МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 7846— 2023

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения зольности

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 сентября 2023 г. № 165-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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2024 г. № 142-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 7846—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 7846—73

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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

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

Поправка к ГОСТ 7846—2023 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

Поправка к ГОСТ 7846—2023 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

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

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения зольности

Coal tar pitch. Method for the determination of ash content

Дата введения — 2024—02—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 межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 6616 Преобразователи термоэлектрические. Общие технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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

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

3 Аппаратура и посуда

3.1 Для определения зольности применяются:

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

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

- термопреобразователь типа ТХА по ГОСТ 6616 с прибором, показывающим температуру с относительной погрешностью не более 1,5 %. Термопреобразователь устанавливают в муфельную печь так, чтобы его горячий спай находился в середине муфельной печи. Используют периодически для контроля температуры нагрева 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 OIML R 76-1, 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 х 300 мм).

3.2 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 Прецизионность метода

6.3.1 Предел повторяемости

Результаты двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости (в одной лаборатории, одним оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого промежутка времени, с использованием представительной пробы), 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.

6.3.2 Предел воспроизводимости

Результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, с использованием представительной пробы, отобранной из одной аналитической пробы, 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 (m_1).

Около 5 г пробы взвешивают в тигле с точностью до 0,0005 г (m_0).

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 электрическую 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 (m_2).

7.4 Обработка результатов

Массовую долю золы *X* в процентах рассчитывают по формуле

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

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:

$$r = 0{,}0126 + 0{,}0817\overline{X}, \quad (3)$$

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

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

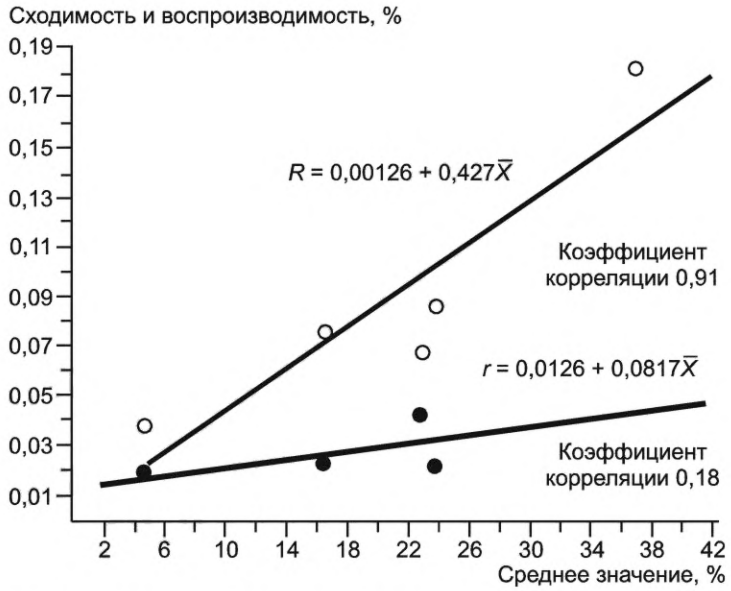


Рисунок 1 — Зависимость сходимости и воспроизводимости от среднего значения величины зольности

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

На оси абсцисс (рисунок 1) отложено среднее значение зольности в процентах, а на оси ординат — сходимость и воспроизводимость в процентах.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующее:

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

УДК 662.749:543.822 (083.74) МКС 75.160.10

Ключевые слова: каменноугольный пек, зольность

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.02.2024. Подписано в печать 27.02.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

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

Поправка к ГОСТ 7846—2023 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 7 2024 г.)

Поправка к ГОСТ 7846—2023 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru