МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32976— 2014

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Определение степени окисленности методом щелочной экстракции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 апреля 2015 г. № 281-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32976—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D 5263—2008 «Стандартный метод определения относительной степени окисленности битуминозного угля методом щелочной экстракции» («Standard Test Method for Determining the Relative Degree of Oxidation in Bituminous Coal by Alkali Extraction», MOD). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

В Российской Федерации 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

Введение

Структура, состав и свойства каменных углей в процессе окисления изменяются по-разному, поэтому стандартный метод определения степени окисленности каменных углей может быть разработан только для узкого круга объектов испытания. В соответствии с этим настоящий стандарт распространяется на коксующиеся каменные угли, окисленные в природных условиях.

При окислении в пластах каменные угли постепенно теряют способность спекаться и становятся непригодными для коксования. Этот процесс сопровождается увеличением растворимости органической массы углей в растворах щелочей при нагревании. Такие взаимосвязанные изменения свойств углей, протекающие при их окислении в природных условиях, позволяют оценивать относительную спекающую способность каменных углей по количеству веществ, переходящих в щелочной экстракт.

Щелочные экстракты окисленных каменных углей окрашены, причем с увеличением степени окисленности окраска становится интенсивнее и коэффициент пропускания растворов уменьшается.

Количество веществ, экстрагируемых из каменного угля раствором щелочи при нагревании, определяют по величине коэффициента пропускания щелочного экстракта, измеренного при установленных настоящим стандартом условиях: длине волны 520 нм и толщине поглощающего слоя 17 мм. Этот показатель косвенно характеризует спекающую способность каменных углей. Угли, для которых коэффициент пропускания экстракта составляет более 90 %, являются неокисленными и пригодны для коксования. Угли с коэффициентом пропускания экстракта менее 80 % окислены и непригодны для коксования. При коэффициенте пропускания от 80 % до 89 % о степени окисленности угля можно судить только после дополнительных испытаний, например после определения окисленности петрографическим методом по ГОСТ 8930.

Известно, что при искусственном окислении каменных углей взаимосвязь между окисленностью, растворимостью в щелочах и спекаемостью отсутствует, поэтому настоящий метод непригоден для испытания термоокисленных углей.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Определение степени окисленности методом щелочной экстракции

Hard coal. Determination of the relative degree of oxidation by the method of alkali extraction

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные угли, окисленные в природных условиях, и устанавливает метод определения степени окисленности по величине коэффициента пропускания щелочного экстракта, полученного из угля.

Данный метод не применим для оценки степени окисленности каменных углей, подвергнутых термоокислению в лаборатории или на производстве.

Метод, установленный настоящим стандартом, применяют для оценки пригодности каменных углей для коксования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] *Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 8930 Угли каменные. Метод определения окисленности

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ 17070*.

4 Сущность метода

4.1 Каменные угли, окисленные в природных условиях, обрабатывают раствором гидроксида натрия (NaOH) при нагревании. В щелочной раствор (экстракт) переходят гуминовые кислоты.

Чем больше окислен каменный уголь, тем больше гуминовых кислот переходит в раствор и тем интенсивнее становится окраска экстракта.

Примечание — Гуминовые кислоты окисленных каменных углей — это группа веществ, объединенная общим свойством: способностью растворяться в растворе щелочи.

4.2 Степень окисленности каменных углей определяют по величине коэффициента пропускания щелочного экстракта, измеренного при установленных стандартом условиях: длине волны 520 нм и толщине поглощающего слоя 17 мм.

Результаты, полученные настоящим методом, характеризуют относительную степень окисленности углей, но не позволяют установить количество окисленного угля в пробе.

4.3 Полученные результаты используют для того, чтобы оценить каменные угли как сырье для коксования в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Интерпретация результатов определения степени окисленности каменных углей

Коэффициент пропускания при длине волны 520 нм и толщине поглощающего слоя 17 мм, %	Интерпретация результата
Св. 90	Уголь не окислен. Пригоден для коксования
От 80 до 90	Уголь может быть окислен. Решение вопроса о пригодности для коксования возможно после дополнительных испытаний
До 80	Уголь окислен. Непригоден для коксования. Возможны проблемы с качеством кокса и технологией его изготовления

5 Реактивы

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы квалификации не ниже ч. д. а. *по ГОСТ 13867*.

5.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709*[1)].

5.2 Натрия гидроксид (NaOH) *по ГОСТ 4328*.

5.3 Натрия гидроксид, раствор с концентрацией 1 моль/дм^3.

5.4 Смачивающий агент — неионное поверхностно-активное вещество (octylphenoxypolyethoxyethanol). Торговая марка — Тритон Х-100. Используют неразбавленный (100 %) Тритон Х-100.

6 Аппаратура

6.1 Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр для измерения коэффициента пропускания в диапазоне длин волн от 340 до 900 нм.

Тип прибора должен быть сертифицирован и зарегистрирован в Государственных реестрах средств измерений Российской Федерации и стран СНГ, а также допущен к применению в этих государствах.

[1)] Рекомендуется использовать воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501. Дистиллированную воду дважды перегоняют в аппаратуре из кварцевого стекла или подвергают деионизации. В соответствии с требованиями ГОСТ Р 52501 воду 2-й степени чистоты хранят в герметически закрытой таре из полиэтилена высокого давления или полипропилена.

6.2 Стеклянные кюветы или пробирки с толщиной измеряемого слоя от 10 до 20 мм. Стандартными считаются кюветы или пробирки с толщиной измеряемого слоя (17,0 ± 0,3) мм.

6.3 Весы *по ГОСТ OIML R 76-1* с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

6.4 Нагревательный прибор (электроплитка) для нагревания водных растворов до кипения.

6.5 Термометр для измерения температуры до 100 °С с погрешностью ± 0,5 °С.

6.6 Секундомер для измерения периода времени 30 мин с точностью до 1 с.

6.7 Фильтры бумажные обеззоленные с синей лентой и белой лентой.

6.8 Мерная стеклянная посуда *по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336*:

- мерный цилиндр емкостью 100 $см^3$;
- стаканы из термостойкого стекла вместимостью 400 $см^3$;
- воронки химические.

6.9 Сито лабораторное *по ГОСТ 6613* из проволочной сетки со стороной ячейки в свету 212 мкм (0,2 мм).

7 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу, измельченную до размера зерен менее 212 мкм, приготовленную *по ГОСТ 10742*. Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре до постоянной массы, что свидетельствует о достижении равновесия между влажностью угля и атмосферой лаборатории.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин предпочтительно механическим способом.

8 Подготовка к испытаниям

8.1 Спектрофотометр (6.1) подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.2 В зависимости от устройства прибора устанавливают светофильтр, соответствующий длине волны 520 нм, или после самотестирования прибора выбирают 520 нм в меню установки длины волны.

Точность установки длины волны и линейность показаний спектрофотометра в рабочем диапазоне длин волн проверяют с помощью стандартных веществ и растворов с известным коэффициентом пропускания.

В современных спектрофотометрах предусмотрены саморегулировка фотометрической линейности и система самоконтроля (SCS).

8.3 Готовят раствор холостого опыта, который используют в качестве нулевого раствора при измерении коэффициента пропускания щелочных экстрактов. Раствор холостого опыта представляет собой 100 $см^3$ раствора гидроксида натрия (NaOH) концентрацией 1 моль/$дм^3$ (5.3), прошедший все процедуры, но без навески угля.

9 Проведение испытания

9.1 Включают спектрофотометр (6.1) и устанавливают светофильтр, соответствующий длине волны 520 нм. Время ожидания (до начала работы), необходимое для стабилизации прибора, составляет 30 мин.

9.2 Из пробы угля, подготовленной в соответствии с разделом 7, отбирают навеску массой (1,00 ± 0,01) г, которую взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг (6.2).

9.3 Навеску угля переносят в химический стакан вместимостью 400 $см^3$ (6.8).

9.4 К навеске угля добавляют 100 $см^3$ раствора гидроксида натрия (NaOH) (5.3) и одну каплю смачивающего агента (5.4). В стакан помещают стеклянную палочку.

9.5 Стакан(ы) ставят на предварительно нагретую электроплитку и опускают в него (них) термометр (6.5).

9.6 Содержимое стакана нагревают до 98 °С. До закипания раствора должно оставаться 3—4 мин, в зависимости от его расположения на плитке.

Термометр(ы), измеряющий(ие) температуру анализируемого или нулевого (8.3) раствора, приподнимают так, чтобы он не касался стенок стакана, но продолжал измерять температуру раствора, и закрепляют в таком положении.

9.7 В момент, когда раствор начинает закипать, включают секундомер. Кипятят раствор в течение 3 мин, перемешивая его через каждую минуту в течение 5 с как минимум.

9.8 Осторожно снимают горячие стаканы с плитки и дают им остыть при комнатной температуре в течение 30 мин. Время остывания измеряют секундомером.

9.9 Содержимое стакана целиком выливают в воронку с вложенными в нее двумя бумажными фильтрами — внизу фильтр «синяя лента», наверху фильтр «белая лента». Фильтрат собирают в мерный цилиндр вместимостью 100 $см^3$. Для каждого испытания используют сухие воронки и цилиндры. По окончании фильтрования в цилиндр доливают воду (5.1) до объема 80 $см^3$ и перемешивают раствор стеклянной палочкой.

Примечание — Стакан не следует обмывать над воронкой с фильтром. То, что уголь остается на стенках стакана, не влияет на результат испытания.

9.10 Спектрофотометр (6.1) подготавливают для измерения коэффициента пропускания.

9.10.1 Помещают в держатель пустую кювету (6.2), накрытую стеклом, и устанавливают нулевое показание.

9.10.2 Кювету (6.2) заполняют нулевым раствором (8.3) и помещают ее в держатель спектрофотометра.

9.10.3 Проводят регулировку спектрофотометра таким образом, чтобы коэффициент пропускания раствора холостого опыта составлял 100 %.

9.11 Кювету (6.2) заполняют анализируемым раствором (9.9) и помещают в держатель спектрофотометра. Измеряют коэффициент пропускания анализируемого раствора.

Примечания

1 Для измерений коэффициентов пропускания анализируемого и нулевого растворов используют кюветы с одинаковым собственным коэффициентом пропускания.

2 Для проверки стабильности работы прибора в процессе проведения измерений следует периодически проверять реперные точки, в которых коэффициенты пропускания равны 0 и 100 %.

10 Обработка результатов

10.1 При проведении анализа методом, установленным настоящим стандартом, могут быть использованы кюветы разного размера. Для того чтобы полученные результаты можно было сравнивать, их необходимо привести к одной толщине поглощающего слоя. В качестве такой величины принимают толщину поглощающего слоя, равную 17 мм. Если при анализе используют кюветы другого размера, то результаты пересчитывают на толщину поглощающего слоя 17 мм в соответствии с законом Бэра.

10.2 Пересчет результатов анализа производят по следующим формулам:

$$A_x = \lg (T_x/100); \quad (1)$$

$$A_{17} = A_x (17/b_x); \quad (2)$$

$$T_{17} = (10^{-A_{17}}) \times 100, \quad (3)$$

где T_x — коэффициент пропускания, полученный в результате измерения, %;

A_x — оптическая плотность (абсорбция), соответствующая коэффициенту пропускания T_x;

b_x — толщина поглощающего слоя при анализе, мм;

A_{17} — оптическая плотность (абсорбция) при толщине поглощающего слоя 17 мм;

T_{17} — коэффициент пропускания при толщине поглощающего слоя 17 мм (расчетная величина), %.

10.3 Результат испытания, проведенного методом, установленным настоящим стандартом, представляют в виде коэффициента пропускания T_{17}, рассчитанного по 10.2.

10.4 Результат анализа, представляющий собой среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, записывают с точностью до десятых долей процента и округляют до целых чисел.

11 Прецизионность

11.1 Показатели прецизионности метода определения степени окисленности каменных углей относятся к каменным углям, щелочные экстракты которых имеют коэффициенты пропускания от 55 % до 98 %.

11.2 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, проведенных за короткий промежуток времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться друг от друга более чем на 5 % (абсолютных) при уровне доверительной вероятности 95 %. Если расхождение превышает указанную величину, то один или оба результата могут быть подвергнуты сомнению.

Предел повторяемости метода определения степени окисленности каменных углей составляет 3,0 % (абсолютных) после пересчета коэффициента пропускания на стандартную толщину поглощающего слоя 17 мм.

11.3 Воспроизводимость

Два результата, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии приготовления, не должны отличаться друг от друга более чем на 5 % (абсолютных) при уровне доверительной вероятности 95 %. Если расхождение превышает указанную величину, то один или оба результата могут быть подвергнуты сомнению.

Предел воспроизводимости метода определения степени окисленности составляет 7,6 % (абсолютных) после пересчета коэффициента пропускания на стандартную толщину поглощающего слоя 17 мм.

11.4 Систематическая погрешность метода определения степени окисленности каменных углей не может быть определена в связи с отсутствием стандартного вещества.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) идентификацию анализируемой пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) дату проведения испытания;

d) результаты испытания;

e) характеристику спектрофотометра;

f) особенности, замеченные при проведении испытания.

УДК 622.33:543.813:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: угли каменные окисленные, спекаемость, гуминовые кислоты, экстракт щелочной, коэффициент пропускания, спектрофотометр, толщина поглощающего слоя

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 08.10.2019. Подписано в печать 20.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru