ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70542— 2022

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения зольности

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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. № 1488-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», 2023

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 Аппаратура и посуда 1
4 Подготовка к испытанию 2
5 Проведение испытания 2
6 Обработка результатов 3
7 Определение зольности медленным озолением 3
8 Протокол испытаний 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения зольности

Coal tar pitch. Method for the determination of ash content

Дата введения — 2024—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный пек и устанавливает метод определения зольности.

Сущность метода заключается в сжигании навески пека в муфельной печи при (850 ± 20) °С, прокаливании зольного остатка до постоянной массы при той же температуре и определении массы остатка после прокаливания.

Метод применяется в интервале значений зольности от 0,1 % до 0,6 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 5445 Продукты коксования химические. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ Р 8.585 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопары. Номинальные статические характеристики преобразования

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 Аппаратура и посуда

3.1 Для определения зольности применяются:

- печь муфельная электрическая с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (850 ± 20) °С. Печь должна обеспечивать свободный выход продуктов горения и иметь отверстие для установки термопреобразователя;

Издание официальное

- термопреобразователь типа ТХА по ГОСТ Р 8.585 с прибором, показывающим температуру с относительной погрешностью не более 1,5 %. Термопреобразователь устанавливают в муфельную печь так, чтобы горячий его спай находился в середине муфельной печи;
- лодочки фарфоровые типа ЛЗ № 3 или № 4 или тигель фарфоровый низкий № 4 по ГОСТ 9147;
- эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336 с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;
- весы по ГОСТ Р 53228 классов точности I и II с ценой деления шкалы 0,0001 и 0,01 г соответственно;
- шпатель или ложка по ГОСТ 9147 или другое аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с пеком;
- противень из нержавеющего материала (размером 200 × 300 мм).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных в настоящем стандарте.

4 Подготовка к испытанию

4.1 Среднюю пробу пека, отобранную и подготовленную к анализу в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на пек, тщательно перемешивают шпателем или ложкой на противне из нержавеющего материала, разравнивают слоем толщиной от 1 до 2 см и из разных мест отбирают не менее пяти порций, из которых составляют две навески массой около 3 г каждая.

4.2 Лодочки или тигли предварительно нумеруют и прокаливают в муфельной печи до постоянной массы.

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями должно быть не более погрешности взвешивания весов.

После прокаливания лодочки или тигли вынимают из муфельной печи, устанавливают на асбестовый лист и охлаждают сначала на воздухе от 5 до 10 мин, затем от 25 до 60 мин в эксикаторе при комнатной температуре.

Хранят лодочки или тигли в эксикаторе.

Перед каждым анализом лодочки или тигли взвешивают.

4.3 Муфельную печь нагревают до температуры (850 ± 20) °С и выдерживают при этой температуре 30 мин.

4.4 Результаты взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

5 Проведение испытания

5.1 Лодочки или тигли с навеской пека для удаления летучих веществ устанавливают на открытой дверце муфельной печи, нагретой до (850 ± 20) °С. Допускается устанавливать лодочки или тигли при открытой дверце муфельной печи, нагретой до (850 ± 20) °С, на металлическую подставку у края рабочего пространства печи. Для удаления летучих веществ можно использовать закрытую электроплитку или песчаную баню, не допуская воспламенения или выброса продукта.

5.2 После прекращения выделения летучих веществ (через 25—30 мин) лодочки или тигли с остатком пека переносят в муфельную печь и медленно, не допуская воспламенения продукта, продвигают в середину муфельной печи.

Остаток пека прокаливают при открытой дверце муфельной печи до полного озоления, что определяют по исчезновению отдельных светящихся пятен и образованию ровного накала поверхности золы.

Прокаливание заканчивают при закрытой дверце муфельной печи в течение 1,5 ч.

5.3 После прокаливания лодочки или тигли с зольным остатком охлаждают в соответствии с 4.2 и взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

5.4 Контрольные прокаливания зольного остатка продолжительностью 30 мин каждое проводят до тех пор, пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний (доведение до постоянной массы) будет не более погрешности взвешивания весов.

5.5 Допускается проводить анализ методом медленного озоления, при этом лодочки или тигли с пробой помещают в холодную муфельную печь. Начальную температуру муфельной печи повышают в течение 30 мин до 250 °С, в течение следующих 30 мин — до 500 °С, а затем в течение 1 ч — до 850 °С.

При достижении указанной температуры в закрытой муфельной печи образовавшийся зольный остаток прокаливают еще в течение 1 ч.

Лодочки или тигли охлаждают в соответствии с 4.2.

Контрольные прокаливания зольного остатка проводят в соответствии с 5.4.

5.6 При разногласиях в оценке зольности анализ проводят по методике, приведенной в 5.1—5.4.

6 Обработка результатов

6.1 Зольность X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m — масса навески пека, г;

m_1 — масса лодочки или тигля с остатком, г;

m_2 — масса пустой лодочки или тигля, г.

6.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют его до второго десятичного знака.

6.3 Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать 0,03 % для зольности свыше 0,1 % до 0,3 % включительно и 0,05 % для зольности свыше 0,3 % до 0,6 % включительно.

6.4 Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 0,1 % для зольности свыше 0,1 % до 0,3 % включительно и 0,14 % для зольности свыше 0,3 % до 0,6 % включительно.

7 Определение зольности медленным озолением

Метод заключается в нагревании навески испытуемой пробы в платиновом тигле, помещенном в печь при температуре 700 °С в установленных условиях окисления, до постоянной массы.

7.1 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также:

- платиновый тигель вместимостью приблизительно 50 см^3;
- электрическая печь, обеспечивающая температуру нагрева (700 ± 10) °С, с хорошим воздухообменом внутри печи;
- электрический сушильный шкаф с температурой нагрева (150 ± 5) °С.

7.2 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5445.

7.3 Проведение испытания

Платиновые тигли нагревают в течение 1 ч в печи при температуре (700 ± 10) °С. Охлаждают тигель сначала на воздухе до температуры 100 °С—150 °С, а затем в эксикаторе, содержащем оксид фосфора V, до температуры окружающей среды. Взвешивают тигель с точностью до 0,0005 г.

Около 5 г пробы взвешивают в тигле с точностью до 0,0005 г.

Тигель с навеской помещают в электрическую печь и нагревают до температуры (300 ± 10) °С, но не выше. Повышение температуры проводят через каждые 30 мин. Интервал может быть увеличен до 60 мин без отрицательных последствий. Равномерно повышают температуру сначала до (350 ± 10) °С, а затем до (400 ± 10) °С. При этом постоянно ведут контроль, чтобы не происходило механических потерь в результате вспучивания. Если потери обнаруживаются, повторяют анализ на новой навеске по приведенной методике.

При высоком содержании влаги в пробе тигель с навеской помещают в шкаф при температуре (150 ± 5) °С и выдерживают при этой температуре 2 ч. Извлекают тигель из шкафа и помещают в элек-

трическую печь при температуре (300 ± 10) °С. Продолжают нагрев, равномерно повышая температуру через каждые 30—60 мин сначала до (350 ± 10) °С, затем до (400 ± 10) °С и, наконец, до (450 ± 10) °С.

Если предполагают, что потери связаны с быстрым удалением летучих веществ, то понижают скорость нагревания в диапазоне температур от 300 °С до 450 °С путем увеличения времени нагревания.

Повышают температуру печи до (700 ± 10) °С и нагревают тигель с содержимым при этой температуре до полного завершения процесса озоления.

Тигель с содержимым вынимают, дают остыть сначала на воздухе приблизительно до температуры в диапазоне от 100 °С до 150 °С, а затем в эксикаторе, содержащем оксид фосфора V, до температуры окружающей среды. Тигель с содержимым взвешивают с точностью до 0,0005 г.

Тигель с содержимым помещают в печь при температуре (700 ± 10) °С и нагревают в течение 30 мин. Охлаждают и взвешивают, как указано выше. Повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0005 г.

Примечания

1 Печь располагают в хорошо вентилируемом шкафу.

2 Количество определений, которые проводят одновременно, зависит от рабочей характеристики используемой печи. Особое внимание уделяют температурному режиму внутри печи и расположению тиглей при многократных анализах.

7.4 Обработка результатов

Массовую долю золы X в процентах рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_0 — масса навески, г.

Точность расчета — не более 0,01 % от массовой доли.

Повторяемость и воспроизводимость рассчитывают по двум линейным уравнениям:

$$r = 0{,}016 + 0{,}0817\,\overline{X}\,, \qquad (3)$$

$$R = 0{,}00126 + 0{,}427\,\overline{X}\,, \qquad (4)$$

или определяют с помощью графика (см. рисунок 1).

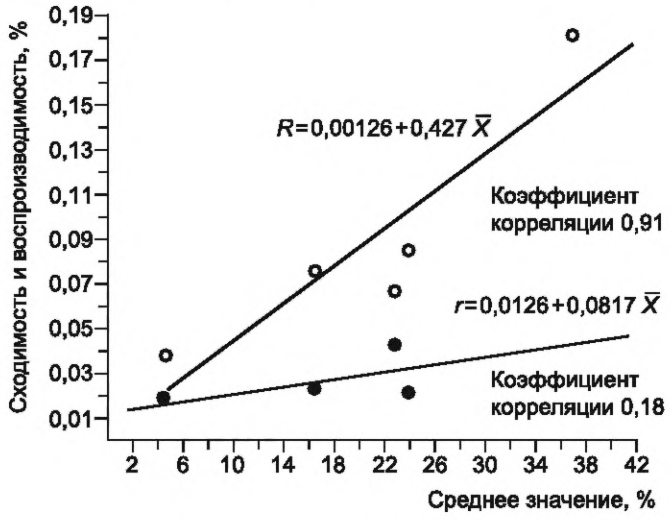

Рисунок 1 — Зависимость сходимости и воспроизводимости от среднего значения величины зольности

Полученные результаты указывают на наличие связи между повторяемостью, воспроизводимостью и средними значениями зольности.

На графике, на оси абсцисс отложено среднее значение зольности в процентах, а на оси ординат — сходимость и воспроизводимость в процентах.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

1) данные, необходимые для характеристики пробы;
2) ссылку на настоящий стандарт;
3) результаты испытаний и способ их выражения;
4) любые отклонения от нормы, замеченные в процессе испытаний;
5) любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом.

УДК 662.749:543.822:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: пек каменноугольный, определение зольности

Редактор *Т.И. Магала*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 11.01.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

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