

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ.

Группа Л39

Изменение № 4 ГОСТ 7846—73 Пек каменноугольный. Метод определения зольности

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 21.10.92 № 1436

Дата введения 01.07.93

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Определение зольности медленным озолением (способ 2). ИСО 8006—85 «Материалы углеродистые для производства алюминия. Пек для электродов. Определение содержания золы».

Метод заключается в нагревании навески испытуемой пробы в платиновом тигле, помещенном в печь при температуре 700°C 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 $(700 \pm 10)^{\circ}\text{C}$, с хорошим воздухообменом внутри печи.

5.1.3. Электрический сушильный шкаф с температурой нагрева $(150 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

5.2. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5445—79*.

5.3. Проведение испытаний

Платиновые тигли нагревают в течение 1 ч в печи при температуре $(700 \pm 10)^{\circ}\text{C}$. Охлаждают тигель сначала на воздухе до температуры 100 — 150°C , а затем в эксикаторе, содержащем оксид фосфора (V), до температуры окружающей среды. Взвешивают тигель с точностью до $0,0002\text{ г}$ (m_1).

Около 5 г пробы взвешивают в тигле с точностью до $0,0002\text{ г}$ (m_0).

Тигель с навеской помещают в электрическую печь и нагревают до температуры $(300 \pm 10)^{\circ}\text{C}$, но не выше. Повышение температуры проводят через каждые 30 мин. Интервал может быть увеличен до 60 мин без отрицательных последствий. Равномерно повышают температуру сначала до (350 ± 10) , а затем

* Применяют до введения ИСО 6257—85.

(Продолжение изменения к ГОСТ 7846—73)

до $(400 \pm 10)^\circ\text{C}$. 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 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре 2 ч. Извлекают тигель из шкафа и помещают в электрическую печь при температуре $(300 \pm 10)^\circ\text{C}$. Продолжают нагрев, равномерно повышая температуру через каждые 30—60 мин сначала до (350 ± 10) , затем до (400 ± 10) и, наконец, до $(450 \pm 10)^\circ\text{C}$.

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

Повышают температуру печи до $(700 \pm 10)^\circ\text{C}$ 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 $100\text{—}150^\circ\text{C}$, 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 $(700 \pm 10)^\circ\text{C}$ 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.

(Продолжение см. с. 89)

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.

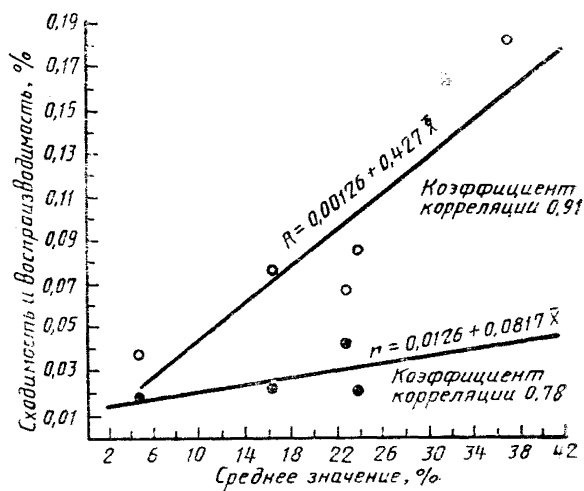
6. Протокол испытаний

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».

(Продолжение см. с. 90)

Зависимость сходимости и воспроизводимости
от среднего значения величины зольности



(ИУС № 1 1993 г.)