ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70538— 2022

КОКС КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ, ПЕКОВЫЙ И ТЕРМОАНТРАЦИТ

Методы отбора и подготовки проб для испытаний

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2022 г. № 1484-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Оборудование и аппаратура 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка лабораторных и аналитических проб 4
Приложение А (обязательное) Отбор проб из вагонов при выгрузке продукции 7
Приложение Б (справочное) Методика определения точек отбора и количества точечных проб из вагонов 9
Приложение В (справочное) Методика деления объединенной пробы кокса на две части 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОКС КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ, ПЕКОВЫЙ И ТЕРМОАНТРАЦИТ

Методы отбора и подготовки проб для испытаний

Coal pitch coke and thermoantracite.
Methods of sampling and sample preparation for testing

Дата введения — 2024—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный и пековый кокс и термоантрацит и устанавливает методы отбора проб и подготовки лабораторных и аналитических проб для испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2669 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Правила приемки

ГОСТ 3306 Сетки с квадратными ячейками из стальной рифленой проволоки. Технические условия

ГОСТ 3826 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

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

ГОСТ ISO 13909-2 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков

ГОСТ ISO 13909-3 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **точечная проба:** Количество продукции, отобранное из одного места при однократном наполнении устройства для отбора проб.

Издание официальное

3.2 **объединенная проба:** Проба, состоящая из серии точечных проб и достаточная для определения данного свойства.

3.3 **период отбора:** Промежуток времени между отборами двух последовательных точечных проб из потока продукции.

3.4 **лабораторная проба:** Проба, полученная в результате измельчения объединенной пробы до размера частиц 0—13 мм и предназначенная для определения массовой доли общей влаги или для приготовления аналитических проб.

3.5 **аналитическая проба:** Проба, приготовленная из объединенной или лабораторной пробы, измельченная до размера частиц менее 0,25 мм и предназначенная для лабораторных анализов.

3.6 **контрольная проба:** Проба, которую хранят для контрольного анализа.

3.7 **максимальный размер куска:** Размер куска, соответствующий размеру отверстия сита, на котором в результате рассева пробы надрешетный продукт составляет не более 5 % от массы пробы, подвергаемой рассеву.

4 Оборудование и аппаратура

4.1 Для отбора проб применяют:

- механизированные пробоотборники по ГОСТ 10742, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3 или других типов, отвечающих требованиям указанных стандартов;
- вилы с расстоянием между рожками, равным нижнему пределу крупности опробуемого кокса или термоантрацита;
- совок и лопату совковую, обеспечивающие отбор пробы требуемой массы. Размеры совка и совковой лопаты зависят от крупности отбираемого кокса или термоантрацита и массы точечной пробы;
- шаблон для отбора проб с остановленной ленты конвейера, состоящий из двух параллельных, вертикально расположенных, жестко соединенных стенок длиной, равной ширине ленты конвейера, и отстоящих одна от другой на расстоянии не менее 2,5-кратного максимального размера куска продукции;
- емкости для накопления объединенных проб с плотнозакрывающимися крышками и изготовленные из коррозионно-устойчивого материала или облицованные им внутри.

4.2 Для подготовки проб применяют:

- машины для приготовления лабораторных и аналитических проб 10742 или других типов, отвечающих требованиям указанного стандарта, а также следующим требованиям:
- механические сократители должны обеспечивать отбор из потока сокращаемой пробы одной или нескольких порций при каждом обороте или получение непрерывной струи, образующейся при пересечении потока пробы;
- обеспечивать подготовку лабораторных и аналитических проб, отличающихся по массе от среднего значения не более чем на ±10 %;
- размеры рабочих частей сократителей должны обеспечивать беспрепятственное прохождение всей массы пробы, предназначенной для сокращения или деления.

Контрольные испытания машин для подготовки проб проводят не реже одного раза в месяц путем рассева измельченной пробы на сите с размером отверстий 13 × 13 мм — для машин, подготавливающих лабораторные пробы, и 0,25 × 0,25 мм — для машин, подготавливающих аналитические пробы. При этом остаток на сите с размером отверстий 13 × 13 мм не должен превышать 10 % от массы измельченной пробы, а на сите с размером отверстий 0,25 × 0,25 мм — 3 %. Результаты контрольного рассева заносят в книгу учета;

- плиту стальную с плотно прилегающими бортами и вырезом для удаления пыли и остатков пробы;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 200 ± 5 °С;
- противни из коррозионно-устойчивого материала;
- сита проволочные с размерами отверстий № 025 по ГОСТ 6613, № 1 по ГОСТ 3826, № 3 (3, 2) и № 13 (14) по ГОСТ 3306 или ГОСТ 3826;
- емкости герметически закрывающиеся из коррозионно-устойчивого материала вместимостью не менее 1,0 и 0,5 кг и 60 г;
- совки, совковые лопаты, щетки.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб производят из потока и из вагонов или других транспортных средств. Точечные пробы должны отбираться равномерно от всей массы опробуемого кокса или термоантрацита. Число точечных проб и их масса — по ГОСТ 2669.

5.2 Отбор проб из потока

5.2.1 Отбор проб из потока проводят в местах перепада и с остановленной ленты конвейера.

Точечные пробы отбирают через равные интервалы времени, которые устанавливают в зависимости от мощности потока, времени полезной работы транспортирующего устройства/времени загрузки вагонов и требуемого количества точечных проб.

5.2.2 Отбор проб из потока в местах перепада проводят механизированным способом.

Допускается при аварийном выходе из строя механизированных или автоматизированных пробоотборников, а также, в случае если их установка технически неосуществима или экономически нецелесообразна, отбор проб вручную.

Пробы отбирают в местах перепада продукции с конвейера или желоба, подающего продукцию в транспортные средства или на конвейер, транспортирующий ее потребителю, а также при разгрузке вагонов у потребителя.

Допускается отбирать пробы для определения рабочей влаги и технического анализа в местах перепада ее на конвейер, ведущий в погрузочный бункер, или в других местах после валковых грохотов.

При отборе проб в местах загрузки продукции в вагоны допускается устанавливать после пробоотборников наклонный направляющий желоб длиной не более 5 м для подачи разовых проб в емкости для накопления объединенных проб.

Допускается при отборе проб от потоков большой мощности или при ручном отборе проб деление потока на части. Причем отбор точечных проб проводят поочередно из каждой части потока с постоянным интервалом времени.

5.2.3 Отбор проб с остановленной ленты конвейера рекомендуется как эталонный, который может быть использован для проверки других методов отбора. При этом в точечную пробу отбирают кокс с ленты на участке, ширина которого должна быть в 2,5 раза больше максимального размера куска. Используемый шаблон погружают в массу кокса до транспортирующей поверхности, перпендикулярно к направлению движения потока. В точечную пробу включают весь кокс, попавший внутрь шаблона, и отдельные куски кокса, попавшие под правую сторону шаблона.

5.3 Отбор проб из железнодорожных вагонов и других транспортных средств

5.3.1 Отбор проб от продукции, погруженной в транспортные средства, допускается проводить при массе партии не более 300 т.

Отбор проб при разгрузке продукции из вагонов проводят по методам, приведенным в приложении А.

5.3.2 Точки отбора точечных проб и их последовательность указаны на рисунке 1.

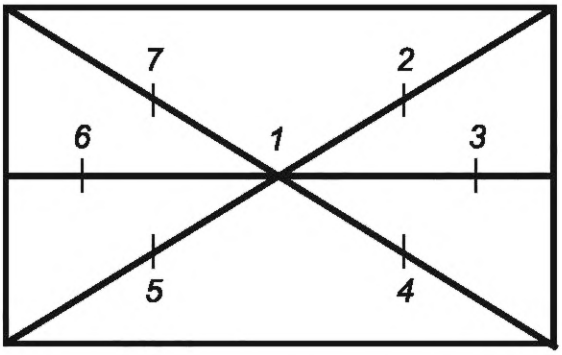
5.3.3 Пробы отбирают со дна лунок, глубина которых должна быть не менее 400 мм.

5.3.4 От продукции всех классов крупности с размером кусков 40 мм и более, а также 25 мм и более точечные пробы отбирают вилами, а от продукции с размером кусков от 25 до 40 мм и менее 25 мм — совковой лопатой.

5.3.5 Методика определения точек отбора точечных проб из вагонов приведена в приложении Б.

