

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л39

Изменение № 2 ГОСТ 10220—82 Кокс каменноугольный. Методы определения плотности и пористости

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 1166

Дата введения 1996—07—01

За принятие проголосовали

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Наименование стандарта изложить в новой редакции «**Кокс. Методы определения действительной относительной и кажущейся относительной плотности и пористости**

Coke Methods for the determination of true relative density, annarent relative density and porosity»

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение (СТ СЭВ 2229—80) дополнить обозначением (ИСО 1014—85)

Вводную часть изложить в новой редакции «Настоящий стандарт распространяется на кокс и устанавливает методы определения действительной относительной и кажущейся относительной плотности и пористости

(Продолжение см с 32)

В приложении 1а приведены методы определения этих показателей по ИСО 1014—85.

Термины, применяемые в настоящем стандарте, и их пояснения приведены в приложении 1».

По всему тексту стандарта (пп. 1.2; 1.3; наименование раздела 2; пп. 2.4.2; 2.4.3; 2.5.1; наименование раздела 3; пп. 3.6.1; 3.6.2; раздел 4 и приложение) заменить слова: «кажущаяся плотность» на «кажущаяся относительная плотность»; «действительная плотность» на «действительная относительная плотность».

Пункт 2.2 Исключить слова: «по ГОСТ 215—73».

Пункт 2.4.3. Заменить ссылку: ГОСТ 27589—88 на ГОСТ 27589—91.

Пункт 2.5.3. Заменить ссылку: ГОСТ 27313—87 на ГОСТ 27313—89.

Стандарт дополнить приложением — 1а:

*«ПРИЛОЖЕНИЕ 1а
Справочное*

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОЙ
ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ,
КАЖУЩЕЙСЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ И ПОРИСТОСТИ
(ИСО 1014—85)**

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения действительной относительной плотности кокса, измельченного до прохождения через сито с номинальным размером отверстий 0,2 мм, определения кажущейся относительной плотности кокса, т. е. отношения массы сухого кокса к массе равного объема воды, и определения пористости кокса.

2. Ссылка

ГОСТ 27589—91 Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе.

(Продолжение см. с. 33)

3. Определение действительной относительной плотности

3.1. Сущность метода

Определяют с помощью пикнометра массу воды, вытесненной известной массой обезвоженного кокса, измельченного до прохождения через сито с отверстиями размером 0,2 мм. В процессе кипения воздух вытесняется. Чтобы получить множество различных результатов в качестве органических жидкостей используют дистиллированную воду*, не содержащую воздух, или воду с добавлением смазывающего вещества. Существенным является контроль температуры, так как разница в 1 °С может вызвать ошибку результата определения до 0,012.

3.2. А п п а р а т у р а

3.2.1. Пикнометр вместимостью 50 см³.

3.2.2. Водяная баня с мешалкой с термостатическим контролем температуры ± 1 °С.

3.2.3. Две промывалки, каждая из которых содержит приблизительно 50 см³ дистиллированной воды, не содержащей воздух. Одну промывалку хранят в горячем состоянии (80—90 °С), а другую оставляют в водяной бане.

3.2.4. Обратный холодильник с воздушным охлаждением: стеклянная трубка длиной около 1 м того же диаметра, что и горлышко пикнометра с короткой резиновой трубкой для присоединения к последнему.

3.2.5. Глицериновая баня: сосуд, в котором можно нагреть достаточное количество глицерина для того, чтобы погрузить пикнометр ниже чем на 2/3.

3.2.6. Весы с точностью взвешивания до 0.1 мг.

3.3. П о д г о т о в к а п р о б ы

Для определения используют аналитическую пробу кокса, измельченную до прохождения через сито с номинальным размером отверстий 0,2 мм. Перед началом определения пробу тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом.

3.4. П р о в е д е н и е и с п ы т а н и я

Пикнометр тщательно промывают смесью бихромата калия и серной кислоты и наполняют дистиллированной водой, не содержащей воздух. Вставляют пробку и погружают пикнометр до горлышка в водяную баню на 1 ч. Температура должна быть приблизительно на 5 °С выше температуры окружающей среды. По истечении 1 ч куском фильтровальной бумаги удаляют каплю воды с верхней пробки, вынимают пикнометр из водяной бани, быстро охлаждают под холодной проточной водой, высушивают, оставляют около весов на 30 мин и взвешивают с точностью до $\pm 0,1$ мг. Опорожняют пикнометр и высушивают горлышко.

