10220-82
Изм. 1, 2
+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОКС КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ И ПОРИСТОСТИ

ГОСТ 10220—82
(СТ СЭВ 2229—80)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. П. Семисалов, канд. техн. наук (руководитель темы), **Н. Ф. Марченко**, **О. А. Нестеренко**, **М. Ю. Курбатова**

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 декабря 1982 г. № 5050

УДК 662.749:539.218(083.74) Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОКС КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Методы определения плотности и пористости

Coke. Method for the determination of density and porosity

ГОСТ 10220—82

(СТ СЭВ 2229—80)

Взамен ГОСТ 10220—75

ОКП 07 6000

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 декабря 1982 г. № 5050 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кокс и устанавливает методы определения действительной и кажущейся плотности и пористости кокса.

Термины, используемые в настоящем стандарте, и их пояснения приведены в справочном приложении.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2229—80.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку пробы проводят по ГОСТ 23083—78.

1.2. Для определения действительной плотности используют аналитическую пробу кокса крупностью менее 0,2 мм.

1.3. Для определения кажущейся плотности используют пробу кокса товарной крупности, из которой пропорционально выходу классов более 40 мм или более 25 мм вручную отбирают пробу массой от 9 до 12 кг, делят ее на три части массой около 3 кг каждая и высушивают до постоянной массы в течение 3 ч при температуре 200 °С.

Пробу кокса, рассортированного на узкие классы крупности или формованного, используют всю с отсевом только кокса менее нижнего предела крупности.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

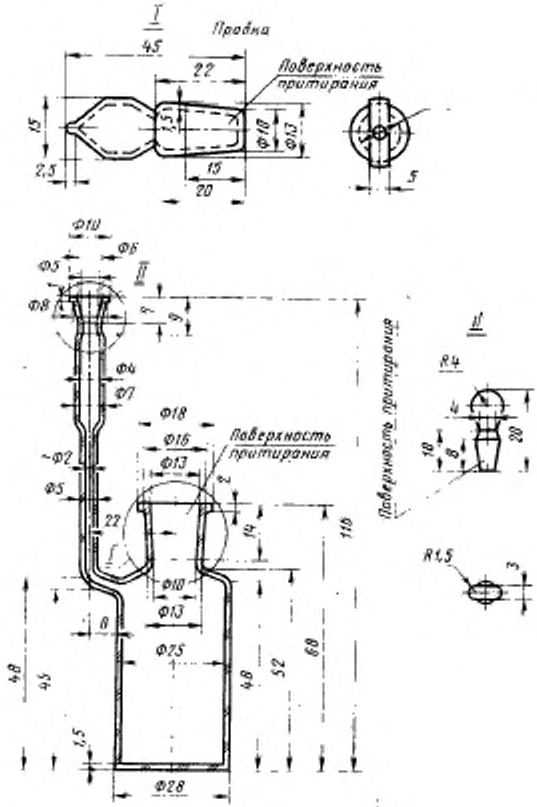
© Издательство стандартов, 1983

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ

2.1. Сущность метода заключается в определении массы и объема твердой фазы кокса путем взвешивания в воздухе и в пикнометрической жидкости.

2.2. Аппаратура и реактивы

Пикнометры с боковым капилляром вместимостью 20—25 см³ с хорошо притертыми пробками (черт. 1). Внутренний диаметр капилляра 1,5—2,0 мм.



Черт. 1

Пикнометры с притертой пробкой вместимостью 50 см³ внутренним диаметром шейки 6 мм по ГОСТ 22524—77.

Термостат водяной вместимостью 15 дм³ с мешалкой и автоматическим регулирующим устройством (контактным термометром) для поддержания температуры (20±0,1) °С.

Термометр ртутный стеклянный с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 215—73.

Баня водяная.

Подставка в термостат с гнездами для пикнометров.

Воронка, входящая в колбу пикнометра с боковым капилляром, по ГОСТ 8613—75.

Воронка загрузочная вместимостью 50 см³ для пикнометра с диаметром шейки 6 мм, с ножкой максимального диаметра, доходящей до риски пикнометра.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания до 0,0002 г.

Совок и шпатель металлические.

Пипетка стеклянная с тонкооттянутым концом.

Проволока диаметром 1 мм для внесения пробы в пикнометр, желательно в форме винтового нареза с крупным шагом.

Шкаф сушильный лабораторный.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, прокаленная в муфельной печи при температуре 300 °С (до белого цвета).

Спирт метиловый (метанол) 96%-ный по ГОСТ 6995—77 или спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 17299—78 (пикнометрическая жидкость).

Этиловый спирт должен быть высушен над сернокислой медью в течение суток (расход прокаленной сернокислой меди составляет около 200 г на 1 дм³ спирта). Спирт фильтруют через бумажный фильтр два раза и хранят в колбе с притертой пробкой.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Термостат наполняют дистиллированной водой, включают мешалку и регулирующее устройство для поддержания в термостате температуры (20±0,1) °С.

2.3.2. *Определение вместимости пикнометра*

Чистые высушенные пикнометры выдерживают вблизи лабораторных весов в течение 5 мин, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, наполняют свежепрокипяченной охлажденной дистиллированной водой до метки при помощи воронки, закрывают пробкой, помещают в термостат и выдерживают при температуре (20±0,1) °С не менее 15 мин. После этого изменившийся уровень воды в пикнометре доводят до метки, доливая воду пипеткой с оттянутым капилляром или отбирая избыточную во-

ду с помощью тонких полос фильтровальной бумаги. Воду доливают из запасного пикнометра, выдержанного в термостате. Потом фильтровальной бумагой высушивают шейки пикнометров до метки, не касаясь уровня жидкости, и выдерживают их в термостате не менее 5 мин. Если уровень жидкости изменится, его снова доводят до метки и опять сушат шейки пикнометров.

После извлечения из термостата пикнометры сушат при помощи салфетки, выдерживают вблизи весов 5 мин и взвешивают.

Пикнометры необходимо взвешивать с закрытыми пробками.

Взвешивание повторяют два-три раза до получения совпадающих результатов. Перед каждым повторным взвешиванием пикнометр выдерживают в термостате не менее 15 мин.

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов всех взвешиваний, если они не отличаются между собой более чем на 0,01 г.

Вместимость пикнометра (V_1) в см³ вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{m_2 - m_1}{0{,}9982},$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г;

m_2 — масса пикнометра с водой при 20 °С, г;

0,9982 — плотность воды при 20 °С, г/см³.

2.3.3. *Определение плотности пикнометрической жидкости*

Плотность пикнометрической жидкости определяют по п. 2.3.2.

Плотность пикнометрической жидкости (d_m) в г/см³ вычисляют по формуле

$$d_m = \frac{m_3 - m_1}{V_1},$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г;

m_3 — масса пикнометра с пикнометрической жидкостью при 20 °С, г;

V_1 — объем пикнометра, см³.

За окончательный результат определения принимают среднее арифметическое результатов не менее четырех определений в различных пикнометрах. Результаты определений не должны отличаться между собой более чем на 0,0002 г/см³.

Плотность пикнометрической жидкости вычисляют с точностью до четвертого знака.

2.4. Проведение испытания

2.4.1. В совочке взвешивают от 4 до 5 г кокса, а при определении в пикнометре вместимостью 20—25 см³ — около 2 г и с помощью загрузочной воронки и проволоки переносят в сухой, предварительно взвешенный пикнометр. Пикнометр вытирают, выдерживают 5 мин вблизи весов и взвешивают.

Пикнометр с навеской наполняют на $^1/_3$ объема этиловым спиртом перемешивают навеску тонкой проволокой, тщательно

смывают частички кокса спиртом. Затем помещают пикнометр в водяную баню и нагревают в течение 5 мин после начала кипения спирта, следя за тем, чтобы не было выбросов спирта и пробы. После удаления воздуха пикнометр охлаждают в сосуде с холодной водой, доливают спиртом почти до метки, а пикнометр с боковым капилляром — до пробки, закрывают пробки и помещают в термостат. В случае образования пузырька воздуха под пробкой, его удаляют легким нагревом пикнометра в водяной бане. Пикнометр выдерживают в термостате при температуре (20,0±0,1) °С не менее 15 мин.

Выделение пузырьков газа из пробы в пикнометре может быть произведено также путем встряхивания пикнометров с пикнометрической жидкостью в течение 3 мин или, поместив пикнометр в вакуумный эксикатор и изменяя давление над уровнем пикнометрической жидкости. В случае удаления газа встряхиванием, в пикнометр наливают 10—12 или 30 см³ пикнометрической жидкости (в зависимости от его вместимости), а при вакуумировании несколько больше половины. Частички пробы, прилипшие к пробке и шейке пикнометра, смывают пикнометрической жидкостью. Пикнометр доливают пикнометрической жидкостью почти до метки или до пробки и выдерживают в термостате при температуре (20±0,1) °С не менее 15 мин. Перед окончательным добавлением пикнометрической жидкости постукиванием или вращением пикнометра проверяют, не выделяются ли пузырьки газа из пробы. При выделении газа пикнометр не доливают пикнометрической жидкостью, пока не будет вытеснен весь газ из доступных пор.

После полного выделения газа пикнометры доливают пикнометрической жидкостью и выдерживают не менее 15 мин в термостате при температуре (20±0,1) °С. Затем доводят уровень пикнометрической жидкости до метки, высушивают шейки пикнометров, вытирают их и взвешивают, как указано в п. 2.3.2.

Отработанный спирт после фильтрования и сушки используют три-четыре раза для определения плотности кокса, при этом плотность спирта определяют каждый раз.

2.4.2. Действительную плотность кокса определяют параллельно в двух навесках.

2.4.3. При каждом определении действительной плотности кокса массовую долю влаги в аналитической пробе (W^a) определяют по СТ СЭВ 492—77.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Действительную плотность сухого кокса (d_r^d) в г/см³ вычисляют по формуле

$$d_r^d = \frac{(m_к - m_{ср}) \cdot n}{V_1 n - (m_{ср} + m_т)^3},$$

где m_4 — масса пробы, г;

m_w — масса влаги в аналитической пробе, г, вычисленная по формуле

$$m_w = \frac{m_4 \cdot W^a}{100},$$

где W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе, %;

$$n = d_m \cdot m_m + K m_w;$$

K — коэффициент, равный:

1,0799 — для метанола, г/см³;

1,0842 — для этанола, г/см³;

d_m — плотность пикнометрической жидкости при 20°С, г/см³;

m_m — масса пикнометрической жидкости в пикнометре с пробой, г, вычисленная по формуле

$$m_m = m_6 - m_5,$$

где m_5 — масса пикнометра с пробой, г;

m_6 — масса пикнометра с пробой и пикнометрической жидкостью, г;

V_1 — объем пикнометра при 20 °С, см³.

2.5.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Применяемый пикнометр	Допускаемые расхождения, % отн.	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях*
Пикнометр с диаметром капилляра от 1,5 до 2 мм	0,45	0,75
Пикнометр с шейкой диаметром 6 мм	0,7	1,2

* Указать используемую пикнометрическую жидкость.

2.5.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результаты определений вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго по СТ СЭВ 543—77.

2.5.4. Если расхождение между результатами двух параллельных определений выше допускаемых, то проводят третье определение и за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

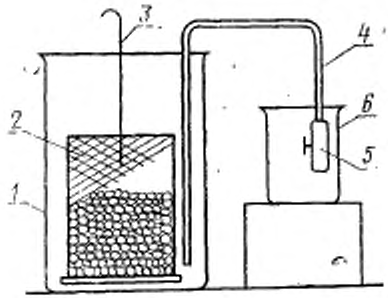
2.5.5. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих определений, то за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЖУЩЕЙСЯ ПЛОТНОСТИ

3.1. Сущность метода заключается в измерении массы и объема испытуемой пробы кокса путем взвешивания воды, вытесненной пробой кокса, или определении ее объема.

3.2. Отбор и подготовку пробы проводят по пп. 1.1 и 1.3.

3.3. Аппаратура (черт. 2)



1—мерный сосуд; *2*—корзина; *3*—проволока, *4*—сифонная трубка; *5*—резиновый шланг с зажимом; *6*—вспомогательный сосуд

Черт. 2

Сосуд мерный цилиндрической формы диаметром основания (350±50) мм, высотой (500±50) мм или прямоугольной формы высотой (500±50) мм, длиной (350±50) мм, шириной (350±50) мм с антикоррозионной обработкой поверхности.

Трубка сифонная диаметром (15±2) мм, длиной плеч (450±2) и (160±2) мм, короткое плечо должно заканчиваться резиновым шлангом с зажимом, позволяющим регулировать вытекание воды во время измерения.

Примечание. Для вытекания воды во время измерения мерный сосуд обеих форм может быть снабжен сливным патрубком длиной (70±10) мм и диаметром (15±5) мм. Патрубок устанавливают в горизонтальном положении по отношению к мерному сосуду примерно на 70 мм ниже верхней кромки. Патрубок закрывают резиновым шлангом с зажимом или резиновой пробкой.

Сосуд вспомогательный стеклянный вместимостью около 6000 см³ либо цилиндры мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770—74.

Весы технические с погрешностью взвешивания до 1 г.

Шкаф сушильный с автоматическим регулированием температуры для высушивания около 10 кг пробы кокса при температуре (200±5) °С.

Корзина цилиндрической формы высотой (300±20) мм, диаметром (250±20) мм, представляющая собой каркас из нержавеющей проволоки, диаметром примерно 5 мм, с закрепленной на нем сеткой из нержавеющей проволоки с отверстиями размером 1×1 мм или другого размера. Нижнее основание должно быть съемным для наполнения корзины; верхнее основание должно быть прочным, в его центре закрепляют проволоку из нержавеющей стали, предназначенную для манипуляции с корзиной.

3.4. Подготовка к испытанию

3.4.1. Мерный сосуд наполняют водой почти до краев. Затем избыточное количество воды (выше установленного основного уровня) удаляют с помощью сифонной трубки либо через сливной патрубок, открывая зажим на шланге или вынимая пробку. После установления основного уровня сифонную трубку или сливной патрубок закрывают.

Перед установкой сифонной трубки в мерный сосуд ее заполняют водой.

3.4.2. Перед испытанием определяют массу воды, вытесненную пустой корзиной m_7. Для этого пустую корзину, подвешенную на проволоке, плавно погружают в мерный сосуд, наполненный водой. Воду, вытесненную корзиной, собирают в предварительно взвешенный вспомогательный сосуд m_8, который взвешивают с вытесненной водой m_9. Определение повторяют пять раз и из полученных результатов вычисляют средний результат.

При определении кажущейся плотности объемным методом воду, вытесненную пустой корзиной, собирают в мерный цилиндр и измеряют ее объем V_2.

Массу или объем воды, вытесненную корзиной, проверяют не реже одного раза в 10 дней.

3.5. Проведение испытания

3.5.1. *Весовой метод*

Высушенную пробу кокса массой около 3 кг m_{10} взвешивают с погрешностью до 1 г и помещают в корзину. Корзину, подвешенную на проволоке, плавно погружают в мерный сосуд, наполненный водой до основной метки. Массу воды, вытесненную корзиной с пробой m_{11}, определяют, как указано в п. 3.4.2 при определении массы воды, вытесненной пустой корзиной.

3.5.2. *Объемный метод*

Испытание проводят, как указано в п. 3.5.1. Объем воды, вытесненный корзиной с пробой V_3, определяют, как указано в п. 3.4.2 при определении объема пустой корзины.

3.6. Обработка результатов

3.6.1. *Весовой метод*

Кажущуюся плотность сухого кокса (d_a^d) в г/см³ вычисляют по формуле

$$d_a^d = \frac{d^x \cdot m_{10}}{m_{11} - m_8 - m_7},$$

где d^x — плотность воды при температуре определения, г/см³;

m_{10} — масса навески кокса, г;

$m_7 = m_9 - m_8$ — масса воды, вытесненная пустой корзиной, г;

m_8 — масса пустого вспомогательного сосуда, г;

m_9 — масса вспомогательного сосуда с водой, вытесненной пустой корзиной, г;

m_{11} — масса вспомогательного сосуда с водой, вытесненной корзиной с навеской кокса, г.

3.6.2. *Объемный метод*

Кажущуюся плотность сухого кокса (d_a^d) в г/см³ вычисляют по формуле

$$d_a^d = \frac{m_{10}}{V},$$

где m_{10} — масса навески кокса, г;

$V = V_3 - V_2$ — объем пробы кокса, равный объему вытесненной воды, см³;

V_2 — объем воды, вытесненный пустой корзиной, см³;

V_3 — объем воды, вытесненный корзиной с навеской кокса, см³.

3.6.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

3.6.4. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных испытаний по отношению к средней величине результатов не должны превышать:

в одной лаборатории — 2,5 % отн.;

в разных лабораториях — 4,0 % отн.

3.6.5. Если расхождения между результатами двух параллельных определений выше допускаемых, то проводят третье определение и за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

3.6.6. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих определений, то за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРИСТОСТИ КОКСА

Пористость кокса (P_r) в процентах вычисляют по формуле

$$P_r = \frac{d_r^d - d_a^d}{d_r^d} \cdot 100,$$

где d_a^d — кажущаяся плотность сухого кокса, г/см³;

d_r^d — действительная плотность сухого кокса, г/см³.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЖУЩЕЙСЯ ПОРИСТОСТИ

5.1. Сущность метода заключается в определении объема открытых пор и общего объема испытуемой пробы кокса.

5.2. При определении кажущейся пористости пробу кокса помещают в корзину и кипятят в специальной емкости в течение 1,5—2 ч до полного удаления воздуха из открытых пор кокса, следя за тем, чтобы куски кокса были полностью погружены в воду.

5.3. Объем воды, вытесненной пустой корзиной и корзиной с пробой кокса, определяют, как указано в пп. 3.4.2 и 3.5.2.

После измерения объема вытесненной воды корзину с пробой кокса вынимают, дают стечь воде в течение 1 мин и взвешивают на противне.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Кажущуюся пористость ($П_к$) в процентах вычисляют по формуле

$$П_к = \frac{m_{12} - m_{10}}{d_x V} \cdot 100,$$

где m_{10} — масса сухой пробы кокса, г;

m_{12} — масса кусков кокса, пропитанных водой (в воздухе), г;

V — объем пробы кокса, равный объему вытесненной воды, см³, вычисленный по формуле

$$V = V_3 - V_2,$$

где V_2 — объем воды, вытесненный пустой корзиной, см³;

V_3 — объем воды, вытесненный корзиной с навеской кокса, см³;

d_x — плотность воды, условно принимаемая равной единице, г/см³.

Результаты определений подсчитывают до второго десятичного знака и округляют до первого.

5.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных испытаний не должно превышать 1,5 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ТЕРМИНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ, И ИХ ПОЯСНЕНИЯ

Термин	Пояснение
1. Действительная плотность ($d_г$), г/см³	Отношение массы кокса к объему его твердой фазы
2. Кажущаяся плотность ($d_а$), г/см³	Отношение массы кокса к его кажущемуся объему
3. Пористость ($P_г$), %	Отношение объема пор к кажущемуся объему кокса

Изменение № 1 ГОСТ 10220—82 Кокс каменноугольный. Методы определения плотности и пористости

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.05.88 № 1278

Дата введения 01.01.89

Заменить код: ОКП 07 6000 на ОКСТУ 0760.

Вводная часть. Третий абзац исключить.

По всему тексту стандарта заменить значение: (20±0,1) °С на (20,0±0,1) °С.

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 8613—75 и ГОСТ 6371—73 на ГОСТ 25336—82;

девятый абзац. Заменить слова: «до 0,0002 г» на «не более 0,0002 г»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «спирт метиловый (метанол) 96 %-ный» на «спирт метиловый (метанол) с массовой долей 96 %».

Пункт 2.3.2. Четвертый абзац. Исключить слова: «до получения совпадающих результатов».

Пункт 2.4.1. Первый абзац дополнить словами: «с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 2.4.3. Заменить ссылку: СТ СЭВ 492—77 на ГОСТ 27589—88.

Пункт 2.5.1. Формулу m_w изложить в новой редакции: $m_w = \frac{m_4 \cdot W^a}{100}$.

(Продолжение см. с. 218)

(Продолжение изменения к ГОСТ 10220—82)

Пункт 2.5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1».

Пункт 2.5.3. Заменить ссылку: СТ СЭВ 543—77 на ГОСТ 27313—87.

Пункты 3.5.1, 3.6.1. Заменить слова: «весовой метод» на «гравиметрический метод».

Пункт 3.6.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ по отношению к средней величине результатов не должны превышать:».

Пункт 5.3. Второй абзац дополнить словами: «с погрешностью не более 1 г».

Пункт 5.4.1. Заменить слова: «d_x — плотность воды, условно принимаемая, равной единице, г/см³» на «d_x — плотность воды, равная 0,9982 г/см³».

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 1,5 %».

(ИУС № 8 1988 г.)

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л39

Изменение № 2 ГОСТ 10220—82 Кокс каменноугольный. Методы определения плотности и пористости

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1166

Дата введения 1996—07—01

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Кокс. Методы определения действительной относительной и кажущейся относительной плотности и пористости**

Coke. Methods for the determination of true relative density, annarent relative density and porosity»

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (**СТ СЭВ 2229—80**); дополнить обозначением (**ИСО 1014—85**).

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на кокс и устанавливает методы определения действительной относительной и кажущейся относительной плотности и пористости.

(Продолжение см. с. 32)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 10220—82)

В приложении 1а приведены методы определения этих показателей по ИСО 1014—85.

Термины, применяемые в настоящем стандарте, и их пояснения приведены в приложении 1»

По всему тексту стандарта (пп. 1.2; 1.3; наименование раздела 2; пп. 2.4.2; 2.4.3; 2.5.1; наименование раздела 3; пп. 3.6.1; 3.6.2; раздел 4 и приложение) заменить слова: «кажущаяся плотность» на «кажущаяся относительная плотность»; «действительная плотность» на «действительная относительная плотность».

Пункт 2.2. Исключить слова: «по ГОСТ 215—73».

Пункт 2.4.3. Заменить ссылку: ГОСТ 27589—88 на ГОСТ 27589—91.

Пункт 2.5.3. Заменить ссылку: ГОСТ 27313—87 на ГОСТ 27313—89.

Стандарт дополнить приложением — 1а:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1а
Справочное

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОЙ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ, КАЖУЩЕЙСЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ И ПОРИСТОСТИ (ИСО 1014—85)

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения действительной относительной плотности кокса, измельченного до прохождения через сито с номинальным размером отверстий 0,2 мм, определения кажущейся относительной плотности кокса, т. е. отношения массы сухого кокса к массе равного объема воды, и определения пористости кокса.

2. Ссылка

ГОСТ 27589—91 Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе.

(Продолжение см. с. 33)

3. Определение действительной относительной плотности

3.1. Сущность метода

Определяют с помощью пикнометра массу воды, вытесненной известной массой обезвоженного кокса, измельченного до прохождения через сито с отверстиями размером 0,2 мм. В процессе кипения воздух вытесняется. Чтобы получить множество различных результатов в качестве органических жидкостей используют дистиллированную воду*, не содержащую воздух, или воду с добавлением смачивающего вещества. Существенным является контроль температуры, так как разница в 1 °С может вызвать ошибку результата определения до 0,012.

3.2. Аппаратура

3.2.1. Пикнометр вместимостью 50 см^3.

3.2.2. Водяная баня с мешалкой с термостатическим контролем температуры ±1 °С.

3.2.3. Две промывалки, каждая из которых содержит приблизительно 50 см^3 дистиллированной воды, не содержащей воздух. Одну промывалку хранят в горячем состоянии (80—90 °С), а другую оставляют в водяной бане.

3.2.4. Обратный холодильник с воздушным охлаждением: стеклянная трубка длиной около 1 м того же диаметра, что и горлышко пикнометра с короткой резиновой трубкой для присоединения к последнему.

3.2.5. Глицериновая баня: сосуд, в котором можно нагреть достаточное количество глицерина для того, чтобы погрузить пикнометр ниже чем на 2/3.

3.2.6. Весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

3.3. Подготовка пробы

Для определения используют аналитическую пробу кокса, измельченную до прохождения через сито с номинальным размером отверстий 0,2 мм. Перед началом определения пробу тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом.

3.4. Проведение испытания

Пикнометр тщательно промывают смесью бихромата калия и серной кислоты и наполняют дистиллированной водой, не содержащей воздух. Вставляют пробку и погружают пикнометр до горлышка в водяную баню на 1 ч. Температура должна быть приблизительно на 5 °С выше температуры окружающей среды. По истечении 1 ч куском фильтровальной бумаги удаляют каплю воды с верхней пробки, вынимают пикнометр из водяной бани, быстро охлаждают под холодной проточной водой, высушивают, оставляют около весов на 30 мин и взвешивают с точностью до ±0,1 мг. Опорожняют пикнометр и высушивают горлышко.

Высушивают навеску пробы кокса при температуре 105—110 °С в течение 1 ч (см. примечание), охлаждают, отвешивают около 5 г сухого кокса с точностью до 0,1 мг и переносят полностью в пикнометр. Смывают кокс, прилипший к горлышку или стенкам, дистиллированной водой, не содержащей воздуха, доводя объем до 25 см^3. Присоединяют к горлышку пикнометра холодильник с воздушным охлаждением посредством резиновой трубки и погружают пикнометр в глицериновую баню. Нагревают баню до бурного кипения воды в пикнометре. Снимают накипь кокса несколькими миллилитрами горячей дистиллированной воды,

* Следует отметить, что действительная относительная плотность изменяется в зависимости от используемой вытесняемой жидкости.

(Продолжение см. с. 34)

не содержащей воздуха. После кипячения в течение 30 мин пикнометр вынимают из глицериновой бани, отсоединяют холодильник и оставляют пикнометр для охлаждения. Наполняют пикнометр дистиллированной водой, не содержащей воздуха, вставляют пробку и погружают пикнометр до горлышка в водяную баню на 1 ч, компенсируя уменьшение жидкости добавлением дистиллированной воды, не содержащей воздуха, и, следя за тем, чтобы пузырьки воздуха не попали ни под пробку, ни в капилляр. По истечении 1 ч удаляют каплю воды с верхней части пробки, вынимают пикнометр из водяной бани, охлаждают, высушивают, оставляют около весов на 30 мин и взвешивают.

Примечание. Некоторые виды реактивных коксов являются гигроскопичными и для таких материалов допустимо не включать процедуру сушки; в этом случае определение влажности проводят в то же самое время на отдельной навеске аналитической пробе (см. ГОСТ 27589—91) и массу взятого кокса соответственно корректируют.

3.5. Обработка результатов

Действительную относительную плотность кокса (d), г/см^3, определяют по формуле

$$d = \frac{m_1}{m_1+m_2+m_3},$$

где m_1 — масса сухого кокса;

m_2 — масса пикнометра с водой, г;

m_3 — масса пикнометра с коксом, наполненного водой, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до 0,01.

3.5.2. *Точность метода*

3.5.2.1. *Сходимость*

Результаты двух определений, проведенных в различное время в одной и той же лаборатории при использовании одного и того же прибора на представительной навеске, взятой из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на 0,03.

3.5.2.2. *Воспроизводимость*

Средние результаты двух определений, проведенных в двух различных лабораториях на представительных навесках, взятых из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на 0,05.

4. Определение кажущейся относительной плотности

4.1. Введение

Экспериментальные работы по определению кажущейся относительной плотности кокса показали, что трудности с определением количества воды, которое вошло в структуру пор кокса при погружении его в воду, можно преодолеть, ограничив время осушения после извлечения его из воды до 10 с.

4.2. Сущность метода

Объем большого количества кокса определяют вытеснением в воде. Деление массы высушенного кокса на массу равного объема воды дает величину кажущейся относительной плотности.

4.3. Аппаратура

(Продолжение см. с. 35)

4.3.1. Клеть объемом 0,03 м³ из гальванизированной железной проволоки с отверстиями около 12 мм с крышкой из того же самого материала и закрепляющим приспособлением.

4.3.2. Резервуар объемом приблизительно 0,25 м³ и глубиной, достаточной для полного погружения клети с краном для опорожнения.

Примечание. Резервуар должен содержать достаточное количество воды (около 250 дм³) для того, чтобы увеличение температуры воды после погружения горячего кокса не превышало 20 °С.

4.3.3. Взвешивающий механизм, обладающий способностью взвешивания массы не более 2 кг с точностью до 1 г. Механизм жестко устанавливают на деревянном основании выше резервуара. Проволочная скоба, проходящая над коромыслом шкалы, должна проходить через отверстие в деревянном основании и оканчиваться двумя крючками для закрепления на сторонах клети. Можно использовать соответствующий механизм со шкалой.

4.3.4. Поддон для сушки из гальванизированного железного листа размером, немногим больше клети, и глубиной 13 мм.

4.3.5. Платформенные весы максимальной мощностью 25 кг и точностью 25 г.

4.3.6 Сушильная печь достаточной величины, чтобы вместить клеть.

4.4. Проба

Проба кокса с размером кусков более 25 мм* и массой достаточной для проведения параллельных определений предварительно высушенная (см. примечание 1).

4.5. Проведение испытания

На платформенных весах взвешивают сухую порожнюю клеть. Уравновешивают взвешивающий механизм вместе со скобой, на которую подвешивают клеть, полностью погружают в резервуар с водой и взвешивают. Удаляют клеть, оставляют для осушения на 10 с, помещают на поддон для осушения и снова взвешивают на платформенных весах. Подвешивают полную клеть к скобе и полностью погружают в воду (см. примечание 2). Через 1 мин перемешивают содержимое клети для удаления пузырьков. Еще через 2 мин отмечают массу клети, погруженной в воде, удаляют клеть из резервуара и оставляют для осушения в течение 10 с (см. примечание 3). В конце испытания помещают клеть на поддон для осушения и снова взвешивают на платформенных весах.

Примечания:

1. Время сушки 0,03 м³ кокса данного размера определяется отдельными испытаниями. Удобнее всего проводить сушку накануне при температуре 105 °С, но это время можно сократить высушиванием при 200 °С.

2. Кокс следует погружать в резервуар в горячем состоянии для облегчения вытеснения воздуха с поверхности. Окончательное взвешивание после сушки служит проверкой полного высушивания.

3. Для отдельных видов кокса, например, содержащих большее количество мелких пор, может потребоваться более длительный период осушения — 30 с.

---

* Материал, проходящий через сито с размером отверстий 25 мм, следует удалять.

(Продолжение см. с. 36)

4.6. Обработка результатов

Кажущуюся относительную плотность кокса ($d_к$), г/см³ определяют по формуле

$$d_к = \frac{m_2 - m_4}{(m_7 - m_6) - (m_3 - m_5)},$$

где m_4 — масса сухой, порожней клети на воздухе, г;

m_2 — масса порожней клети в воде, г;

m_3 — масса порожней клети после осушения плюс масса поддона для осушения, г;

m_7 — масса клети плюс масса сухого кокса на воздухе, г;

m_6 — масса клети плюс масса кокса в воде, г;

m_5 — масса клети плюс масса кокса после осушения плюс масса поддона для осушения, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до 0,01.

4.6.2. *Точность*

4.6.2.1. *Сходимость*

Результаты двух определений, проведенных в одной и той же лаборатории на одном и том же приборе на представительных навесках, взятых из одной и той же насыпной пробы, не должны отличаться более чем на 0,02.

4.6.2.2. *Воспроизводимость*

Среднее значение результатов двух определений, проведенных в двух различных лабораториях на представительных навесках пробы, взятых из одной и той же насыпной пробы, не должны отличаться более чем на 0,03.

5. Определение пористости

5.1. Сущность метода

Пористость вычисляют исходя из действительной относительной плотности (см. разд. 3) и кажущейся относительной плотности (см. разд. 4) кокса.

5.2. Обработка результатов

Пористость кокса (X) в процентах к объему вычисляют по формуле

$$X = \frac{d - d_к}{d} \cdot 100,$$

где d — действительная относительная плотность кокса;

$d_к$ — кажущаяся относительная плотность кокса.

Результат вычисляют с погрешностью не более 1 %.

6. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) характеристику используемого материала;

б) ссылку на используемый метод;

в) параметры, результаты и метод их выражения;

г) любые отклонения, отмеченные в процессе определения;

д) любые действия, не включенные в настоящий стандарт или считающиеся необязательными».

(ИУС № 4 1996 г.)

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Г. М. Фролова*

Сдано в наб. 07.01.83 Подп. к печ. 25.03.83 1,0 п. л. 0,70 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 132

gost.e-ecolog.ru