5.3.6 При отборе точечных проб запрещается отбрасывать отдельные куски или разбивать их.

5.3.7 Отобранные точечные пробы накапливают и хранят в плотнозакрывающихся бункерах или контейнерах в условиях, исключающих механические воздействия и потерю влаги.



Точки *2, 4, 5* и *7* — располагаются на середине каждой полудиагонали; точка *1* — в центре пересечения диагоналей; точки *3, 6* — на расстоянии 1/8 части продольной оси вагона от его торцевых бортов

Рисунок 1 — Точки отбора точечных проб и их последовательность

5.4 После отбора последней точечной пробы в журнал заносят следующие данные:
- номер объединенной пробы и ее назначение;
- дату и смену отбора пробы, время отбора пробы и время погрузки;
- вид, марку и класс по размеру кусков продукции, от которой отобрана — проба;
- массу партии;
- количество вагонов или других транспортных средств;
- фамилию, подпись ответственного за забор.

6 Подготовка лабораторных и аналитических проб

6.1 Подготовка проб включает в себя последовательные операции дробления, сокращения, сушки, измельчения и деления пробы.

6.2 Подготовку проб проводят вблизи мест отбора в специально выделенных проборазделочных помещениях.

Проборазделочное помещение должно быть просторным, хорошо освещенным, с гладким полом без щелей. Отопительные приборы должны быть расположены так, чтобы теплый воздух направлялся в верхнюю часть помещения.

6.3 Схема приготовления лабораторных и аналитических проб указана на рисунке 2.

Объединенную пробу, предназначенную для определения рабочей влаги и технического анализа, измельчают до размера частиц менее 13 мм и сокращают до массы не менее 4000 г. При этом содержание кусков размером более 13 мм должно быть не более 10 %.

Объединенные пробы, отобранные от кокса или термоантрацита с размером кусков менее 10 мм, сокращают без предварительного измельчения.

Допускается перед измельчением сокращать вдвое массу объединенной пробы, отобранной от партии продукции, состоящей из смеси кокса сухого и мокрого тушения. Методика сокращения приведена в приложении В.

Далее пробу, измельченную до размера частиц менее 13 мм и сокращенную до массы не менее 4000 г, делят на четыре части массой не менее 1000 г каждая.

Одну часть пробы выбрасывают в отвал, вторую помещают в банку и хранят в качестве контрольной на случай анализа по требованию потребителя, третью — делят на четыре части массой около 250 г каждая — лабораторные пробы, две из которых направляют в лабораторию для определения массовой доли рабочей влаги, а две оставшиеся хранят в течение 3 ч на случай повторного определения.

Время приготовления лабораторных проб для определения массовой доли рабочей влаги от начала измельчения до упаковки проб в банки не должно превышать 60 мин. К подготовке пробы приступают сразу же после доставки в проборазделочное помещение предпоследней точечной пробы.

Четвертую часть пробы массой не менее 1000 г измельчают до размера частиц менее 3 мм, сокращают до 250 г, подсушивают на противне в сушильном шкафу при температуре 180 °С—190 °С в течение 15 мин и измельчают до размера частиц менее 0,25 мм. При этом содержание надрешетного продукта в пробе при рассеве на сите с сеткой № 025 не должно превышать 3 %.

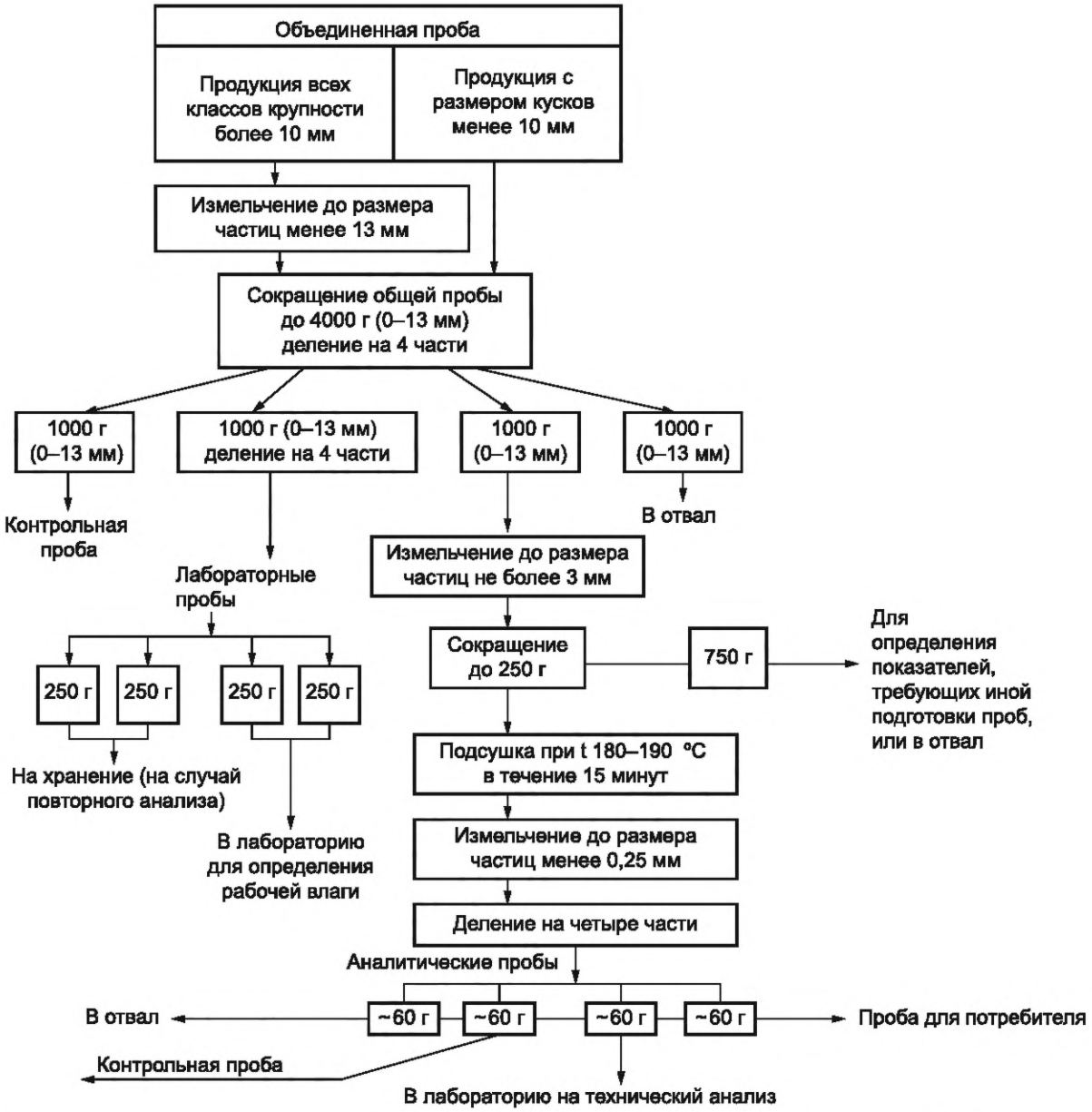


Рисунок 2 — Схема приготовления лабораторной и аналитической проб из объединенной пробы, отобранной от партии продукции

Допускается подсушивать пробы перед измельчением до размера частиц менее 3 мм. Пробы кокса сухого тушения не подсушивают.

Подготовленную пробу делят на четыре части массой не менее 60 г каждая — аналитические пробы, одну из которых направляют в лабораторию для технического анализа, вторую потребителю (по его требованию), третью хранят в качестве контрольной, а четвертую выбрасывают в отвал.

Допускается при использовании механизированных агрегатов дробление пробы от 13 до 0,25 мм проводить без промежуточных операций, при этом сокращение пробы до необходимой массы проводят после окончательного ее измельчения.

6.4 Части пробы с размерами частиц 0—13 и 0—3 мм, идущие в отвал, используют для определения показателей, требующих подготовки проб с размерами частиц, отличающимися от предусмотренных настоящим стандартом. Подготовку проб в таком случае проводят по соответствующим стандартам на методы испытаний.

6.5 Лабораторные и аналитические пробы помещают в банки из коррозионно-устойчивого материала с герметически закрывающимися крышками.

В банку с пробой вкладывают этикетку, другую прикрепляют к наружной поверхности банки.

На этикетке указывают: номер партии; дату; смену и место отбора; вид продукции; назначение пробы; фамилию и подпись ответственного лица.

