ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 6257— 2015

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ. ПЕК ДЛЯ ЭЛЕКТРОДОВ

Отбор проб

ISO 6257:2002
Carbonaceous materials used in the production of aluminium— Pitch for electrodes — Sampling
(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 июня 2015 г. № 572-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 6257:2002 «Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб» (ISO 6257:2002 «Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Pitch for electrodes — Sampling»).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 47, Химия, подкомитет SC 7, оксид алюминия, криолит, фторид алюминия, фторид натрия, углеродные материалы для производства алюминия.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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

© Стандартинформ, 2015

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 Общие процедуры и меры предосторожности 2
5 Отбор проб твердого пека 3
6 Отбор проб мягкого пека 7
7 Отбор проб жидкого пека 8
8 Сокращение пробы 13
9 Контейнеры для проб 15
10 Протокол отбора проб 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 17
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ. ПЕК ДЛЯ ЭЛЕКТРОДОВ

Отбор проб

Carbonaceous materials used in the production of aluminium.
Pitch for electrodes. Sampling

Дата введения — 2016—07—01

Предупреждение — Применение настоящего стандарта связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех мер безопасности, связанных с его применением. Пользователи настоящего стандарта до начала его использования должны установить требования безопасности, предусмотренные соответствующими нормативными документами и утвержденные в установленном порядке.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пеки, используемые в электродных углеродных материалах для производства алюминия, и устанавливает методы отбора и подготовки проб.

Эти методы применимы к маркам пека в жидком и твердом виде, имеющего температуру размягчения более 30 °С (в соответствии с ИСО 5940). Методы отбора проб применимы к партиям пека без упаковки, упакованным или в транспортных средствах на объектах производства, хранения и поставки. Методы отбора проб применимы как к большим поставкам, так и нескольким партиям пека в жидком виде при погрузке и разгрузке судов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 3165 Отбор проб химических веществ промышленного назначения. Безопасность при пробоотборе (ISO 3165, Sampling of chemical products for industrial use — Safety in sampling)

ИСО 5940 Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Определение точки размягчения по методу кольца и шара (ISO 5940, Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of softening point by the ring-and-ball method)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **единица отбора пробы** (sampling unit): Определенное количество материалов, имеющих границу, которая может быть физической, например емкость, или гипотетической, например для определенного момента или интервала времени, указанного для случая потока материала.

Примечания

1 Единицы отбора пробы могут быть собраны вместе.

2 Во французском языке используют термин «individual», иногда используют синоним «unité d'échantillonnage». В английском языке на практике в качестве синонима «sampling unit» иногда используют термины «individual» и «item» (см. стандарт [1]).

Издание официальное

3.2 **проба** (sample): Количество материала, представительное по отношению к более крупной массе, качество которого планируется определить (см. стандарт [1]).

3.3 **репрезентативная проба** (representative sample): Проба, предположительно имеющая такое же распределение состава и свойств, что и материал, от которого берут пробу (см. стандарт [1]).

3.4 **план отбора проб** (sampling plan): Запланированная процедура выбора, отбора и обработки одной или нескольких проб, взятых из партии продукции (см. 3.6) с целью получения информации об одной или нескольких характеристиках материала, позволяющей сделать заключение о данной партии продукции (см. 3.10).

Примечание — При разработке плана отбора проб необходимо определить приемлемый уровень погрешности отбора проб, от которого зависит количество отбираемых проб (см. стандарт [1]).

3.5 **поставка** (consignment): Количество продукции, подтвержденное поставщиком и покупателем на определенный период времени или определенный объем по согласованной документации (см. стандарт [1]).

3.6 **партия** (lot): Определенное количество материала, качество которого планируется определить в соответствии с планом отбора проб.

Примечание — Партия может состоять из материала нескольких стандартных партий (см. стандарт [1]).

3.7 **стандартная партия** (batch): Определенное количество материала, которое может состоять из одной или нескольких групп, изготовленных в идентичных условиях (см. стандарт [1]).

3.8 **объединенная проба** (bulk sample): Группа соединенных друг с другом точечных проб, не сохраняющих свою индивидуальность (см. стандарт [1]).

3.9 **точечная проба** (incremental sample): Часть материала, отобранная однократным движением устройства для отбора проб (см. стандарт [1]).

Примечание — Точечная проба может сохранять или не сохранять свою индивидуальность в зависимости от инструкций по отбору проб.

3.10 **окончательная проба** (final sample): Проба, приготовленная в соответствии с планом отбора проб с целью разделения на одинаковые порции как проба для измерений, контрольная проба, проба для потребителя (см. стандарт [1]).

3.11 **лабораторная проба** (laboratory sample): Проба, приготовленная для передачи в лабораторию и предназначенная для измерений (см. стандарт [1]).

3.12 **контрольная проба** (reference sample): Проба, приготовленная одновременно с лабораторной и идентичная ей, принятая участвующими в договоре сторонами и предназначенная для возможного последующего испытания в качестве лабораторной пробы в случае разногласий (см. стандарт [1]).

3.13 **местная проба** (spot sample): Часть материала, отобранная из указанного места или в указанное время в потоке материала и являющаяся отдельным представителем единицы отбора пробы.

Примечание — В английском языке термин «snap sample» используют как синоним «spot sample» (см. стандарт [1]).

4 Общие процедуры и меры предосторожности

4.1 Методы отбора проб

Для отбора проб могут быть использованы автоматические, механические и ручные пробоотборники. Подробности о применяемых методах описывают в протоколе отбора проб (в соответствии с разделом 10).

4.2 Условия отбора проб пека

Отбор проб проводят в условиях, исключающих загрязнение пробы.

Используют сухие аппараты, контейнеры для проб и дополнительное оборудование.

Используют чистые аппараты, контейнеры для проб, дополнительное оборудование; руки, перчатки и защитная одежда у пробоотборщиков также должны быть чистыми.

Пек на воздухе подвергается медленному окислению с поверхности. Мелкоизмельченные пеки, имея большие площади на единицу массы, могут разогреться до значительных температур в течение короткого времени. Рекомендуется мелкоизмельченные контрольные образцы готовить для хранения путем плавления и повторного затвердения следующим образом:

a) достаточное количество сухой пробы в подходящей емкости со свободно закрывающейся крышкой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры на 50 °С выше температуры размягчения. Выдерживают при этой температуре в течение 2 ч. После расплавления внешняя поверхность расплава должна быть гладкой и блестящей;

b) если поверхность расплава покрыта пеной, то в пробе пека присутствует вода. Эту часть пробы пека отставляют. Оставшуюся часть пробы высушивают в эксикаторе в присутствии подходящего осушителя в течение 2 ч и расплавляют;

c) аккуратно, без турбулентности, избегая попадания пузырьков воздуха, заливают расплавленный пек в герметичный металлический контейнер и опечатывают его;

d) пробы с образующейся в процессе плавки пеной хранят в закрытом герметичном контейнере для определения содержания воды. При этом указывают наличие пены в протоколе отбора проб.

Если контейнер негерметичный, самопроизвольно открывается, его не используют до устранения этих неисправностей.

4.3 Отбор проб твердого пека для определения содержания воды

Отбор местных проб твердого пека для определения содержания воды проводят в конкретных обстоятельствах (конвейерные ленты, различные виды вагонов, судов и др.) в ходе погрузки или выгрузки партии.

Пробы помещают в герметичные контейнеры и своевременно используют, избегая потерь влаги.

4.4 Масса лабораторных и контрольных проб

Масса лабораторных и контрольных проб должна быть не менее трехкратной массы, необходимой для анализов, и не менее 1 кг, если не оговорено иное в соответствии с установленной процедурой. Рекомендуемая минимальная масса пробы — 2 кг. Массу пробы указывают в протоколе отбора проб (в соответствии с разделом 10).

4.5 Меры предосторожности

Требования по безопасности при отборе проб приведены в ИСО 3165.

Обращают особое внимание на следующие положения:

- при отборе проб горячего пека пробоотборником из больших емкостей, таких как морские суда, автомобильные и железнодорожные цистерны, выполняют требования безопасности, установленные для этой территории и этих видов транспортных средств, включающие средства защиты и рекомендации по безопасной работе;
- избегают вдыхания паров и пыли пека;
- не проводят отбор проб из судов, автомобильного или железнодорожного транспорта во время их движения.

4.6 Сомнительная поставка

Поставку считают сомнительной, если:

a) контейнер с пробой поврежден или неисправен;

b) есть сомнения относительно характера содержания контейнера, например из-за наличия старой этикетки или неправильной маркировки;

c) существуют доказательства неоднородности материала;

d) существуют очевидные и необычные изменения, наблюдаемые в поставке.

Такие пробы оформляют соответствующим образом и не рассматривают как приемлемые без согласования между заинтересованными сторонами.

Примечание — Пек относится к переохлажденным жидкостям, при охлаждении он легче дробится, облегчается чистка устройств.

Любые действия с твердым пеком (например, измельчение) приводят к выделению тепла и его слеживанию.

Снижение степени размягченности пека достигается при низких температурах.

5 Отбор проб твердого пека

5.1 Общие требования

Минимальная масса репрезентативной пробы, которую составляют из общего количества точечных проб (см. 4.4), приведена в таблице 1, для случая больших объемов — см. 5.2.

Таблица 1 — Минимальная масса репрезентативной пробы

Масса материала, т	Масса репрезентативной пробы, кг
От 1 до 10	10
От 10 до 50	15
От 50 до 100	20

Каждая точечная проба должна быть массой от 1 до 2 кг, если не оговорено иное в соответствии с установленной процедурой. Если материал пробы неоднороден, массу пробы увеличивают.

Особые требования применяют в случаях небольших (менее 1 т) или очень больших (более 1000 т) объемов материала.

Если количество материала составляет более 1 и менее 10 т, то масса репрезентативной пробы должна быть не менее 10 кг, что позволяет учесть неоднородность материала (см. таблицу 1).

Масса каждой точечной пробы, взятой из партии до 100 т, должна быть в пределах от 0,5 до 1 кг, но в 20 раз больше массы крупных частиц.

В случае больших объемов материала без упаковки должно быть отобрано несколько проб по 10 кг. Процедура, указанная в 5.2.2, должна быть использована для определения количества точечных проб для формирования репрезентативной пробы.

5.2 План отбора проб от большого количества твердого пека

5.2.1 Отбор проб от большого количества упаковок твердого пека

Минимальное число единиц упаковки для отбора проб приведено в таблице 2.

Таблица 2 — Минимальное число единиц упаковки для отбора проб

Число единиц упаковки в партии	Минимальное число единиц упаковки для отбора проб
От 1 до 10 включ.	Все упаковки
От 11 до 49 включ.	11
От 50 до 64 включ.	12
От 65 до 81 включ.	13
От 82 до 101 включ.	14
От 102 до 125 включ.	15
От 126 до 151 включ.	16
От 152 до 181 включ.	17
От 182 до 216 включ.	18
От 217 до 254 включ.	19
От 255 до 296 включ.	20
От 297 до 343 включ.	21
От 344 до 394 включ.	22
От 395 до 450 включ.	23
От 451 до 512 включ.	24

5.2.2 Отбор проб от большого количества твердого пека без упаковки

На рисунке 1 показано количество проб по 10 кг, составленных из точечных проб, необходимое для представления партии или поставки.

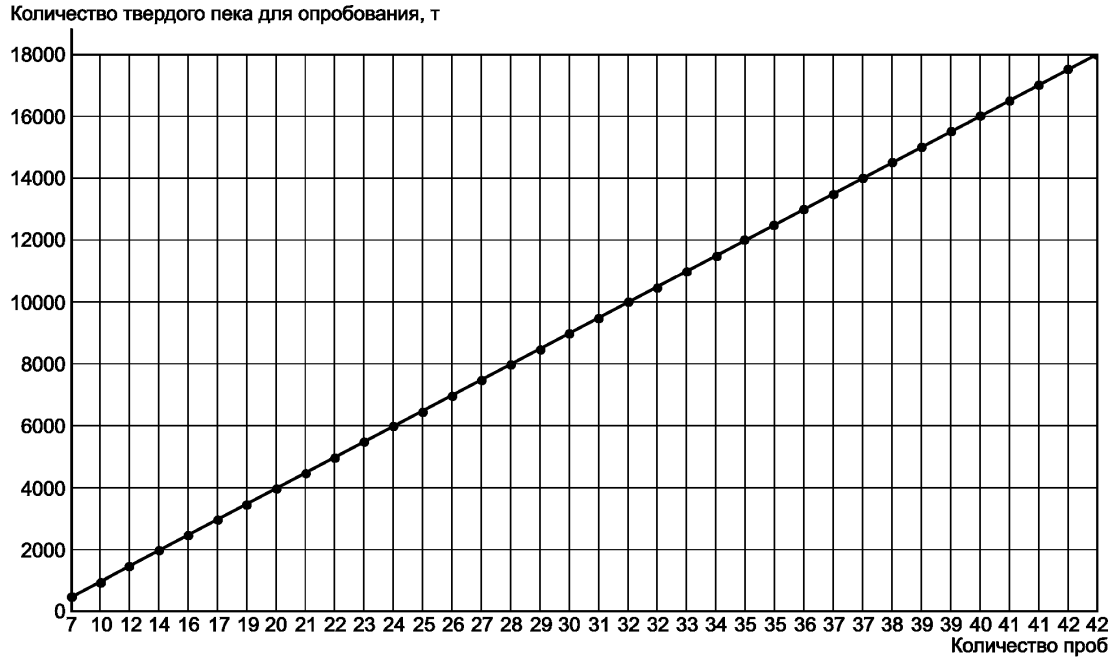


Рисунок 1 — Количество проб твердого пека в зависимости от количества пека, качество которого определяют

5.3 Процедура отбора проб твердого пека

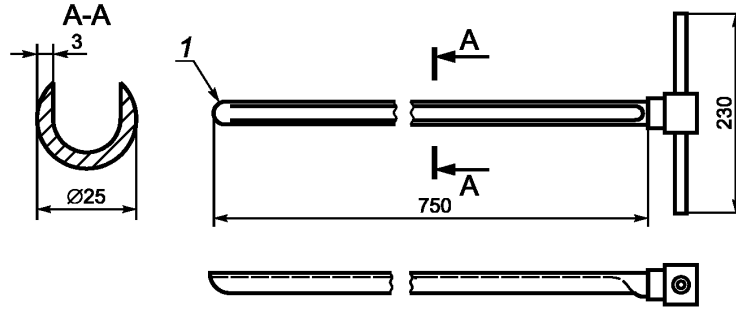
5.3.1 Пек в крупных кусках, плитах и аналогичных формированиях

5.3.1.1 Общие требования

Для материала в крупных кусках характерна нестабильность состава.

Особое внимание обращают на наличие крупных кусков при формировании репрезентативной пробы. Для материалов с большими размерами кусков или большим диапазоном размеров используют увеличенные пробы (см. рисунок 1).

Для отбора точечных проб может быть использован совок подходящего размера, шириной не менее шестикратного диаметра крупных частиц. В качестве инструментов для отбора проб используют пробоотборники открытого и закрытого типов, представленные на рисунках 2 и 3.



1 — острая кромка

Рисунок 2 — Пробоотборник открытого типа — типичные размеры

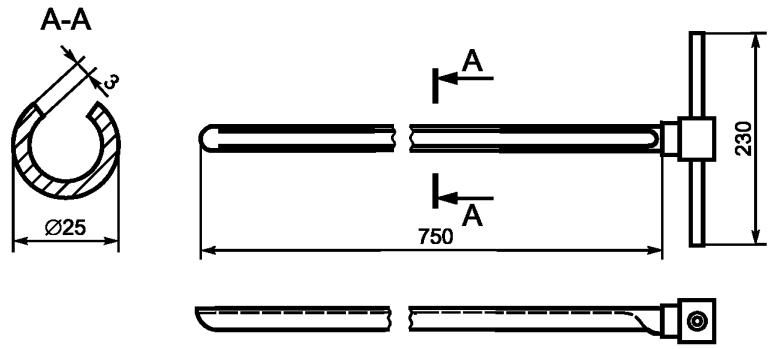


Рисунок 3 — Пробоотборник закрытого типа — типичные размеры

После объединения точечных проб дробят крупные куски (комки) пека, для чего может быть использован молоток, представленный на рисунке 4.

Подготовку лабораторной пробы из окончательной пробы после ее разделения (см. 8.2.1) проводят методом конусообразования и квартования (см. 8.2.2).

5.3.1.2 Отбор проб от небольших упаковок

Высыпают содержимое упаковочной единицы на чистую поверхность и отбирают пробы с приблизительно идентичным основной массе пека распределением частиц по размеру.

Примечание — Мелкие частицы остаются вблизи центра кучи, крупные частицы распространяются от центра и становятся более доступными.

5.3.1.3 Отбор проб из автодорожных или железнодорожных транспортных средств

Выборочно из различных мест транспортного средства отбирают пробы с приблизительно идентичным основной массе пека распределением частиц по размеру.

Примечание — Вибрация в ходе транспортирования способствует перемещению крупных частиц к поверхности.

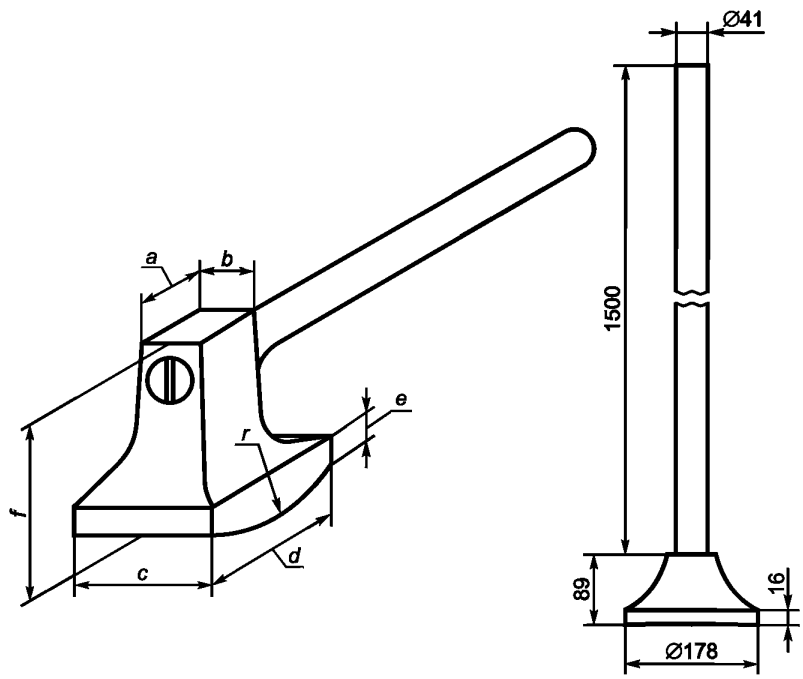


Рисунок 4 — Типичный молоток для дробления крупных частиц (кусков)

5.3.1.4 Отбор проб от оптовых запасов или насыпи

Не рекомендуется проводить отбор проб от больших объемов насыпи (более 1000 т).

Рекомендуется проводить отбор проб в ходе загрузки или разгрузки запасов.

Примечание — Копание в больших объемах насыпи может вызвать значительное разрушение (измельчение) кусков пека.

5.3.1.5 Отбор проб из судов

Если при погрузке пек распределяется слоями, проводят отбор проб от каждого слоя, образующегося во время погрузки или выгрузки, через определенные промежутки времени.

5.3.2 Отбор проб мелкого и гранулированного пека (в том числе чешуйчатого и аналогично формуемого пека)

5.3.2.1 Отбор проб

Мелкий пек, как правило, проходит через 2 мм сито. Отбор проб проводят пробоотборниками (см. рисунки 2 и 3) следующим образом:

- помещают пробоотборник в материал двумя-тремя приемами, осторожно извлекают, чтобы сохранить отобранный материал, и высыпают содержимое в контейнер для пробы;
- готовят лабораторную пробу из окончательной пробы путем деления (см. 8.2.1) методом конусообразования и квартования (см. 8.2.2).

5.3.2.2 Отбор проб от оптовых запасов или насыпи

Разравнивают насыпь насколько это возможно и проводят отбор проб пробоотборником в запланированных точках для получения репрезентативной пробы. Не рекомендуется проводить отбор проб от больших объемов насыпи. Рекомендуется проводить отбор проб в ходе загрузки или разгрузки запасов.

5.3.2.3 Отбор проб из мягких контейнеров и мешков

Отбор проб из мягких контейнеров и мешков проводят пробоотборником в точках, где контейнер можно будет легко отремонтировать, например в углу или в районе верхнего шва. Размер пробоотборника должен соответствовать размерам частиц пека. Диаметр пробоотборника должен быть в три-четыре раза больше размера крупных частиц.

Осторожно извлекают пробоотборник, сохраняя отобранный материал, и высыпают содержимое в контейнер для пробы.

5.3.2.4 Отбор проб из бочек и кег

Если крышка сверху не может быть открыта, просверливают в ней отверстия, через которые может быть вставлен пробоотборник. Рекомендуется отбор одной порции проводить при перемещении пробоотборника сверху вниз, а другой — из стороны в сторону, затем объединяют эти две порции. Осторожно извлекают пробоотборник, сохраняя отобранный материал, и высыпают содержимое в контейнер для пробы. Сразу же после отбора проб отверстия запечатывают деревянными колышками.

Однако эта практика не рекомендуется из-за риска загрязнения пека и условий работы персонала.

5.3.3 Отбор проб из бочек с затвердевшим пеком

Если емкость была заполнена расплавленным пеком, который затем затвердел, и невозможно плавление материала для отбора проб, снимают верхнюю крышку и просверливают два отверстия. Из образующихся при бурении частиц пека собирают пробу.

6 Отбор проб мягкого пека

Для мягких пеков нельзя обеспечить удовлетворительное смешивание при температурах окружающего воздуха. В этом случае отбор проб проводят одним из следующих методов:

a) расплавляют пек и проводят отбор пробы (см. 8.3);

b) если плавление в конкретных условиях является практически неосуществимым, отбор пробы проводят с помощью бура, представленного на рисунке 5, или любых других подходящих средств. Из каждой точки отбора проб берут приблизительно 1 кг материала. Расплавляют объединенные пробы в подходящей емкости. Метод по перечислению a) является предпочтительным.



Рисунок 5 — Типичный образец бура

7 Отбор проб жидкого пека

7.1 Общие требования

Предупреждение — Пеки, используемые в качестве связующего в алюминиевой промышленности, как правило, хранят при температуре свыше 150 °С. Пробоотборщик должен быть в защитной одежде, защитных очках и термостойких перчатках, предусмотренных соответствующими нормативными документами, утвержденными в установленном порядке (см. 4.5).

Масса точечной пробы должна быть от 1 до 2 кг. Для отбора проб используют один из методов, описанных в 7.3.

Пробы сразу помещают в чистые, сухие, маркированные герметичные контейнеры, чтобы минимизировать потери летучих материалов и риск загрязнения от внешних источников (см. 4.2).

7.2 План отбора проб для большого количества жидкого пека

План отбора проб для жидкого пека приведен на рисунке 6 и в таблице 3.

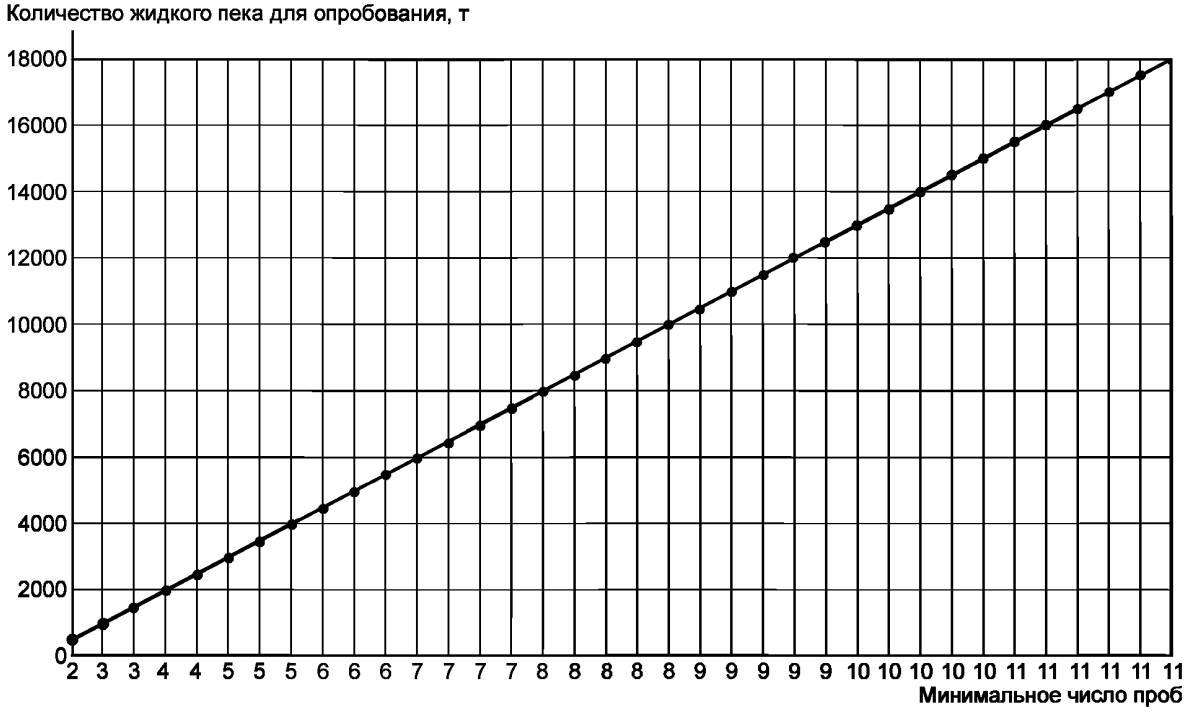


Рисунок 6 — Количество проб жидкого пека в зависимости от количества пека, качество которого определяют

Таблица 3 — Минимальное число точечных проб в зависимости от количества пека, качество которого определяют

Количество жидкого пека для опробования, т	Минимальное число проб весом не менее 1 кг
До 500 включ.	2
От 501 до 1500 включ.	3
От 1501 до 2500 включ.	4
От 2501 до 4000 включ.	5
От 4001 до 5500 включ.	6
От 5501до 7500 включ.	7
От 7501 до 9500 включ.	8

Приведенные данные носят рекомендательный характер.

Рекомендации в соответствии с рисунком 6 имеют приоритет по отношению к таблице 3. Фактический план описывают в протоколе отбора проб (в соответствии с разделом 10).

Число проб определяют, исходя из количества пека в тоннах.

Отбор проб из потока при погрузке или выгрузке транспортных средств проводят через равномерные интервалы по тоннажу или времени.

7.3 Отбор проб пека из наливных хранилищ и цистерн на месте производства или отправки и у потребителя

7.3.1 Отбор проб из вертикальных хранилищ без перемешивания пека

7.3.1.1 Общие требования

Процедуры, описанные в 7.3.1.2—7.3.1.5, применяют для резервуаров для хранения от 500 до 5000 т пека.

Пробы отбирают с использованием подходящего метода по 7.3.1.2—7.3.1.5.

Пробы отбирают из верхнего, среднего и нижнего уровней хранилищ:

- от верхней трети хранилища, но не менее 0,6 м ниже поверхности пека;
- с середины хранилища;
- от нижней трети хранилища, но не менее 0,6 м над дном во избежание попадания твердых отложений.

Процедуры дальнейшей подготовки проб приведены в 7.7.

7.3.1.2 Проточный метод отбора проб

Пробы отбирают из верхнего, среднего и нижнего уровней хранилищ, как описано в 7.3.1.1, и в соответствии с планом отбора проб для жидкого пека.

Подходящий прибор для отбора проб проточным методом приведен на рисунке 7.

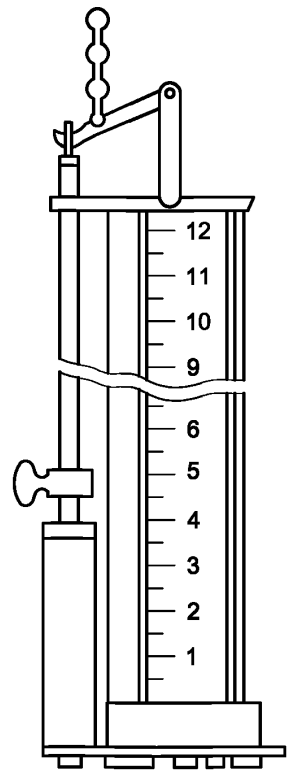


Рисунок 7 — Пробоотборник проточного типа (желонка)

Он может быть использован для повторного отбора проб, потому что его конструкция предусматривает самоочищение, обеспечиваемое прохождением материала через трубчатую часть пробоотборника, который открыт с обоих концов.

Осторожно опускают пробоотборник с открытым нижним клапаном в хранилище (верхняя часть также не закрыта). Рекомендуется поднятие и опускание пробоотборника четыре-пять раз на глубину отбора проб от 1 до 1,5 м. Когда пробоотборник опустится на нужную глубину, соответствующей регулировкой закрывают нижнюю задвижку. Извлекают пробоотборник из хранилища и помещают содержимое в контейнер для пробы.

7.3.1.3 Метод отбора проб пробоотборником с утяжеленной приемной камерой

Пробы отбирают из верхнего, среднего и нижнего уровней хранилищ, как описано в 7.3.1.1, и в соответствии с планом отбора проб для жидкого пека.

Схема пробоотборника с утяжеленной приемной камерой приведена на рисунке 8.

Опускают пробоотборник в хранилище на требуемую глубину, выдерживают 1—2 мин для достижения температурного равновесия и соответствующей регулировкой извлекают пробку, после чего пек заполняет приемную камеру. Затем пробоотборник извлекают из хранилища. Для удаления пека с более высоких уровней после извлечения пробоотборника сливают пек из верхней четверти камеры (см. **Предупреждение** в 7.1). Оставшееся содержимое помещают в контейнер для пробы.

Объединяют точечные пробы и составляют репрезентативную пробу (см. 7.7).

7.3.1.4 Метод одноразового контейнера-пробоотборника

Отбирают пробы из верхнего, среднего и нижнего уровней хранилищ, как описано в 7.3.1.1 и в соответствии с планом отбора проб для жидкого пека.

Вид одноразового контейнера-пробоотборника приведен на рисунке 9.

Контейнер с держателем опускают в хранилище на требуемую глубину. Пробка закрыта. После достижения требуемой глубины соответствующей регулировкой извлекают пробку, после чего пек заполняет контейнер. На полное наполнение указывает прекращение выделения пузырьков воздуха на поверхности жидкого пека. Отличительной чертой является использование чистого контейнера для каждой точечной пробы. Содержимое извлеченного из хранилища контейнера помещают в контейнер для пробы, маркированный соответствующим образом.

7.3.1.5 Метод отбора проб с использованием кранов

Пробоотборник в виде встроенного трубопровода с двойным краном обеспечивает менее опасный и легкий отбор проб. Предпочтительно вертикальное расположение кранов на расстоянии 1 м друг от друга.

Примеры использования кранов представлены на рисунках 10 и 11.

Устройство с двумя кранами (рисунок 10) является предпочтительным. Первую пробу из кранов не используют, в связи с чем общее время отбора проб несколько увеличивается.

7.3.2 Отбор проб из хранилищ с перемешиванием пека

Перемешивание пека проводят, как правило, с помощью различных манипуляторов типа шнеков или лопастей сверху или сбоку. Перекачивание пека также обеспечивает рециркуляцию всего поступившего пека.

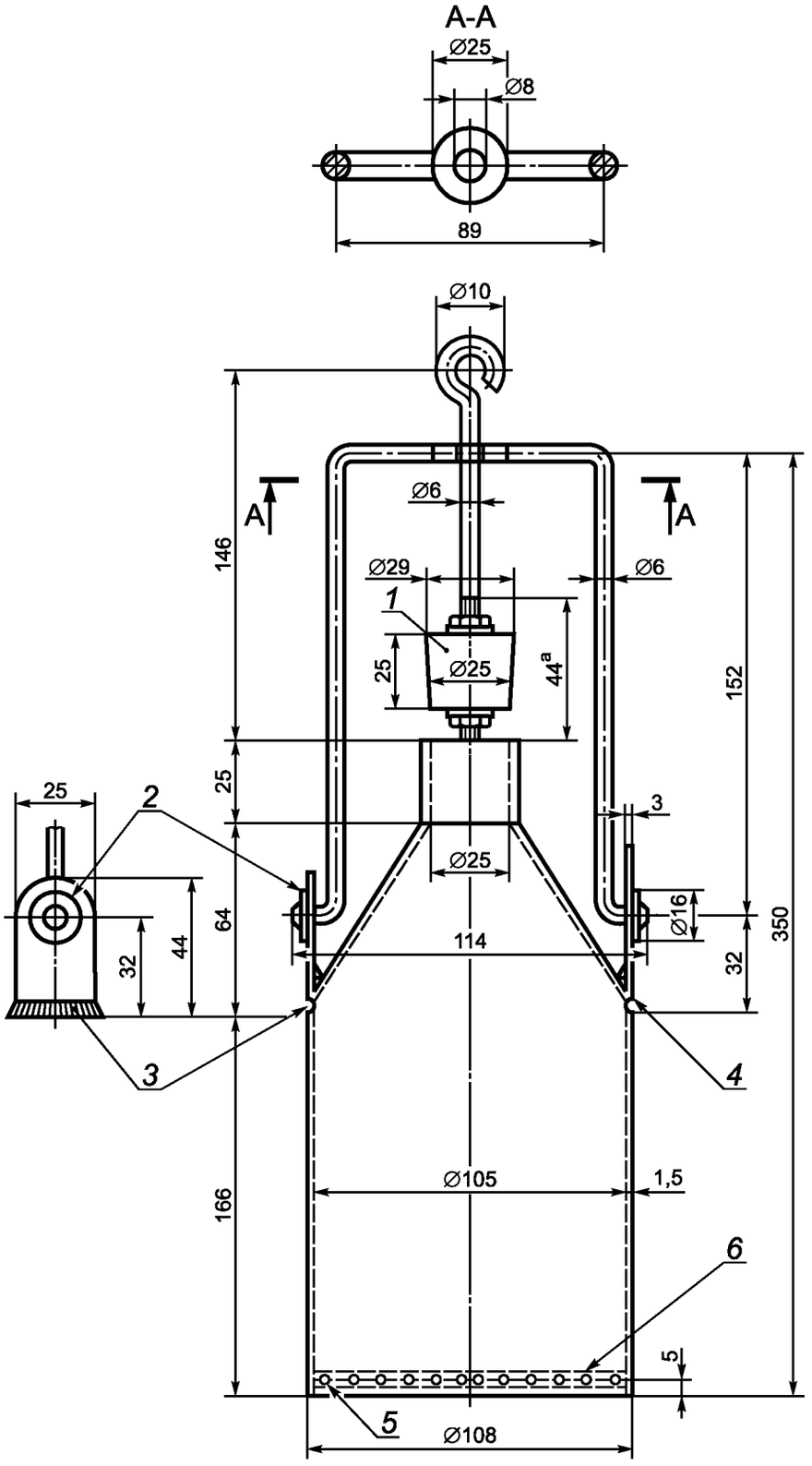
Если механическое перемешивание или рециркуляция является эффективной, что можно выявить, исходя из предварительных наблюдений, путем отбора проб и выявления их однородности, приступают к отбору проб любым из способов, описанных в 7.3.1.2—7.3.1.5, и в соответствии с 7.2.

Отбор проб проводят из крана для отбора проб или аналогичного устройства, подключенного непосредственно к хранилищу или включенного в систему циркуляции перекачиваемого пека. Рисунок 10 иллюстрирует наиболее подходящий вариант отбора проб.

Определяют количество и массу отдельных проб и массу окончательной пробы в соответствии с 7.2, рисунком 6 или таблицей 3. Детали отбора проб описывают в протоколе отбора проб (см. раздел 10).

Предварительно перед отбором проб двукратную массу пробы или примерно 3 л пека (объем пека в камере между верхним и нижним кранами) выбрасывают с учетом установленных мер безопасности.

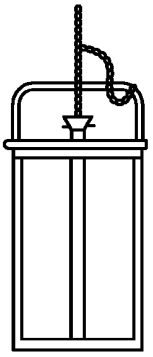
Съемные приспособления для отбора проб не рекомендуются из соображений безопасности и оперативности.



[a] С резьбой.

1 — пробка для горловины приемной камеры; *2* — сварные шайбы; *3* — сварные петли; *4* — нижний край петли; *5* — внутреннее кольцо с углублениями для свинцового груза; *6* — свинцовый груз массой 2,5 кг

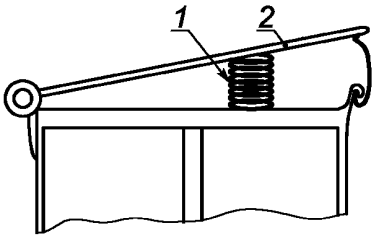
Рисунок 8 — Пробоотборник с утяжеленной приемной камерой



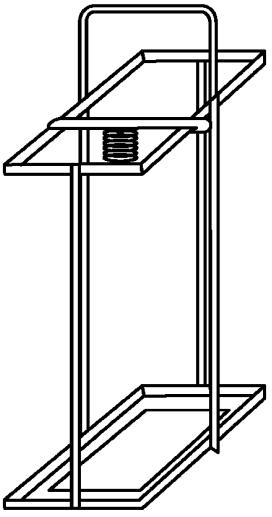
a – Контейнер с держателем



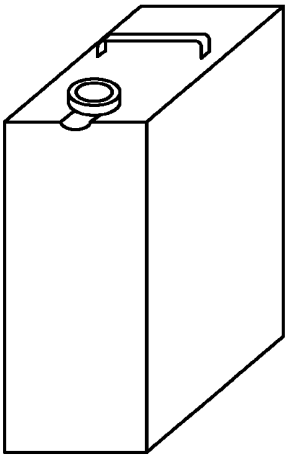
b – Пробка



c – Фиксирующие элементы



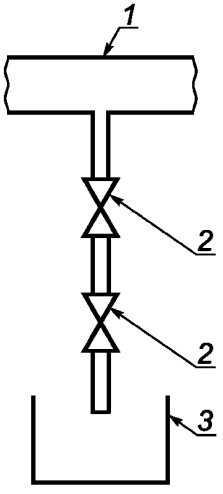
d – Держатель



e – Контейнер

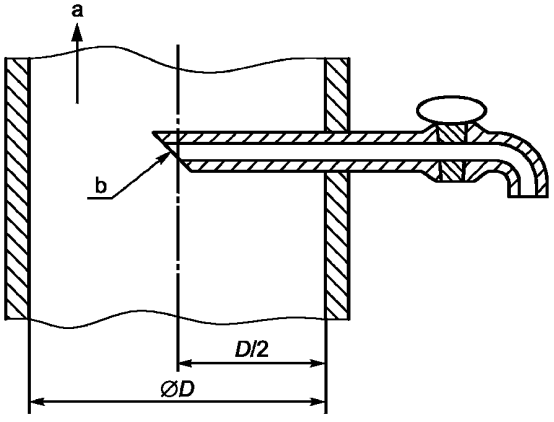
1 — стопорная пружина; *2* — защелка

Рисунок 9 — Одноразовый контейнер-пробоотборник



1 — уровень пека; *2* — краны; *3* — контейнер

Рисунок 10 — Пробоотборник в виде трубопровода с двойным краном



[a] Направление потока.

[b] Конец трубы, скошенный на 45° относительно потока пека.

Рисунок 11 — Пробоотборник в виде крана для резервуаров или трубопроводов

7.4 Отбор проб из трубопроводов при погрузке или разгрузке судов, барж, автоцистерн и железнодорожных транспортных средств

Отбор проб из трубопроводов при погрузке судов и барж проводят при наличии кранов, включенных в систему циркуляции пека. Варианты пробоотборников для трубопровода приведены на рисунках 10 и 11. Предпочтительный вариант с точки зрения безопасности и надежности приведен на рисунке 10.

7.5 Отбор проб из судов

Отбор проб из судов проводят с использованием методов, описанных в 7.3.1. Если оснащение резервуаров судов позволяет, то используют методы по 7.3.2. Во время разгрузки используют методы по 7.3 и 7.4.

Если суда имеют несколько отсеков с пеком, их содержимое может рассматриваться индивидуально, в группах, в виде партии или поставки в соответствии с условиями договора между поставщиком и покупателем. Число проб определяют по 7.2. Все эти моменты описывают в протоколе отбора проб (см. раздел 10).

7.6 Отбор проб из автоцистерн и железнодорожных транспортных средств

Отбор проб из автоцистерн и железнодорожных транспортных средств проводят с использованием методов, описанных в 7.3.1.

При наличии системы стационарного пробоотборника отбор проб проводят с использованием пробозаборного усройства.

Не рекомендуется проводить отбор проб при сливе, так как пек в конце выгрузки может быть не типичным для партии в целом.

7.7 Подготовка проб

Объединяют точечные пробы, отобранные из транспортных средств, чтобы представить часть груза, партию или поставку в соответствии с условиями договора между покупателем и поставщиком.

Проводят смешивание проб жидкого пека при составлении объединенной пробы при температуре на 100 °С выше температуры размягчения (по методу кольца и шара по ИСО 5940). Пробы тщательно перемешивают механическим или ручным способом.

В качестве альтернативы при составлении объединенной пробы используют предварительно застывшие (затвердевшие) точечные пробы жидкого пека.

Дробят крупные частицы пека с использованием молотка (см. рисунок 4) или других подходящих средств. Объединяют точечные пробы. Готовят лабораторную пробу из окончательной пробы путем ее деления (см. 8.2.1) методом конусообразования и квартования (см. 8.2.2).

Если проба хранится в течение длительного периода и имеется риск окисления пека с поверхности, частицы пека должны быть более 2 мм.

8 Сокращение пробы

8.1 Общие сведения

Для лабораторной пробы требуется только часть окончательной пробы. Используют механический метод деления пробы и метод конусообразования и квартования. Методы сокращения массы пробы приведены в 8.2.1, 8.2.2 и 8.3.

8.2 Твердый пек

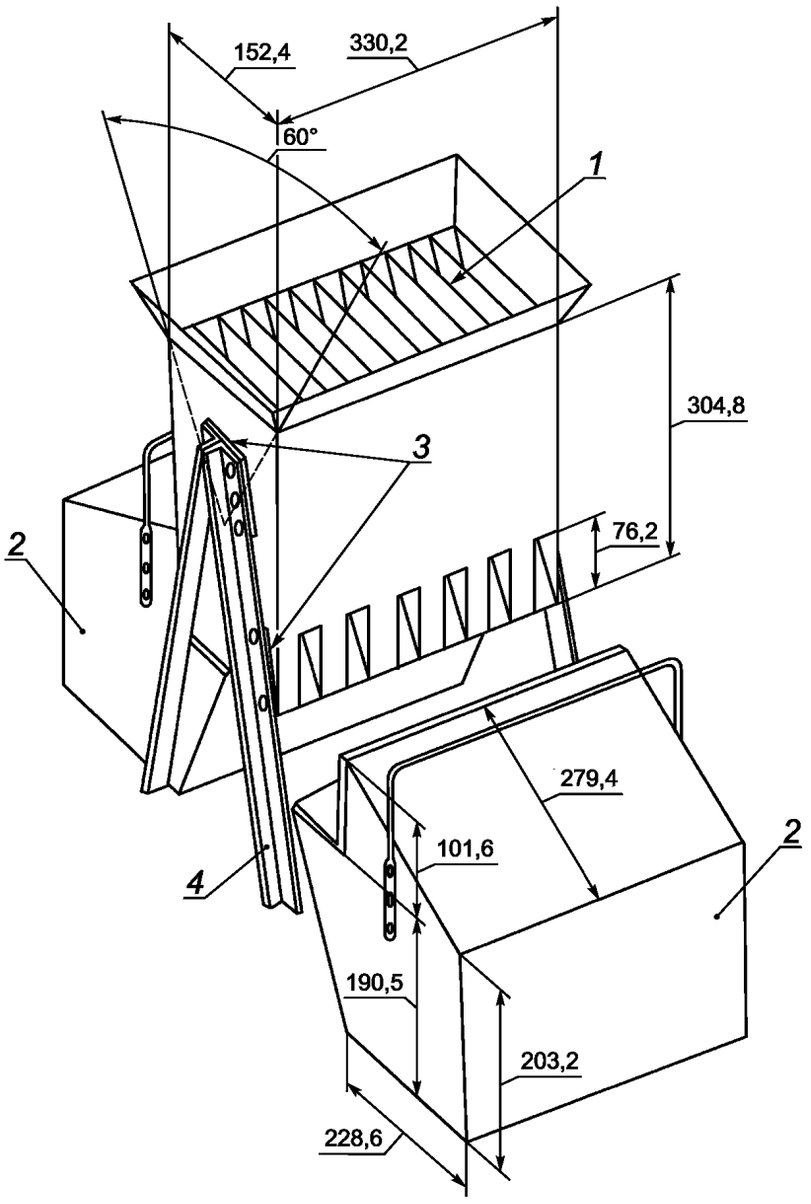
8.2.1 Механический метод деления

Сокращение окончательной пробы проводят с помощью механического делителя, представленного на рисунке 12.

Высыпают окончательную пробу в делитель, представляющий собой ящик с желобами, направленными через один в противоположные стороны, ссыпаясь по которым проба делится на два приемника. Содержимое одного из приемников отставляют, содержимое другого — снова высыпают в делитель. Процедуру повторяют до получения пробы необходимой массы.

8.2.2 Метод конусообразования и квартования

Сокращение окончательной пробы проводят методом конусообразования и квартования, изображенного на рисунке 13.



1 — двенадцать желобов размером (25,4 мм); *2* — приемник; *3* — прокладки на кронштейнах (12,7 мм) для обеспечения просвета для контейнера; *4* — угловые кронштейны размером (25,4 мм)

Рисунок 12 — Типичный делитель для получения проб с размером частиц примерно 5 мм



Рисунок 13 — Метод конусообразования и квартования

Пробу помещают на чистую, непроницаемую поверхность. Затем, забирая ее равномерно по периметру совком или лопатой, ссыпают в одну точку, принятую за центр образования конуса, и формуют конус по возможности с равномерным распределением материала. Откатывающиеся в сторону куски снова возвращают в конус. Крупные частицы дробят с использованием молотка (см. рисунок 4) или других подходящих средств. Операцию повторяют три раза с изменением расположения конуса. Затем конусу придают форму усеченного конуса равномерной толщины, делят его на четыре части по диаметру, отделяют два противоположных сектора, объединив их в новый конус. Деление продолжают до получения нужного количества пробы.

8.3 Мягкий пек

Окончательную пробу нагревают до температуры на 100 °С выше температуры размягчения (по методу кольца и шара по ИСО 5940), тщательно перемешивают механическим или ручным способом и отбирают необходимое количество в контейнер для пробы.

9 Контейнеры для проб

9.1 Размер

Размер контейнера для лабораторной пробы должен быть такой, чтобы его не полностью заполняла проба. Дополнительный (свободный) объем необходим в случае температурного расширения пробы и для улучшения ее перемешивания.

9.2 Банки с крышкой

Если для хранения проб используют луженые банки с паяными швами, не рекомендуется заливать для хранения пеки температурой на 100 °С выше температуры размягчения (по методу кольца и шара по ИСО 5940).

Банки, в том числе и новые, перед использованием проверяют на наличие дефектов и чистоту. Для чистки загрязненных банок используют растворители с низкой температурой кипения, например толуол или моющие средства. При этом надо иметь в виду, что пары толуола легко образуют взрывоопасные смеси, воспламеняющиеся даже от искры. Не рекомендуется использовать бензол из-за его токсичности.

Следы растворителя на банках после их чистки могут быть выпарены в сушильном шкафу. Банки, очищенные моющими средствами на водной основе, промывают водой и сушат в сушильном шкафу.

9.3 Полиэтиленовые пакеты

Полиэтиленовые пакеты, которые могут быть надежно запечатаны, используют для всех проб, кроме проб мягкого и жидкого пека.

9.4 Маркировка и хранение

Все контейнеры для проб подлежат надежной маркировке с четким указанием на этикетке обязательных данных (см. раздел 10).

Привязываемые или самоклеющиеся этикетки являются предпочтительными. Некоторые полиэтиленовые пакеты для проб оснащены панелями, которые могут быть использованы для записи обязательных данных (в соответствии с разделом 10). Если этикетки применяются с использованием водорастворимого клея, то они должны быть дополнительно защищены прозрачной клейкой лентой или другим подобным образом. Обязательные данные дополнительно могут быть написаны на жестяных банках с помощью краски или стойких маркеров, устойчивых к удалению. Может быть использовано штрих-кодирование, но этикетки в письменной форме должны оставаться основным средством идентификации образцов.

Пробы хранят таким образом, чтобы избежать окисления (см. 4.2). Рекомендуется также хранить пробы, избегая воздействия прямого солнечного света.

10 Протокол отбора проб

Протокол отбора проб должен содержать все необходимые сведения, касающиеся материалов, отобранных проб и способа отбора проб

Протокол должен содержать:

а) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификацию пробы, в том числе наименование продукции, тип пробы, номер контейнера с пробой;

c) дату и время отбора проб;

d) описание процедуры отбора пробы;

e) описание плана отбора проб, в том числе массу пробы и метод сокращения пробы;

f) массу поставки;

g) метод отбора проб;

h) замечания, касающиеся специальных или нестандартных явлений, таких как аномальные атмосферные условия во время отбора проб, проблемы при отборе проб;

i) все операции, не включенные в настоящий стандарт или в стандарты, на которые даны ссылки, или считающиеся необязательными.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 3165:1976	—	*
ИСО 5940:1981	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

[1] ISO 6206, Chemical products for industrial use — Sampling — Vocabulary
[2] ASTM D140—01, Standard Practice for Sampling Bituminous Materials

УДК 621.3.035:006.354 ОКС 71.100.10 ОКП 19 1000

Ключевые слова: углеродные материалы, производство алюминия, пек для электродов, отбор проб

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 19.08.2015. Подписано в печать 17.09.2015. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,79.
Уч.-изд. л. 2,20. Тираж 36 экз. Зак. 2989.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru