
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, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 47 «Химия»

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

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.gost.ru)

© ISO, 1986 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

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

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

3 Сущность метода

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

Примечание — Небольшое количества 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.

Примечание — 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

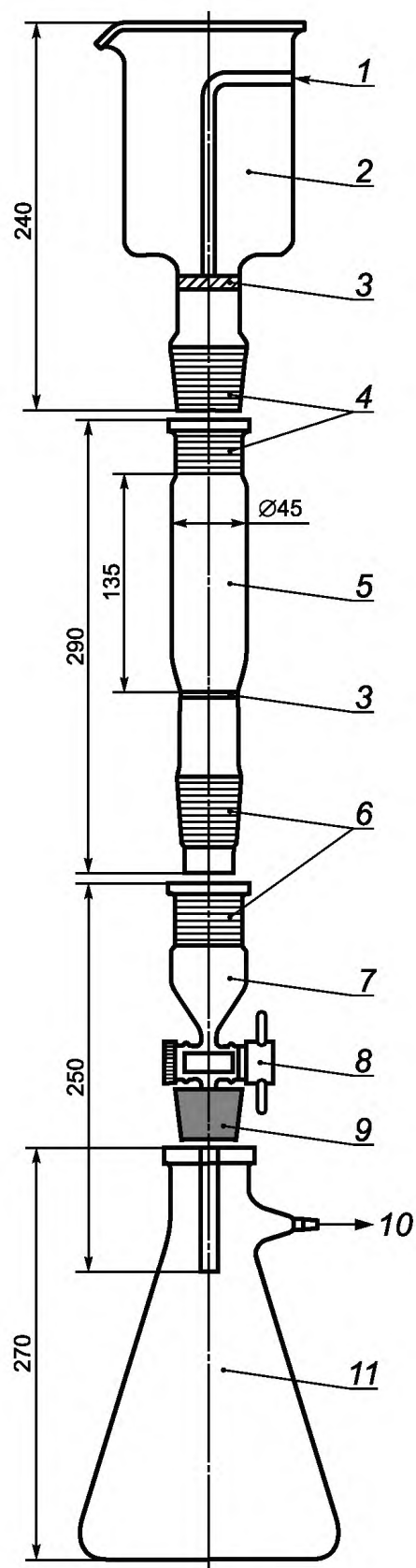
Используют стандартную лабораторную аппаратуру, включающую следующее оборудование:

5.1 Сушильный шкаф, поддерживающий температуру $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

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).

5.2.2 Стеклянный экстрактор, вакуум-стойкий, с пористым фильтром класса P4 диаметром — от 45 до 50 мм. Диаметр пор фильтра — от 1,6 до 4 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

- 5.2.3 Стекланный адаптер с 4 мм запорным краном из политетрафторэтилена (ПТФЭ).
- 5.2.4 Стекланная колба Бюхнера вместимостью примерно 2000 мл.
- 5.3 Стекланный бюкс для сушки и взвешивания стекланныго экстрактора (5.2.2).
- 5.4 Политетрафторэтиленовые манжеты для уплотнения стыков.
- 5.5 Вакуумный насос, например водяной.
- 5.6 Эксикатор (с силикагелем или активированным оксидом алюминия) для стекланныго бюкса (5.3) со стекланным 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.

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**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 5725	—	*
ISO 6375	IDT	ГОСТ Р ИСО 6375—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб»
<p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичный стандарт.</p>		

УДК 621.3.035:006.354

ОКС 71.100.10

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

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 12.04.2019. Подписано в печать 07.05.2019. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru