экстракции перед каждым дренажом — 1 мин. Закрывают кран и извлекают экстрактор, протирают влагу с поверхности экстрактора. Помещают экстрактор с бюксом в сушильный шкаф с температурой (110 ± 2) °С и выдерживают 30 мин. Затем переносят бюкс с экстрактором из сушильного шкафа в эксикатор и дают им остыть до температуры окружающей среды. Взвешивают экстрактор с бюксом с точностью до 0,001 г.

8 Обработка результатов

8.1 Методика расчета

Рассчитывают содержание масла, % масс., по следующей формуле

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса пробы, г;

m_1 — масса экстрактора с пробой и бюксом до экстракции, г;

m_2 — масса экстрактора с пробой и бюксом после экстракции и сушки, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух определений.

* ИСО 565 «Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий» (ISO 565 «Test sieves; metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet; nominal sizes of openings»).

8.2 Прецизионность (см. ИСО 5725, пункт 3.1)

По данным межлабораторных анализов в девяти из девяти лабораторий из разных стран получены следующие показатели:

- m (среднее): 0,60 % (m/m);
- r (повторяемость): 0,023 % (m/m);
- R (воспроизводимость): 0,050 % (m/m).

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) идентификацию пробы;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) результаты испытаний и единицы измерений, в которых они выражены;
- d) любые особенности, отмеченные в ходе определения;
- e) любые операции, не включенные в настоящий стандарт или международные стандарты, на которые дана ссылка, а также любые операции, рассматриваемые в качестве необязательных.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 5725 (все части)	IDT	ГОСТ ИСО 5725—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»*
ИСО 6375:1980	IDT	ГОСТ Р ИСО 6375—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб»
<p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичные стандарты.</p>		

* ГОСТ ИСО 5725—2002 отменен на территории Российской Федерации, действуют ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Ключевые слова: углеродные материалы, производство алюминия, прокаленный кокс, содержание масла, экстракция растворителем

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.08.2015. Подписано в печать 17.09.2015. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 35 экз. Зак. 2991.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru