

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЬНОСТИ

ГОСТ 7846—73

Издание официальное

БЗ 5—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.749:543.822(083.74) Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Метод определения зольности

ГОСТ 7846—73

Coal tar pitch. Method for the determination of ash content

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.75

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

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

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

1. АППАРАТУРА И ПОСУДА

1.1. Для определения зольности применяются:

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

термопреобразователь типа ТХА с прибором, показывающим температуру с относительной погрешностью не более 1,5 %. Термопреобразователь устанавливают в муфельную печь так, чтобы горячий его спай находился в середине муфельной печи;

лодочки фарфоровые типа ЛЗ № 3 или № 4 или тигель фарфоровый низкий № 4 по ГОСТ 9147;

эксикатор с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1973
©ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Допускается применять другие весы с метрологическими характеристиками не ниже указанных;

шпатель или ложка по ГОСТ 9147 или другое аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с пеком;

противень из нержавеющего материала (размером 200×300 мм).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

2.2. Лодочку или тигли предварительно нумеруют и прокаливают в муфельной печи до постоянной массы.

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

После прокаливания их вынимают из муфельной печи, устанавливают на асбестовый лист и охлаждают сначала на воздухе 5—10 мин, затем 25—60 мин в эксикаторе при комнатной температуре.

Хранят лодочки или тигли в эксикаторе.

Перед каждым анализом лодочку или тигли взвешивают.

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

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

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Лодочку или тигель с навеской пека для удаления летучих веществ устанавливают на открытой дверце муфельной печи, нагретой до (850±20) °С. Для удаления летучих веществ можно использовать закрытую электроплитку или песчаную баню, не допуская воспламенения или выброса продукта.

3.2. После прекращения выделения летучих веществ (через 25—30 мин)

лодочку или тигель с остатком пека переносят в муфельную печь и медленно, не допуская воспламенения продукта, продвигают в середину муфельной печи.

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

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

3.3. После прокаливания лодочку или тигель с зольным остатком охлаждают в соответствии с п. 2.2 и взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

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

3.2—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Допускается проводить анализ методом медленного озоления, при этом лодочки или тигли с пробой помещают в холодную муфельную печь. Начальную температуру муфельной печи повышают в течение 30 мин до 250 °С, в течение следующих 30 мин — до 500 °С, а затем в течение 1 ч — до 850 °С. При достижении указанной температуры в закрытой муфельной печи образовавшийся зольный остаток прокаливают еще в течение 1 ч.

Лодочки или тигли охлаждают в соответствии с п. 2.2.

Контрольные прокаливания зольного остатка проводят в соответствии с п. 3.4.

3.6. При разногласиях в оценке зольности анализ проводят по пп. 3.1—3.4.

3.5, 3.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Зольность (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески пека, г;

m_1 — масса лодочки или тигля с остатком, г;

m_2 — масса пустой лодочки или тигля, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

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

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ МЕДЛЕННЫМ ОЗОЛЕНИЕМ ПО ИСО 8006—85 (СПОСОБ 2)

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

5.1. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1.1. Платиновый тигель вместимостью приблизительно 50 $см^3$.

5.1.2. Электрическая печь, обеспечивающая температуру нагрева (700±10)°С, с хорошим воздухообменом внутри печи.

5.1.3. Электрический сушильный шкаф с температурой нагрева (150±5) °С.

5.2. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5445*.

5.3. Проведение испытаний

Платиновые тигли нагревают в течение 1 ч в печи при температуре (700±10) °С. Охлаждают тигель сначала на воздухе до температуры 100—150 °С, а затем в эксикаторе, содержащем оксид фосфора (V), до температуры окружающей среды. Взвешивают тигель с точностью до 0,0002 г (m_1).

Около 5 г пробы взвешивают в тигле с точностью до 0,0002 г (m_0).

Тигель с навеской помещают в электрическую печь и нагревают до температуры (300±10) °С, но не выше. Повышение температуры проводят через каждые 30 мин. Интервал может быть увеличен до 60

*Применяют до введения ИСО 6257—85.

мин без отрицательных последствий. Равномерно повышают температуру сначала до (350±10), а затем до (400±10) °С. При этом постоянно ведут контроль за тем, чтобы не происходило механических потерь в результате вспучивания. Если потери обнаруживаются, повторяют анализ на новой навеске по приведенной методике.

При высоком содержании влаги в пробе тигель с навеской помещают в шкаф при температуре (150±5) °С и выдерживают при этой температуре 2 ч. Извлекают тигель из шкафа и помещают в электрическую печь при температуре (300±10) °С. Продолжают нагрев, равномерно повышая температуру через каждые 30—60 мин сначала до (350±10), затем до (400±10) и, наконец, до (450±10) °С.

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

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

Тигель с содержимым вынимают, дают остыть сначала на воздухе до температуры приблизительно 100—150 °С, а затем в эксикаторе, содержащем оксид фосфора (V), до температуры окружающей среды. Тигель с содержимым взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Тигель с содержимым помещают в печь при температуре (700±10) °С и нагревают в течение 30 мин. Охлаждают и взвешивают, как указано выше. Повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0002 г (m_2).

Примечания:

1. Печь располагают в хорошо вентилируемом шкафу.

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

5.4. Обработка результатов

Массовую долю золы в процентах рассчитывают по формуле

$$\frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \cdot 100,$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_0 — масса навески, г.

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

Повторяемость и воспроизводимость рассчитывают по двум линейным уравнениям:

$$r = 0{,}016 + 0{,}0817\bar{X}$$

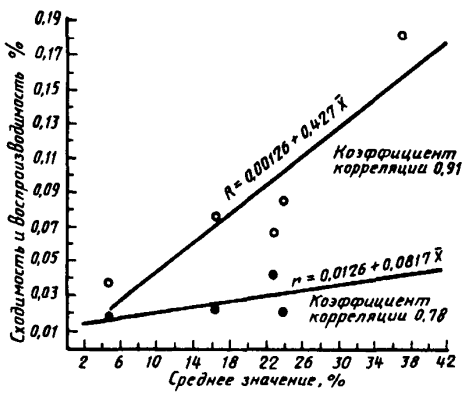
$$R = 0{,}00126 + 0{,}427\bar{X}$$

или определяют с помощью графика (см. чертеж).

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

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

Зависимость сходимости и воспроизводимости от среднего значения величины зольности



6. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Протокол испытаний должен содержать следующее:

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

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   Крысин В.П.; Томашевская М.К.; Павлоцкая С.Г. (руководители темы); **Лебедева М.А.; Микитенко А.Н.**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.08.73 № 2079**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 7846—55**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5445—79	5 2
ГОСТ 9147—80	1 1
ГОСТ 24104—88	1 1

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.10.92 № 1436**
6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в апреле 1984 г., ноябре 1988 г., ноябре 1990 г., октябре 1992 г. (ИУС 8—84, 2—89, 2—91, 1—93)**

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *М И Першина*
Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц №021007 от 10 08 95 Сдано в набор 08 07 97 Подписано в печать 04 08 97
Усл печ л 0,47 Уч -изд л 0,40 Тираж 137 экз С749 Зак 543

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru