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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 22898— 2025

КОКСЫ НЕФТЯНЫЕ МАЛОСЕРНИСТЫЕ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

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 Обществом с ограниченной ответственностью «ЛУКОЙЛ-Пермнефтеоргсинтез» (ООО «ЛУКОЙЛ-Пермнефтеоргсинтез»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 11 декабря 2025 г. № 68-2025)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2025 г. № 1801-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22898—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2026 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22898—78

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», 2026

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 Классификация 3
4 Технические требования 3
5 Требования безопасности 6
6 Требования охраны окружающей среды 6
7 Правила приемки 6
8 Методы испытаний 7
9 Транспортирование и хранение 19
10 Гарантии изготовителя 19
Библиография 20

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

КОКСЫ НЕФТЯНЫЕ МАЛОСЕРНИСТЫЕ

Технические условия

Low-sulphur petroleum cokes. Specifications

Дата введения — 2026—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на малосернистые нефтяные коксы (далее — нефтяные коксы), получаемые при коксовании остаточных прямогонных, крекинговых, пиролизных продуктов переработки нефти и экстрактов масляного производства в кубах и на установках замедленного коксования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.010 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация*

ГОСТ 12.4.068 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования**

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.252 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 12.4.310 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная для защиты работающих от воздействия нефти и нефтепродуктов. Общие технические условия

ГОСТ 17.2.3.02 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями***

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 59123—2020 «Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Общие требования и классификация» в части средств индивидуальной защиты.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.301—2018 «Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Общие технические условия».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58577—2019 «Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов».

Издание официальное

ГОСТ 1437 Нефтепродукты темные. Определение содержания серы сжиганием в струе воздуха*

ГОСТ 1510 Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5583 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709** Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9245 Потенциометры постоянного тока измерительные. Общие технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 16799 Коксы нефтяные замедленного коксования. Отбор и подготовка проб

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия***

ГОСТ 19433.1 Грузы опасные. Классификация и маркировка*4

ГОСТ 22692 Материалы углеродные. Метод определения зольности

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 26132 Коксы нефтяные и пековые. Метод оценки микроструктуры

ГОСТ 27588 (ISO 579:2013) Кокс каменноугольный. Метод определения общей влаги

ГОСТ 27589 (ISO 687:2010) Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

---

* В Российской Федерации также действует ГОСТ 8606—2015 «Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка» и ГОСТ Р 72239—2025 «Топливо твердое минеральное. Определение общей серы методом Эшка».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

*** В Российской Федерации действуют ГОСТ Р 51999—2002 «Спирт этиловый технический синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия», ГОСТ Р 52574—2006 «Спирт этиловый синтетический технический и денатурированный. Технические условия», ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

*4 В Российской Федерации также действуют ГОСТ 19433—88 «Грузы опасные. Классификация и маркировка», ГОСТ Р 57478—2017 «Грузы опасные. Классификация», ГОСТ Р 57479—2017 «Грузы опасные. Маркировка» и Правила перевозок опасных грузов по железным дорогам (утверждены Советом по железнодорожному транспорту государств — участников Содружества, протокол от 5 апреля 1996 г. № 15).

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

ГОСТ ИСО 5725-1** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

3 Классификация

В зависимости от технологии изготовления и области применения устанавливаются следующие марки нефтяного кокса:

- КНПС-СМ — изготовляемый коксованием в кубах смолы пиролиза и применяемый на производстве углеродных конструкционных материалов специального назначения;
- КНПС-КМ — изготовляемый коксованием в кубах смолы пиролиза и применяемый на производстве углеродных конструкционных материалов;
- КНГ — изготовляемый коксованием в кубах прямогонных, крекинговых и пиролизных остатков и применяемый на производстве графитированной продукции;
- КЗГ — изготовляемый замедленным коксованием (нефтяной кокс с размером кусков свыше 8 до 250 мм) и применяемый на производстве графитированной продукции;
- КЗА — изготовляемый замедленным коксованием (нефтяной кокс с размером кусков свыше 8 до 250 мм) и применяемый на производстве в алюминиевой промышленности;
- КНА — изготовляемый коксованием в кубах прямогонных и крекинговых остатков и применяемый на производстве в алюминиевой промышленности;
- КЗО — изготовляемый замедленным коксованием (коксовая мелочь с размером кусков до 8 мм) и применяемый на производстве абразивов и другой продукции.

Пример условного обозначения нефтяных коксов:

Кокс нефтяной малосернистый марки КНПС-СМ
(КНПС-КМ, КНГ, КЗГ, КЗА высший/первый сорт, КНА, КЗО) по ГОСТ 22898—202 .

4 Технические требования

4.1 Нефтяные коксы должны соответствовать настоящему стандарту и изготовляться по утвержденной изготовителем технологии (технологическому регламенту) из сырья, компонентов, применявшихся при изготовлении образцов нефтяных коксов, прошедших испытания с положительными результатами.

4.2 Значения показателей нефтяных коксов должны соответствовать приведенным в таблице 1.

---

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

Таблица 1 — Физико-химические показатели нефтяных коксов

Наименование показателя	Норма для марки								Метод испытания
	КНПС-СМ	КНПС-КМ	КНГ	КЗГ	КЗА		КНА	КЗО	
					высшего сорта	первого сорта			
	Специальный		Электродный					Коксовая мелочь	
1 Массовая доля общей влаги, %, не более	3,0								По ГОСТ 27588 с дополнением по 8.2
2 Массовая доля летучих веществ, %, не более	6,0		8,0	9,0	7,0	9,0	8,0	11,5	По 8.3
3 Зольность, %, не более	0,15	0,30	0,50	0,60	0,40	0,60	0,50	0,80	По ГОСТ 22692
4 Массовая доля серы, %, не более	0,20*	0,40	1,00	1,00	1,20	1,50	1,00	1,50	По ГОСТ 1437
5 Массовая доля мелочи, %, не более:									По 8.4
куски размером меньше 25 мм	4,0		—	—	—	—	—	—	
куски размером меньше 8 мм	—	—	10,0		8,0	10,0		—	
6 Действительная плотность после прокаливания при температуре 1300 °С в течение 5 ч, г/см^3	2,04—2,08		2,08—2,13		2,10—2,13	2,08—2,13		—	По 8.5
7 Истираемость, %, не более	9,0	11,0	—	—	—	—	—	—	По 8.6
8 Массовая доля, %, не более:									По 8.7
кремния	—	—	—	—	0,040	0,080	0,040	—	
железа	—	—	—	—	0,050	0,080	0,050	—	
ванадия	—	—	—	—	0,010	0,015	0,012	—	
9 Оценка микроструктуры, балл, не менее	Не нормируется, определение обязательно		—	—	—	—	—	—	По ГОСТ 26132

Окончание таблицы 1

[*] В Российской Федерации определяют по ГОСТ 8606—2015 «Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка» или ГОСТ Р 72239—«Топливо твердое минеральное. Определение общей серы методом Эшка».

Примечания

1 Для нефтяного кокса марки КЗА первого сорта, получаемого из нефтей с содержанием парафинов более 6 %, допускается массовая доля летучих веществ не более 9,5 % и массовая доля ванадия не более 0,020 %.

2 Допускается выработка кубового нефтяного кокса, соответствующего марке КЗА, без ограничения верхнего размера кусков.

3 Допускается массовая доля общей влаги до 10,0 %.

4 Допускается по согласованию с потребителем выработка нефтяного кокса марки КНПС-КМ с массовой долей серы не более 0,6 %.

4.3 Упаковка и маркировка нефтяных коксов — по ГОСТ 1510.

4.4 Маркировка, характеризующая транспортную опасность нефтяных коксов, — в соответствии с ГОСТ 19433.1 и рекомендациями [1].

5 Требования безопасности

5.1 Нефтяной кокс относится к 4-му классу опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

5.2 Предельно допустимая концентрация нефтяного кокса в воздухе рабочей зоны производственных помещений 6 мг/м^3.

5.3 При загорании нефтяной кокс тушат пенной струей или водой от лафетных стволов; при загорании небольших количеств нефтяного кокса тушат песком, водой, кошмой, пенным огнетушителем.

5.4 Помещение, в котором проводят работы с нефтяным коксом, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

5.5 При производстве, погрузке, выгрузке и отборе проб нефтяного кокса следует применять средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103, ГОСТ 12.4.310. Для защиты кожи рук применяют защитные рукавицы по ГОСТ 12.4.010, перчатки по ГОСТ 12.4.252, мази и пасты по ГОСТ 12.4.068.

6 Требования охраны окружающей среды

6.1 Основным средством охраны окружающей среды от вредных воздействий нефтяного кокса является использование герметичного оборудования в технологических процессах и операциях, связанных с производством, транспортированием и хранением нефтяных коксов, а также строгое соблюдение технологического режима.

6.2 При производстве, хранении и применении нефтяного кокса должны быть предусмотрены меры, исключающие попадание частиц нефтяного кокса в системы бытовой и ливневой канализации, а также в открытые водоемы и почву.

6.3 Для охраны атмосферного воздуха от загрязнения выбросами вредных веществ должен быть предусмотрен контроль за содержанием выбросов в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.

7 Правила приемки

7.1 Нефтяные коксы принимают партиями. Партией считают любое количество нефтяного кокса, изготовленного в ходе непрерывного технологического процесса по утвержденной технологии или технологическому регламенту, однородного по показателям качества, сопровождаемого одним документом о качестве (паспортом качества) на основании результатов испытаний, содержащим:

- наименование, обозначение марки и назначение продукции;
- наименование изготовителя, его товарный знак (при наличии), местонахождение (с указанием страны), информацию для связи с ним;
- нормативные значения показателей продукции по настоящему стандарту, фактические результаты испытаний;
- обозначение настоящего стандарта;
- сроки и условия хранения;
- дату изготовления (месяц, год);
- номер партии;
- номер паспорта;
- подпись лица, оформившего паспорт;

7.2 Объем выборок нефтяного кокса — по ГОСТ 16799.

7.3 Для проверки качества нефтяных коксов проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

7.3.1 Приемо-сдаточные испытания проводят по всем показателям таблицы 1, кроме показателей 6 и 8 для нефтяного кокса марок КЗА и КНА, а также показателя 9 для нефтяного кокса марок КНПС-СМ и КНПС-КМ.

7.3.2 Периодические испытания проводят:

- по показателю 6 для нефтяного кокса марок КЗА и КНА не реже одного раза в месяц;
- по показателю 8 для нефтяного кокса марок КЗА и КНА не реже одного раза в квартал;
- по показателю 9 для нефтяного кокса марки КНПС-СМ не реже одного раза в неделю;
- по показателю 9 для нефтяного кокса марки КНПС-КМ не реже одного раза в месяц.

7.4 При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний хотя бы по одному показателю проверке подвергают каждую партию нефтяного кокса до получения положительных результатов испытания не менее чем для трех партий подряд.

8 Методы испытаний

8.1 Отбор проб

8.1.1 Отбор проб — по ГОСТ 16799.

Примечание — Допускается отбирать пробу с транспортера, подающего нефтяной кокс в полувагоны.

8.1.2 Для определения показателей по ГОСТ 22692, ГОСТ 1437, ГОСТ 27588 отбор и подготовка проб нефтяного кокса — по ГОСТ 16799.

8.2 Определение массовой доли общей влаги

8.2.1 Определение массовой доли общей влаги проводят по ГОСТ 27588 для всех марок нефтяного кокса.

8.2.2 Допускается при проведении испытания нефтяных коксов использовать автоматическую аппаратуру, обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

8.3 Определение массовой доли летучих веществ

8.3.1 Аппаратура, средства измерения и материалы

8.3.1.1 Печь муфельная электрическая с естественной вентиляцией и автоматическим терморегулятором (далее — печь), поддерживающим постоянную температуру (850 ± 10) °С. Печь должна обеспечивать повторный подъем указанной температуры не более чем за 3 мин после введения в нее холодных тиглей; конструкция печи должна позволять определять зону постоянной температуры.

Примечание — Допускается применять автоматические анализаторы, принцип действия которых основан на термогравиметрическом методе, обеспечивающие условия проведения испытания и получение достоверных результатов определения.

8.3.1.2 Термопара и потенциометр по ГОСТ 9245. Горячий спай термопары должен находиться в середине зоны постоянной температуры (850 ± 10) °С на расстоянии от 10 до 20 мм от пода печи.

8.3.1.3 Тигли цилиндрические с плотно подогнанными крышками, изготовленные из плавленого кварцевого стекла. Масса тигля с крышкой составляет от 10 до 14 г, размеры указаны на рисунке 1. Крышка должна плотно прилегать к тиглю, зазор между крышкой и тиглем не должен превышать 0,5 мм. Подобранную крышку пришлифовывают к тиглю.

Размеры в миллиметрах

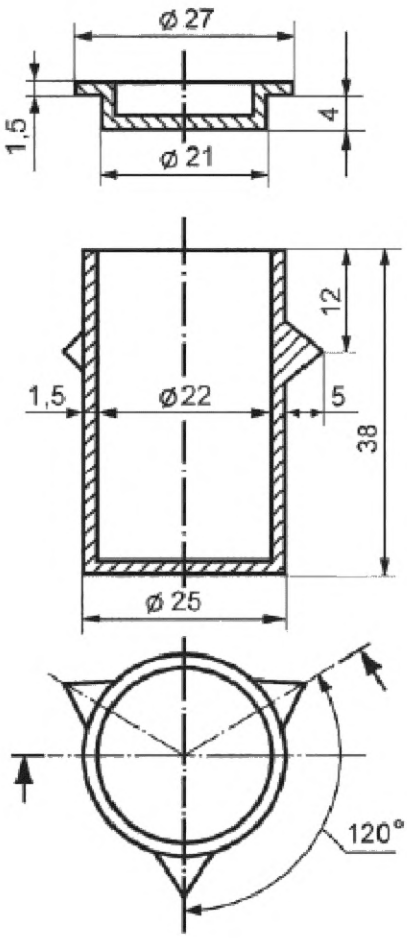

Рисунок 1 — Кварцевый тигель с крышкой

Тигли фарфоровые № 3 высокие по ГОСТ 9147 с плотно подогнанными крышками. Тигли и крышки должны быть пронумерованы, прокалены до постоянной массы и храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Массу тигля следует проверять перед взятием навески нефтяного кокса.

8.3.1.4 Подставка из жароупорной проволоки или листовой жаростойкой стали конструкции, приведенной на рисунке 2, или любой другой конструкции. Размеры подставки должны обеспечивать возможность размещения стеклянных или фарфоровых тиглей (далее — тигли) в зоне постоянной температуры печи на расстоянии между подом печи и дном тигля от 10 до 20 мм.

В миллиметрах

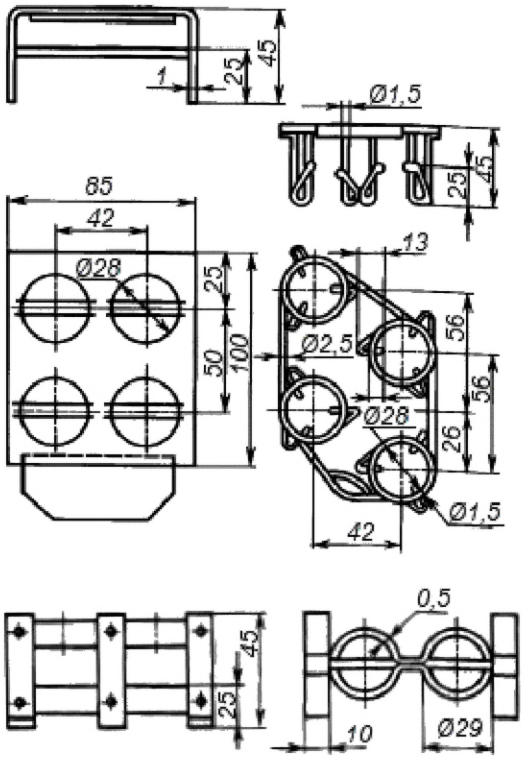

Рисунок 2 — Подставка для тиглей

8.3.1.5 Эксикатор по ГОСТ 25336 или ГОСТ 23932 с осушающим веществом. Осушающее вещество следует периодически обновлять.

8.3.1.6 Весы высокого класса (II) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,001 г.

8.3.1.7 Секундомер.

8.3.1.8 Щипцы тигельные.

8.3.1.9 Шпатель и ложка.

8.3.1.10 Пластинка металлическая или хризотиловый лист.

8.3.1.11 Допускается использовать аппаратуру, средства измерения и материалы, отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных в 8.3.1 и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

8.3.2 Проведение испытания

8.3.2.1 Тщательно перемешивают аналитическую пробу нефтяного кокса шпателем или ложкой и на разной глубине из двух-трех мест набирают навеску нефтяного кокса массой (1,00 ± 0,01) г в предварительно прокаленные и взвешенные стеклянные или фарфоровые тигли и взвешивают. Легким постукиванием выравнивают слой нефтяного кокса и закрывают тигли крышками.

8.3.2.2 Устанавливают тигли на подставку, быстро помещают в зону постоянной температуры печи, предварительно нагретой до температуры (850 ± 10) °С, и закрывают дверцу. Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, должна снова повыситься до (850 ± 10) °С не более чем за 3 мин, в противном случае испытание повторяют.

8.3.2.3 Выдерживают тигли с навесками нефтяного кокса в печи в течение 7 мин с момента их установки. Затем вынимают тигли щипцами, устанавливают на металлическую пластинку или хризотиловый лист, охлаждают на воздухе не менее 5 мин, переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

8.3.2.4 Массовую долю летучих веществ для каждой аналитической пробы определяют на двух навесках.

Примечание — При использовании автоматических анализаторов следуют инструкции изготовителя.

8.3.2.5 При каждом определении массовой доли летучих веществ одновременно определяют массовую долю влаги в аналитической пробе по ГОСТ 27589.

Примечание — Допускается при определении массовой доли влаги в аналитической пробе нефтяных коксов по ГОСТ 27589 использовать автоматическую аппаратуру, обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

8.3.3 Обработка результатов испытания

8.3.3.1 Массовую долю летучих веществ V^a, %, вычисляют по формуле

$$V^a = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 100}{m_2 - m_1} - W^a, \quad (1)$$

где m_2 — масса тигля с крышкой и навеской нефтяного кокса до испытания, г;

m_3 — масса тигля с крышкой и навеской нефтяного кокса после испытания, г;

m_1 — масса тигля с крышкой, г;

W^a — массовая доля влаги в испытуемой аналитической пробе нефтяного кокса, %.

8.3.3.2 Результаты определения вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

8.3.3.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, если расхождение между ними не превышает допускаемые в 8.3.4.

8.3.3.4 Если расхождение между результатами двух определений превышает допускаемые, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

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

8.3.4 Прецизионность метода

Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов испытаний в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и представлены в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2.

8.3.4.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение 0,3 % только в одном случае из 20.

8.3.4.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение 0,5 % только в одном случае из 20.

8.4 Определение массовой доли мелочи

8.4.1 Аппаратура, средства измерения и материалы

8.4.1.1 Сита с сеткой № 8 или № 25 по ГОСТ 3306, или вибрационный грохот ГВ-06 с сеткой № 8 или № 25 и размером просеивающей поверхности 1,2 × 0,5 м, или вибросито с поддоном и набором сит из сеток №№ 8, 25 и 70, установленных одно над другим и просеивающей поверхностью размером 0,32 × 0,32 м.

Примечание — Допускается использовать сита с аналогичными характеристиками с перфорированным типом просевающего полотна.

8.4.1.2 Весы среднего класса (III) точности по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие проведение испытания по 8.4.2.

8.4.1.3 Секундомер.

8.4.1.4 Противень из некорродируемого материала размером не менее 1,5 × 1,5 м с бортиками высотой не менее 0,15 м.

8.4.1.5 Крестовина для сокращения и усреднения пробы.

8.4.1.6 Инвентарь вспомогательный: лопаты, ведра, банки и др.

8.4.1.7 Шкаф сушильный, обеспечивающий нагревание до температуры 180 °С.

8.4.1.8 Допускается использовать аппаратуру, средства измерения и материалы, отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных в 8.4.1 и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

8.4.2 Проведение испытания

8.4.2.1 Пробу нефтяного кокса массой не менее 30 кг взвешивают с погрешностью не более 0,1 кг, помещают на противень и вручную отбирают крупные куски размером ориентировочно более 70 мм. Оставшийся на противне нефтяной кокс рассеивают ручным или механическим способом. Толщина слоя нефтяного кокса, подаваемого каждый раз на сито, не должна превышать полуторного размера наибольшего куска рассеиваемого нефтяного кокса. Рассев каждой порции нефтяного кокса, подаваемой на сито, следует проводить до видимого прекращения выделения мелочи, но не более 3 мин.

8.4.2.2 Допускается квартование при использовании ручного метода рассева. Для этой цели после отбора крупных кусков, последующего перемешивания и разравнивания слоя нефтяного кокса на противне, его делят крестовиной на четыре части и рассеву подвергают нефтяной кокс только из двух противоположных частей.

8.4.2.3 Просеянный нефтяной кокс с размером кусков менее 8 или 25 мм (в зависимости от марки нефтяного кокса) взвешивают с погрешностью не более 0,1 кг.

8.4.2.4 Если массовая доля общей влаги превышает 3 %, то нефтяной кокс подсушивают при комнатной температуре или в сушильном шкафу при температуре не выше 180 °С. Момент прекращения подсушивания определяют при визуально наблюдаемом разделении кусков нефтяного кокса различной величины. Пробу нефтяного кокса, подсушенную в сушильном шкафу, перед рассевом следует охладить в течение 30 мин на воздухе, а затем взвешивают. Массовую долю мелочи определяют на подсушенном коксе.

8.4.3 Обработка результатов

8.4.3.1 Массовую долю мелочи X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса мелочи, полученной после рассева, кг (при квартовании m_1 удваивается);

m — масса пробы нефтяного кокса, взятого для рассева (включая и отобранные вручную крупные куски), кг;

8.4.3.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, если расхождение между ними не превышает допускаемые в 8.4.4.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

8.4.4 Прецизионность метода

Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов испытаний в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и представлены в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2.

8.4.4.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 0,4 % при массовой доле мелочи до 4 % и 0,8 % — при массовой доле мелочи свыше 4 % только в одном случае из 20.

8.5 Определение действительной плотности

8.5.1 Аппаратура, средства измерения, посуда, реактивы и материалы

8.5.1.1 Печь камерная типа КС 400/10, электрическая с карбидокремниевыми или другими нагревателями, обеспечивающими нагрев до температуры (1300 ± 25) °С, оснащенная устройством измерения и контроля температуры.

Примечание — Допускается применять другие печи, обеспечивающие нагрев до температуры (1300 ± 25) °С не менее чем за 2 ч.

8.5.1.2 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

Примечание — Для подтверждения указанных характеристик весов и обеспечения процедуры взвешивания с погрешностью не более 0,0002 г может потребоваться проведение калибровки весов в условиях эксплуатации.

8.5.1.3 Пикнометры вместимостью 25 $см^3$ с горловиной диаметром 4 мм.

Примечание — Допускается при проведении испытания нефтяных коксов использовать автоматическую аппаратуру, обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

8.5.1.4 Термостат водяной с терморегулятором, поддерживающий температуру 20,0 °С, с погрешностью не более 0,1 °С.

Примечание — Допускается применять водяные бани с температурой (20,0 ± 0,1) °С.

8.5.1.5 Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 или аналогичный с ценой деления не более 0,1 °С.

8.5.1.6 Шкаф сушильный лабораторный.

8.5.1.7 Баня песчаная или водяная.

8.5.1.8 Сито с сеткой № 01 по ГОСТ 6613.

8.5.1.9 Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147 или агатовая, или механическая (большая модернизированная — СМБМ), или виброизмельчитель типа 75 ТДР.

8.5.1.10 Тигель фарфоровый высокий № 4 или № 5 с крышкой по ГОСТ 9147.

Примечание — Допускается применять тигли из корунда. Вместимость тиглей — не менее 50 $см^3$.

8.5.1.11 Воронка стеклянная или металлическая с оттянутым концом.

8.5.1.12 Пипетка 8—2—0,1 по ГОСТ 29227 или аналогичного типа.

8.5.1.13 Колба Кн-1—500—29/32 ТС или Кн-1—750—34/35 ТС по ГОСТ 25336.

8.5.1.14 Бумага фильтровальная.

8.5.1.15 Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299, марки А или по ГОСТ 18300.

8.5.1.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.5.2 Подготовка к проведению испытания

8.5.2.1 Прокаливание нефтяного кокса

Пробу нефтяного кокса с размером кусков от 0 до 3 мм, подготовленную по ГОСТ 16799, насыпают в фарфоровый тигель до верха и плотно закрывают крышкой. Помещают тигель в печь, нагревают печь до температуры (1300 ± 25) °С и прокаливают в течение 5 ч. Затем выключают печь и охлаждают до температуры от 200 °С до 250 °С. Удаляют с охлажденной пробы нефтяного кокса верхний слой высотой от 1,0 до 1,5 см. Оставшуюся часть нефтяного кокса размельчают ручным или механическим способом и просеивают через сито.

8.5.2.2 Определение водного числа пикнометра

Перед определением водного числа пикнометр тщательно промывают хромовой смесью, затем дистиллированной водой и высушивают.

Вымытый и высушенный пикнометр взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, заполняют свежепрокипяченной дистиллированной водой почти до метки на горлышке, закрывают притертой пробкой и помещают в термостат и выдерживают от 20 до 30 мин при температуре (20,0 ± 0,1) °С.

После выдерживания в термостате уровень воды в пикнометре доводят до метки, добавляя воду пипеткой из запасного пикнометра, выдержанного в термостате, или отбирая избыточную воду с помощью тонких жгутиков фильтровальной бумаги. Внутреннюю поверхность пикнометра над водой протирают фильтровальной бумагой.

Удаляют пикнометр из термостата, быстро вытирают, не касаясь пикнометра руками, и взвешивают.

Заполняют пикнометр несколько раз водой до получения постоянной массы.

Примечание — За доведение до постоянной массы принимают расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,001 г.

Водное число (объем пикнометра при установленной температуре) V, см^3, вычисляют по формуле

$$V = \frac{m_1 - m}{0{,}9982}, \quad (3)$$

где m_1 — масса пикнометра с водой, г;
m — масса пикнометра, г;
0,9982 — плотность воды при температуре 20 °С, г/см^3.

Примечание — Определение проводят не реже одного раза в квартал.

8.5.2.3 Определение плотности спирта

Плотность спирта определяют аналогично определению водного числа пикнометра. Перед определением спирт кипятят. Плотность спирта $\rho_{сп}$, г/см^3, вычисляют по формуле с точностью до четвертого десятичного знака

$$\rho_{сп} = \frac{m_2 - m}{V}, \quad (4)$$

где m_2 — масса пикнометра со спиртом, г;
m — масса пикнометра, г;
V — водное число, см^3.

Примечание — Определение проводят для каждой партии спирта.

8.5.3 Проведение испытания

8.5.3.1 Переносят навеску прокаленного и просеянного через сито нефтяного кокса массой от 2 до 3 г через воронку с оттянутым концом во взвешенный пикнометр и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

8.5.3.2 Наливают в пикнометр с нефтяным коксом на 1/3 объема спирт и кипятят на песчаной или водяной бане в течение 3 мин таким образом, чтобы не было выбросов спирта и нефтяного кокса. Одновременно кипятят на песчаной бане спирт в отдельной колбе. Затем охлаждают пикнометр на воздухе, добавляют из колбы спирт почти до метки, закрывают притертой пробкой, термостатируют при температуре (20,0 ± 0,1) °С от 20 до 30 мин; дальнейшие операции проводят аналогично определению водного числа пикнометра.

8.5.4 Обработка результатов испытания

8.5.4.1 Действительную плотность нефтяного кокса $\rho_к$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_к = \frac{m \cdot \rho_{сп}}{V \cdot \rho_{сп} - (m_1 - m_2)}, \quad (5)$$

где m — масса навески нефтяного кокса, г;
$\rho_{сп}$ — плотность спирта при температуре 20 °С, рассчитанная как среднее арифметическое значение двух—трех определений, г/см^3;
V — водное число пикнометра, см^3;
m_1 — масса пикнометра со спиртом и навеской нефтяного кокса, г;
m_2 — масса пикнометра с навеской нефтяного кокса, г.

8.5.4.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, округленное до второго десятичного знака.

8.5.5 Прецизионность метода

Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов испытаний в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и представлены в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2.

8.5.5.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение 0,01 г/см^3 только в одном случае из 20.

8.5.5.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение 0,03 г/см^3 только в одном случае из 20.

8.6 Определение истираемости

8.6.1 Аппаратура, средства измерений и материалы

8.6.1.1 Барабан металлический с внутренним диаметром (500,00 ± 0,80) мм, шириной ($210_{-0,29}$) мм, с дверцей для загрузки и выгрузки нефтяного кокса, имеющий 81 щелевое отверстие шириной (4,00 ± 0,15) мм, образованное металлическими трубками (стержнями), оснащенный электромотором, обеспечивающим частоту вращения барабана (0,366 ± 0,016) с$^{-1}$.

При эксплуатации барабана контролируемым параметром является ширина щели. При этом допускается ширина щели ($4,00^{+0,30}_{-0,15}$) мм, а также до 10 % щелей размером ($4,0^{+0,5}$) мм и до 10 % — ($4,0_{-0,5}$) мм.

Примечание — Допускается при проведении испытания нефтяных коксов использовать автоматическую аппаратуру, обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

8.6.1.2 Крестовина для сокращения и усреднения пробы.

8.6.1.3 Весы среднего класса (III) точности по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие проведение испытания по 8.6.2.

8.6.1.4 Противень из некорродируемого материала размером не менее 1×1 м.

8.6.1.5 Инвентарь вспомогательный: лопатки, совки, ведра и др.

8.6.2 Проведение испытания

Тщательно перемешивают пробу нефтяного кокса с размерами кусков от 50 до 100 мм, массой не менее 32 кг, доводят квартованием до массы приблизительно 16 кг, снова квартуют и каждую четвертую часть взвешивают с погрешностью не более 0,01 кг [при массовой доле общей влаги более 3 % пробу нефтяного кокса перед взвешиванием подсушивают при комнатной температуре не менее 4 ч или в сушильном шкафу при температуре (110 ± 10) °С в течение 60 мин]. Каждую пробу поочередно загружают в барабан, который вращают в течение 2 мин (44 оборота), выгружают из барабана и взвешивают с погрешностью не более 0,01 кг.

8.6.3 Обработка результатов испытания

8.6.3.1 Истираемость нефтяного кокса *И*, %, вычисляют по формуле

$$И = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100, \qquad (6)$$

где m — масса нефтяного кокса, загруженного в барабан, кг;

m_1 — масса нефтяного кокса после испытания, кг.

8.6.3.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение трех наиболее близких определений, если расхождение между ними не превышает допускаемые в 8.6.4.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

8.6.4 Прецизионность метода

Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов испытаний в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и представлены в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2.

8.6.4.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 10 % от среднего результата только в одном случае из 20.

8.7 Определение массовой доли кремния, ванадия и железа

8.7.1 Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

8.7.1.1 Фотоэлектроколориметр ФЭК-56Н или ФЭК-60, или типа КФК, КФО, или другие с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

Примечание — Допускается при проведении испытания нефтяных коксов использовать автоматическую аппаратуру, а также аппаратуру, отличную от указанной, с характеристиками не хуже установленных и обеспечивающую получение достоверных результатов определения.

8.7.1.2 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

Примечание — Для подтверждения указанных характеристик весов и обеспечения процедуры взвешивания с погрешностью не более 0,0002 г может потребоваться проведение калибровки весов в условиях эксплуатации.

8.7.1.3 Печь муфельная электрическая (далее — печь), обеспечивающая нагрев до температуры 1000 °С.

8.7.1.4 Плитка электрическая.

8.7.1.5 Фильтры беззольные «синяя лента».

8.7.1.6 Тигель платиновый № 7 (диаметр 32 мм, вместимость 25 $см^3$).

8.7.1.7 Щипцы с платиновыми наконечниками.

8.7.1.8 Колбы мерные исполнения 1 или 2 вместимостью 100; 200; 250; 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

8.7.1.9 Пипетки, бюретки по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29251:

- пипетки типа 4, 5 вместимостью 1; 2; 5; 10; 25 $см^3$;
- пипетка типа 2 вместимостью 50 $см^3$;
- бюретка типа 1 вместимостью 10 $см^3$.

8.7.1.10 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336:

- воронка В-56—80 ХС или В-75—80 ХС;
- колба Кн-1—250 или Кн-2—250;
- стакан В-1—100 ТС и В-1—250 ТС;
- эксикатор исполнения 2 с осушающим веществом и размерами, позволяющими разместить тигель.

8.7.1.11 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а., растворы концентрации с (1/2 H_2SO_4) = = 1 моль/$дм^3$ (1 н.) и с (1/2 H_2SO_4) = 9 моль/$дм^3$ (9 н.).

8.7.1.12 Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 1 %.

8.7.1.13 Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч. или ч. д. а., свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %, приготовленный по ГОСТ 4517.

8.7.1.14 Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

8.7.1.15 Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

8.7.1.16 Кремния двуокись, ос. ч.

8.7.1.17 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., разбавленная 1:1, раствор концентрации *с* (HCl) = 6 моль/$дм^3$ (6 н.).

8.7.1.18 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 5 %.

8.7.1.19 Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х. ч. или ч. д. а., разбавленная 1:2.

8.7.1.20 Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289, ч. д. а., раствор с массовой долей 10 %.

8.7.1.21 Ванадия пятиокись, х. ч.

8.7.1.22 Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 3 %.

8.7.1.23 Аммиак по ГОСТ 3760, ч. д. а., раствор с массовой долей 25 %.

8.7.1.24 Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, х. ч. или ч. д. а.

8.7.1.25 Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, ч. д. а., раствор с массовой долей 20 %.

8.7.1.26 Железо металлическое восстановленное, ч.

8.7.1.27 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.7.1.28 Кислород по ГОСТ 5583 технический, первый сорт.

8.7.1.29 Палочка стеклянная или платиновая.

8.7.2 Подготовка к проведению испытания

8.7.2.1 Тщательно перемешивают пробу нефтяного кокса массой не менее 100 г, отобранную и подготовленную по ГОСТ 16799 (фракция 0,25 мм), высыпают на лист бумаги. Берут навеску массой (5,00 ± 0,01) г на разной глубине из двух—трех мест, помещают в сухой чистый платиновый тигель и озоляют при температуре (850 ± 20) °С.

Примечания

1 Допускается для ускорения озоления пробы нефтяного кокса подавать в рабочее пространство муфельной печи кислород или воздух.

2 При массовой доле ванадия менее 0,01 % увеличивают массу навески до 10 г.

8.7.2.2 Определяют массовую долю элементов для двух навесок нефтяного кокса. После озоления удаляют тигель из печи, охлаждают при комнатной температуре на воздухе, добавляют к остатку 2 г безводного углекислого натрия, тщательно перемешивают платиновой или стеклянной палочкой и сверху засыпают еще 1 г углекислого натрия. Помещают тигель в печь с температурой (900 ± 25) °С и сплавляют содержимое от 10 до 15 мин до получения однородного плава. Затем вынимают тигель из печи и охлаждают при комнатной температуре на воздухе.

8.7.2.3 Помещают тигель с плавом в термостойкий стакан вместимостью 250 $см^3$ и добавляют от 70 до 80 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Закрывают стакан часовым стеклом и растворяют плав при нагревании на электрической плитке. При этом соли кремния и ванадия переходят в раствор, а в осадке остаются соли железа. Снимают стакан с плитки, вынимают тигель щипцами и тщательно промывают содержимое горячей дистиллированной водой, собирая промывную воду в стакан. Фильтруют содержимое стакана, промывают осадок на фильтре шесть—восемь раз горячим раствором углекислого натрия. Переносят фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают, доводят холодной дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор 1). Раствор 1 используют для определения массовой доли кремния и ванадия.

8.7.2.4 Помещают фильтр с осадком в тот же термостойкий стакан и добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1.

После растворения плава в воде на стенках платинового тигля образуется кольцеобразный налет коричневого цвета. Его смывают достаточным количеством раствора соляной кислоты 1:1 с помощью стеклянной палочки, обернутой кусочком беззольного фильтра, и переносят в стакан с осадком. Ополаскивают платиновый тигель два-три раза дистиллированной водой над стаканом с осадком. Если осадок плохо растворяется, то нагревают стакан на электрической плитке от 15 до 20 мин до осветления раствора.

После охлаждения фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, промывают фильтр два-три раза дистиллированной водой. Доводят объем фильтрата до метки дистиллированной водой (раствор 2). Раствор 2 используют для определения массовой доли железа.

8.7.3 Проведение испытания

8.7.3.1 Определение массовой доли кремния

Готовят эталонный раствор кремния для построения градуировочного графика. Смешивают в платиновом тигле навеску двуокиси кремния массой 0,0214 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, предварительно прокаленную в течение 2 ч при температуре 500 °С, 2 г безводного углекислого натрия, добавляют еще 1 г безводного углекислого натрия и сплавляют в печи при температуре (900 ± 25) °С до получения однородного плава.

Удаляют тигель из печи, охлаждают при комнатной температуре, помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют от 70 до 80 $см^3$ горячей дистиллированной воды и полностью растворяют плав при нагревании на электрической плитке. Вынимают тигель из стакана, ополаскивают горячей дистиллированной водой.

Переносят содержимое стакана в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, затем переливают в полиэтиленовый сосуд (емкость).

1 $см^3$ эталонного раствора содержит 0,01 мг кремния.

Добавляют в колбы вместимостью 100 $см^3$ с помощью пипеток 1; 2; 3; 4; 5; 7; 10 $см^3$ полученного раствора, омывают горлышко и стенки колб небольшим количеством дистиллированной воды, нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.), доводят дистиллированной водой до объема 20 $см^3$ и прибавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.). Затем в каждую колбу добавляют по каплям 10 $см^3$ свежеприготовленного раствора молибденовокислого аммония. Тщательно перемешивают раствор,

выдерживают 10 мин, а затем небольшими порциями прибавляют 25 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 9 моль/$дм^3$ (9 н.) и 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и еще раз тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр, работающий в области длин волн [(600 ± 10) — (700 ± 5)] нм, и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор также, как эталонный, но без навески двуокиси кремния. Для построения каждой точки графика вычисляют среднее значение оптической плотности трех определений.

Для построения графика на оси абсцисс откладывают значения концентрации растворов кремния в граммах на 100 $см^3$, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца или при замене хотя бы одного из реактивов.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ аликвотную часть исследуемого раствора 1 (подбирают таким образом, чтобы оптическая плотность была в пределах 0,1—0,7), нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.) и доводят дистиллированной водой до объема 20 $см^3$. Затем прибавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.), добавляют по каплям 10 $см^3$ свежеприготовленного раствора молибденовокислого аммония, тщательно перемешивают и выдерживают 10 мин. Добавляют небольшими порциями 25 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 9 моль/$дм^3$ (9 н.) и 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, доводят до метки дистиллированной водой, еще раз тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя красный светофильтр (длина волны 650—700 нм) и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор так же, как и исследуемый, с такой же аликвотной частью, но без золы анализируемого нефтяного кокса.

Определяют концентрацию исследуемого раствора по градуировочному графику.

8.7.3.2 Определение массовой доли ванадия

Готовят эталонный раствор ванадия для построения градуировочного графика. Помещают в термостойкий стакан 0,1785 г пятиокиси ванадия, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, предварительно прокаленной в течение 2 ч при температуре от 400 °С до 500 °С, добавляют 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и нагревают.

Затем охлаждают раствор, нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором соляной кислоты и добавляют небольшой избыток соляной кислоты до слабого пожелтения раствора. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 50 $см^3$ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

1 $см^3$ эталонного раствора содержит 0,05 мг ванадия.

Добавляют в колбы вместимостью 100 $см^3$ с помощью пипеток 1; 2; 3; 5; 7; 10 $см^3$ полученного раствора, доводят дистиллированной водой до объема от 40 до 45 $см^3$.

Затем в каждую из колб добавляют по 2 $см^3$ раствора ортофосфорной кислоты, тщательно перемешивают, добавляют по 1 $см^3$ раствора вольфрамово-кислого натрия, снова тщательно перемешивают, добавляют до метки дистиллированную воду и выдерживают 10 мин. Потом измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (длина волны 400—430 нм) и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор так же, как эталонный, но без навески пятиокиси ванадия. Для построения каждой точки графика вычисляют среднее значение оптической плотности трех определений.

Для построения графика на оси абсцисс откладывают значения концентрации растворов ванадия в граммах на 100 $см^3$, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца или при замене хотя бы одного из реактивов.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ аликвотную часть раствора 1 (подбирают таким образом, чтобы оптическая плотность была в пределах 0,1—0,7), добавляют две-три капли фенолфталеина, нейтрализуют раствором соляной кислоты до исчезновения малинового окрашивания и добавляют небольшой избыток соляной кислоты (две-три капли). Добавляют 2 $см^3$ раствора ортофосфорной кислоты, тщательно перемешивают, затем прибавляют 1 $см^3$ вольфрамовокислого натрия, снова тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

Примечание — При помутнении окрашенного раствора следует отделить основную массу кремниевой кислоты до измерения оптической плотности. Для этого повторно отбирают аликвотную часть раствора 1 в термостойкий стакан вместимостью 100 см^3, нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором соляной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Тщательно ополаскивают стакан и осадок на фильтре водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Затем добавляют пероксид водорода до исчезновения помутнения окрашенного раствора и определяют, как описано выше.

Измеряют через 10 мин оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (длина волны 400—430 нм) и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор так же, как исследуемый, с такой же аликвотной частью, но без золы анализируемого нефтяного кокса. Определяют концентрацию исследуемого раствора по градуировочному графику.

8.7.3.3 Определение массовой доли железа

Готовят эталонный раствор железа для построения градуировочного графика. Переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 навеску металлического (восстановленного) железа массой 0,05 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и растворяют в 25 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 при неоднократном нагревании, доводят каждый раз раствор до кипения, после чего снимают с плитки и охлаждают. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

1 см^3 эталонного раствора содержит 0,1 мг железа.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью пипеток добавляют 1; 2; 3; 5; 7 и 10 см^3 раствора, содержащего известные количества железа, и доводят дистиллированной водой до объема от 20 до 25 см^3.

Затем в каждую колбу добавляют по 1 г сернокислого аммония, 15 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, а затем прибавляют раствор аммиака до появления устойчивого желтого окрашивания и добавляют избыток раствора аммиака (1 см^3). Охлаждают раствор, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (длина волны 400—430 нм) и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор так же, как эталонный, но без навески железа. Для построения каждой точки графика вычисляют среднее значение оптической плотности трех определений.

Для построения графика на оси абсцисс откладывают значения концентрации растворов железа в граммах на 100 см^3, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца или при замене хотя бы одного из реактивов.

Переносят аликвотную часть раствора 2 (подбирают таким образом, чтобы оптическая плотность была в пределах 0,1—0,7) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 1 г сернокислого аммония, 15 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, а затем прибавляют аммиак до появления устойчивого желтого окрашивания и добавляют избыток аммиака (от 1 до 2 см^3). Охлаждают раствор, разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (длина волны 400—430 нм) и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, по отношению к контрольному раствору. Готовят контрольный раствор так же, как и исследуемый, с такой же аликвотной частью, но без золы анализируемого нефтяного кокса.

Определяют концентрацию исследуемого раствора по градуировочному графику.

8.7.4 Обработка результатов

8.7.4.1 Массовую долю кремния, ванадия, железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (7)$$

где m_1 — масса определяемого элемента по градуировочному графику, г;

V — объем раствора 1 или 2, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора 1 или 2, взятых для колориметрирования, см^3;

m — масса навески нефтяного кокса, г.

8.7.4.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемые в 8.7.5.

Результат испытания округляют до третьего десятичного знака для кремния и железа и до четвертного десятичного знака для ванадия

8.7.5 Прецизионность метода

Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов испытаний в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и представлены в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-2.

8.7.5.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, установленные в таблице 2, только в одном случае из 20.

Таблица 2 — Повторяемость

Определяемый элемент	Массовая доля элемента, %	Абсолютное расхождение, %
Кремний	От 0,010 до 0,100 включ.	0,005
	Св. 0,100 до 1,000	0,030
Ванадий	От 0,0010 до 0,0100 включ.	0,0008
	Св. 0,0100 до 0,1000	0,0010
Железо	Менее 0,010	0,002
	От 0,010 до 0,100 включ.	0,006
	Св. 0,100 до 1,000	0,020

9 Транспортирование и хранение

Транспортирование и хранение нефтяных коксов — по ГОСТ 1510.

10 Гарантии изготовителя

10.1 Изготовитель гарантирует соответствие нефтяных коксов положениям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования.

10.2 Срок хранения нефтяных коксов — пять лет со дня изготовления.

10.3 По истечении срока хранения решение о применении нефтяных коксов принимают по результатам испытания на соответствие настоящему стандарту.

Библиография

[1] Рекомендации ООН по перевозке опасных грузов. Типовые правила (ST/SG/AC.10/1/Rev.21)

УДК 665.7:620.193.47:006.354 МКС 75.080

Ключевые слова: коксы нефтяные малосернистые, технические условия

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 26.12.2025. Подписано в печать 23.01.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

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