

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0542—1996

上海市技术监督研究所
登记号 QT 973609

出口煤焦油喹啉不溶物测定方法

Test method for determination of quinoline-insoluble(QI)content in exported coal tar

1996-07-10 发布

1996-12-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

煤焦油是向日本、澳大利亚、韩国等国家出口的主要产品之一。其主要检验项目有：密度、水分、粘度、灰分等，近几年来外商要求增加“煤焦喹啉不溶物”的测定，目前国家标准还没有此项检验及分析方法。为了配合外贸货物顺利出口，特制定本标准。

本标准由国家进出口商品检验局提出。

本标准由国家进出口商品检验局归口。

本标准由辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人：牟明仁。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口煤焦油喹啉不溶物测定方法

SN/T 0542—1996

Test method for determination of quinoline-insoluble(QI)content in exported coal tar

1 范围

本标准规定了用过滤法测定出口煤焦油喹啉不溶物测定方法。

本标准适用于出口煤焦油中喹啉不溶物测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2288—80 焦化产品水分测定方法

3 方法提要

一定质量的煤焦油试样溶解在热喹啉中,经过滤、干燥。其不溶物的质量占原试样质量的百分数,作为该试样的喹啉不溶物百分含量。

4 仪器与试剂

4.1 仪器

4.1.1 干燥器。

4.1.2 真空泵,1 400 转/min。

4.1.3 抽滤瓶:容积 1 000 mL。

4.1.4 玻璃烧杯:容积 100 mL。

4.1.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

4.1.6 干燥箱,温度控制在 105℃。

4.1.7 恒温水浴器:温度控制在 75℃±5℃,精度±1.0℃。

4.1.8 玻璃坩埚式过滤器(简称过滤器):P7(G4),容量为 25 mL~40 mL。

4.2 试剂

4.2.1 喹啉:分析纯。

4.2.2 甲苯:分析纯。

4.2.3 丙酮:分析纯。

4.2.4 硅藻土:化学纯,粒度 120 目,试验前在 105℃下干燥 2 h。

5 测定步骤

5.1 将干燥的硅藻土 1 g±0.1 g 加到洁净、干燥至恒重的过滤器中,立即称量。精确至 0.000 1 g。用洁净、干燥并称过重的烧杯、称取试样 5 g,精确至 0.000 1 g。量取 20 mL 喹啉倒入装有试样的烧杯中,

用玻璃棒搅拌。再将烧杯置于 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中,不断搅拌溶解 20 min。将上述加热溶解后的混合试样倒入带有硅藻土并用喹啉湿润过的过滤器中,每次 3 mL~5 mL;真空抽滤。用 30 mL 热喹啉 ($75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$) 分 6~8 次清洗烧杯。并将洗涤液倒入过滤器中过滤。

5.2 当最后一次喹啉洗涤后,用 50 mL 甲苯分 6~8 次洗涤。然后再用 50 mL 丙酮用同样方法洗涤。用丙酮洗涤后,继续抽滤不少于 5 min。移开过滤器,用滤纸擦净过滤器的外部。将过滤器连同不溶物置于 105°C 的干燥箱中干燥 1 h 取出,置于干燥器中冷 1 h,称量至恒重,称准至 0.000 1 g。

注:

- 1 试剂有毒,应在良好的通风环境下进行试验;
- 2 坩埚的洗涤,用盐酸(1:1)注入所用的过滤器中煮沸除去积灰,用蒸馏水彻底清洗,干燥至恒重,移入干燥器中。

6 计算

计算喹啉不溶物 $\text{QI}(\%)$ 如下:

$$\text{QI} = \frac{G_1}{G(1-X)} \times 100$$

式中: G_1 ——不溶物质量, g;

G ——试样的质量, g;

X ——试样中水分百分含量(按 GB 2288 进行测定), %。

7 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

7.1 重复性

同一试样,同一操作者连续测定两次平行测定结果之差不超过 0.2%。

7.2 再现性

同一试样,在两个不同的化验室的两个测定结果之差不超过 0.3%。

8 试验报告

取重复测定两个结果的算术平均值,作为试样的测定结果。



SN/T0542-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷 书号:155066·2-11239