Высушивают навеску пробы кокса при температуре 105—110 °С в течение 1 ч (см. примечание), охлаждают, отвешивают около 5 г сухого кокса с точностью до 0,1 мг и переносят полностью в пикнометр. Смывают кокс, прилипший к горлышку или стенкам, дистиллированной водой, не содержащей воздуха, доводя объем до 25 см³. Присоединяют к горлышку пикнометра холодильник с воздушным охлаждением посредством резиновой трубки и погружают пикнометр в глицериновую баню. Нагревают баню до бурного кипения воды в пикнометре. Снимают накипь кокса несколькими миллилитрами горячей дистиллированной воды,

* Следует отметить, что действительная относительная плотность изменяется в зависимости от используемой вытесняемой жидкости.

(Продолжение см. с. 34)

не содержащей воздуха. После кипячения в течение 30 мин пикнометр вынимают из глицериновой бани, отсоединяют холодильник и оставляют пикнометр для охлаждения. Наполняют пикнометр дистиллированной водой, не содержащей воздуха, вставляют пробку и погружают пикнометр до горлышка в водяную баню на 1 ч, компенсируя уменьшение жидкости добавлением дистиллированной воды, не содержащей воздуха, и, следя за тем, чтобы пузырьки воздуха не попали ни под пробку, ни в капилляр. По истечении 1 ч удаляют каплю воды с верхней части пробки, вынимают пикнометр из водяной бани, охлаждают, высушивают, оставляют около весов на 30 мин и взвешивают.

П р и м е ч а н и е. Некоторые виды реактивных коксов являются гигроскопичными и для таких материалов допустимо не включать процедуру сушки; в этом случае определение влажности проводят в то же самое время на отдельной навеске аналитической пробе (см. ГОСТ 27589—91) и массу взятого кокса соответственно корректируют.

3.5. Обработка результатов

Действительную относительную плотность кокса (d), г/см³, определяют по формуле

$$d = \frac{m_1}{m_1 + m_2 + m_3},$$

где m_1 — масса сухого кокса;

m_2 — масса пикнометра с водой, г;

m_3 — масса пикнометра с коксом, наполненного водой, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до 0,01.

3.5.2. Точность метода

3.5.2.1. Сходимость

Результаты двух определений, проведенных в различное время в одной и той же лаборатории при использовании одного и того же прибора на представительной навеске, взятой из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на 0,03.

3.5.2.2. Воспроизводимость

Средние результаты двух определений, проведенных в двух различных лабораториях на представительных навесках, взятых из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на 0,05.

4. Определение кажущейся относительной плотности

4.1. Введение

Экспериментальные работы по определению кажущейся относительной плотности кокса показали, что трудности с определением количества воды, которое вошло в структуру пор кокса при погружении его в воду, можно преодолеть, ограничив время осушения после извлечения его из воды до 10 с.

4.2. Сущность метода

Объем большого количества кокса определяют вытеснением в воде. Деление массы высушенного кокса на массу равного объема воды дает величину кажущейся относительной плотности.

4.3. Аппаратура

(Продолжение см. с. 35)

4.3.1. Клеть объемом 0,03 м³ из гальванизированной железной проволоки с отверстиями около 12 мм с крышкой из того же самого материала и закрепляющим приспособлением.

4.3.2. Резервуар объемом приблизительно 0,25 м³ и глубиной, достаточной для полного погружения клетки с краном для опорожнения.

П р и м е ч а н и е. Резервуар должен содержать достаточное количество воды (около 250 дм³) для того, чтобы увеличение температуры воды после погружения горячего кокса не превышало 20 °С.

4.3.3. Взвешивающий механизм, обладающий способностью взвешивания массы не более 2 кг с точностью до 1 г. Механизм жестко устанавливают на деревянном основании выше резервуара. Проволочная скоба, проходящая над коромыслом шкалы, должна проходить через отверстие в деревянном основании и оканчиваться двумя крючками для закрепления на сторонах клетки. Можно использовать соответствующий механизм со шкалой.

4.3.4. Поддон для сушки из гальванизированного железного листа размером, немногим больше клетки, и глубиной 13 мм.

4.3.5. Платформенные весы максимальной мощностью 25 кг и точностью 25 г.

4.3.6 Сушильная печь достаточной величины, чтобы вместить клеть.

4.4. П р о б а

Проба кокса с размером кусков более 25 мм* и массой достаточной для проведения параллельных определений предварительно высушенная (см. примечание 1).

4.5. П р о в е д е н и е и с п ы т а н и я

На платформенных весах взвешивают сухую порожнюю клеть. Уравновешивают взвешивающий механизм вместе со скобой, на которую подвешивают клеть, полностью погружают в резервуар с водой и взвешивают. Удаляют клеть, оставляют для осушения на 10 с, помещают на поддон для осушения и снова взвешивают на платформенных весах. Подвешивают полную клеть к скобе и полностью погружают в воду (см. примечание 2). Через 1 мин перемешивают содержимое клетки для удаления пузырьков. Еще через 2 мин отмечают массу клетки, погруженной в воде, удаляют клеть из резервуара и оставляют для осушения в течение 10 с (см. примечание 3). В конце испытания помещают клеть на поддон для осушения и снова взвешивают на платформенных весах.

П р и м е ч а н и я:

1. Время сушки 0,03 м³ кокса данного размера определяется отдельными испытаниями. Удобнее всего проводить сушку накануне при температуре 105 °С, но это время можно сократить высушиванием при 200 °С.

2. Кокс следует погружать в резервуар в горячем состоянии для облегчения вытеснения воздуха с поверхности. Окончательное взвешивание после сушки служит проверкой полного высушивания.

3. Для отдельных видов кокса, например, содержащих большее количество мелких пор, может потребоваться более длительный период осушения — 30 с.

* Материал, проходящий через сито с размером отверстий 25 мм, следует удалять.

4.6. Обработка результатов

Кажущуюся относительную плотность кокса (d_A), г/см³ определяют по формуле

$$d_A = \frac{m_7 - m_4}{(m_5 - m_6) - (m_8 - m_3)}$$

где m_4 — масса сухой, порожней клетки на воздухе, г;

m_5 — масса порожней клетки в воде, г;

m_6 — масса порожней клетки после осушения плюс масса поддона для осушения, г;

m_7 — масса клетки плюс масса сухого кокса на воздухе, г;

m_8 — масса клетки плюс масса кокса в воде, г;

m_3 — масса клетки плюс масса кокса после осушения плюс масса поддона для осушения, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, вычисленное с точностью до 0,01.

4.6.2. Точность

4.6.2.1. Сходимость

Результаты двух определений, проведенных в одной и той же лаборатории на одном и том же приборе на представительных навесках, взятых из одной и той же насыпной пробы, не должны отличаться более чем на 0,02.

4.6.2.2. Воспроизводимость

Среднее значение результатов двух определений, проведенных в двух различных лабораториях на представительных навесках пробы, взятых из одной и той же насыпной пробы, не должны отличаться более чем на 0,03.

5. Определение пористости

5.1. Сущность метода

Пористость вычисляют исходя из действительной относительной плотности (см. разд. 3) и кажущейся относительной плотности (см. разд. 4) кокса.

5.2. Обработка результатов

Пористость кокса (X) в процентах к объему вычисляют по формуле

$$X = \frac{d - d_A}{d} \cdot 100,$$

где d — действительная относительная плотность кокса;

d_A — кажущаяся относительная плотность кокса.

Результат вычисляют с погрешностью не более 1 %.

6. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- а) характеристику используемого материала;
- б) ссылку на используемый метод;
- в) параметры, результаты и метод их выражения;
- г) любые отклонения, отмеченные в процессе определения;
- д) любые действия, не включенные в настоящий стандарт или считающиеся необязательными».

(ИУС № 4 1996 г.)