6.6 Срок хранения контрольных проб:

- лабораторных проб для определения массовой доли общей влаги — 3 суток;
- аналитических проб для технического анализа:
- при одногородней поставке — 6 суток,
- при поставке потребителю, расположенному в другом населенном пункте — 20 суток.

При пересылке проб для анализов банки с пробами упаковывают в деревянные ящики.

Приложение А
(обязательное)

Отбор проб из вагонов при выгрузке продукции

А.1 Отбор проб из вагонов с нижней выгрузкой

При отборе проб из вагонов с нижней выгрузкой используют метод отбора с открытых поверхностей. В вагонах с четырьмя люками используются все люки, в вагонах с восемью или семью люками — только четыре центральных.

Два расположенных рядом люка открывают и часть кокса выгружают. Затем люки закрывают и крепят болтами, оставляя в вагоне две наклонные поверхности в состоянии покоя; предполагается, что поверхности пронумерованы (см. рисунок А.1), и точечные пробы взяты из пронумерованных участков. Для каждой из поверхностей установлено шесть участков отбора проб. Таким образом, имея две поверхности, получаем 12 точек отбора проб. В каждом очередном вагоне люки, которые должны быть открыты, выбираются в противоположных концах вагона. При наполнении лопаты в нее должно попадать правильное соотношение крупных и мелких кусков кокса; лопату при отборе осторожно вводят в поверхность кокса на полную глубину. При этом может быть использована лопата, приведенная на рисунке А.2.

А.2 Отбор проб из вагонов с боковыми люками

Вагон частично разгружают, оставляя две наклонные плоскости внутри вагона, а дальше поступают в соответствии с рисунком А.1.

Открытые поверхности в вагоне

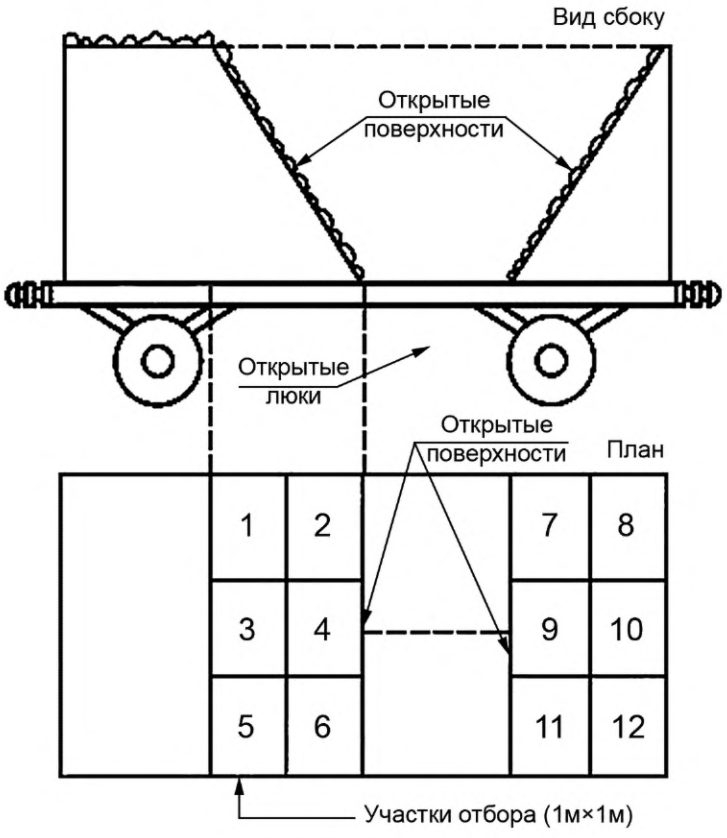
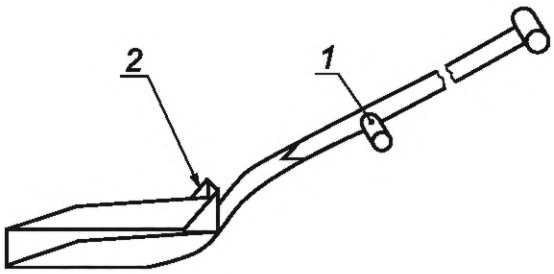


Рисунок А.1 — Открытые поверхности в вагоне



1 — деревянный гвоздь для захвата длинной лопаты; *2* — приваренная спинка

Рисунок А.2 — Лопата

Приложение Б
(справочное)

Методика определения точек отбора и количества точечных проб из вагонов

Количество отбираемых от каждого вагона точечных проб определяют, как частное от деления общего количества точечных проб, отбираемых от партии, на количество вагонов опробуемой партии. Если в результате деления получается остаток, то от всей партии дополнительно отбирают количество точечных проб, численно равное полученному остатку.

Для определения точек отбора точечных проб в каждом вагоне в мешок помещают семь бирок с номерами от 1 до 7. При отборе проб из первого выбранного вагона из мешка вынимают столько бирок, сколько точечных проб следует отобрать из вагона. Точечные пробы необходимо отбирать из точек, указанных на бирках (см. рисунок 1).

Использованные бирки помещают во второй мешок. Для второго вагона поступают также, причем бирки выбирают из оставшихся в первом мешке. Эту процедуру повторяют до тех пор, пока не будут использованы все бирки из первого мешка, затем положение мешков меняется, и продолжают выбирать бирки из второго мешка. После того как будут использованы все бирки из второго мешка, возвращаются к первому и т. д., до тех пор, пока не будут определены номера точек отбора для всех вагонов.

Эту же процедуру можно использовать для выбора вагонов, из которых необходимо взять большее количество точечных проб, чем из других, а также, если точечные пробы отбирают только из части вагонов.

Пример — От партии кокса крупностью более 25 мм, погруженной в шесть вагонов, необходимо отобрать пробы на ситовой анализ. Известно, что необходимо отобрать 100 точечных проб массой 3 кг каждая. Так как 100 делится на 6 с остатком, то из каждого вагона надо отобрать по 16 точечных проб и еще из любых четырех по одной.

Для определения номеров вагонов, из которых надо брать дополнительные точечные пробы, в мешок опускают бирки с номерами с 1 по 6 (по числу вагонов) и вынимают четыре, например, с номерами 4, 2, 5, 3. Следовательно, из первого и шестого вагонов отбирают по 16 точечных проб, а из второго, третьего, четвертого и пятого — по 17.

Так как 16 и 17 не делятся на 7 без остатка, то для всех вагонов из каждой точки, в соответствии с рисунком 1 настоящего стандарта, отбирают по две точечные пробы и, кроме того, в первом и шестом вагонах из двух любых точек, а во втором, третьем, четвертом и пятом — из трех любых точек еще по одной точечной пробе.

Для этого в мешок помещают семь бирок (в соответствии с числом точек) и извлекают две — ими оказались 2 и 5. Бирки опускают во второй мешок и из первого вагона из точек 2 и 5 берут по три точечные пробы, а из остальных по две.

Далее из первого мешка извлекают еще три бирки — ими оказались 3, 1 и 6. Бирки опускают во второй мешок, а из второго вагона из точек 1, 3 и 6 отбирают по три точечные пробы, а из остальных по две.

Для третьего вагона необходимо извлечь три бирки. Однако в первом мешке осталось только две — 4 и 7. Третью бирку достают из второго мешка — 1. Бирки опускают в первый мешок, а в третьем вагоне из точек 1, 4 и 7 отбирают по три точечные пробы, а из остальных по две. Продолжая эту процедуру находят также номера точек для оставшихся трех вагонов.

Приложение В
(справочное)

Методика деления объединенной пробы кокса на две части

Берут контейнер такого размера, чтобы в нем поместилась вся объединенная проба, и устанавливают внутри два делителя, пересекающихся в середине под прямым углом так, чтобы получилось четыре равных отделения. Ширина каждого отделения должна не менее чем в 2,5 раза превышать максимальный размер куска.

Объединенную пробу высыпают над пересечением делителей. Затем обе пары расположенных друг против друга частей объединяют. Одну из полученных таким образом проб используют для анализа, а вторую возвращают на конвейер.

Деление пробы можно производить при помощи четырех плотно составленных контейнеров. В этом случае пробу высыпают над точкой соприкосновения четырех контейнеров.

УДК 662.749.2:543.05:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: кокс каменноугольный пековый, термоантрацит

Редактор *Т.И. Магала*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 20.12.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,64.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru