



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОКС

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ПРОБЕ

ГОСТ 27589—91
(ИСО 687—74)

Издание официальное

10 коп. БЗ 2—91/124



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

КОКС**Метод определения влаги
в аналитической пробе**Coke. Method for determination of moisture
content in analytical sample**ГОСТ****27589—91****(ИСО 687—74)**

ОКСТУ 0709

Дата введения 01.07.92**ВВЕДЕНИЕ**

Вследствие гигроскопичности кокса его влажность изменяется в зависимости от влажности воздуха. Поэтому содержание влаги в аналитической пробе следует определять при взвешивании проб, предназначенных для определения других аналитических показателей, например, выхода летучих веществ, теплотворной способности, содержания углерода и водорода. Если все пробы, взятые для анализа, взвешены в один день и приблизительно в одно время и если анализы будут проводиться непосредственно после их взвешивания, считается достаточным одно определение содержания аналитической влаги.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания влаги в аналитической пробе кокса.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Определенное количество кокса нагревают на воздухе при температуре от 190 до 210°C (см. п. 9.1) и выдерживают при этой температуре до получения постоянной массы. Содержание влаги в процентах вычисляют по потере массы кокса.

3. РЕАКТИВ

Осушитель свежий или свежерегенерированный, предпочтительно с индикаторными свойствами. Подходящими осушителями

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

являются активированная окись алюминия, силикатель, безводный сульфат кальция, пятиокись фосфора или перхлорат магния (см. п. 9.2).

4. АППАРАТУРА

4.1. Весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 мг (см. приложение).

4.2. Сушильный шкаф, поддерживающий температуру от 190 до 210°C (см. п. 9.1), в котором в течение 1 ч обмен воздуха составляет от 3 до 8 объемов.

4.3. Стаканчики для взвешивания из тонкого стекла (бюксы) с притертой крышкой или из коррозионностойкого металла с хорошо пригнанной крышкой, вместимость которых должна обеспечить заполнение слоем кокса не более 0,15 г/см² (см. п. 9.3). Кварцевые или фарфоровые чашки такой же вместимости и глубиной 10—15 мм с соответствующими крышками также можно использовать при условии исключения поглощения ими влаги.

4.4. Эксикатор, содержащий металлическую, желательнее алюминиевую, вставку и соответствующий осушитель (см. п. 3).

5. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

Подвергаемый испытанию кокс представляет собой измельченную аналитическую пробу, проходящую через сито с размером отверстий 0,2 мм (см. приложение).

Если проба кокса, высушенная для определения содержания общей влаги, используется для приготовления аналитической пробы, воздушная сушка после измельчения не требуется. Если используют новую аналитическую пробу, ее следует подвергать воздушной сушке до или после измельчения, чтобы обеспечить прохождение через сито с размером отверстия 0,2 мм.

При необходимости измельченную пробу размещают тонким слоем и выдерживают в течение минимального времени, необходимого для достижения примерного равновесия между влажностью пробы и атмосферой лаборатории. Перед началом испытания аналитическую пробу кокса тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин предпочтительно механическим способом.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Взвешивают чистый сухой стаканчик с крышкой. Добавляют 1—2 г пробы кокса и взвешивают повторно. Помещают крышку в эксикатор и открытый стаканчик нагревают в шкафу при температуре от 190 до 210°C (см. п. 9.1) до постоянной массы (см. п. 9.4). Стаканчик закрывают крышкой, охлаждают на

металлической подставке в течение 10 мин, переносят в эксикатор и еще раз взвешивают через 10 мин (см. приложение).

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание влаги в аналитической пробе кокса (W^a) в процентах вычисляют по формуле

$$W^a = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса пустого стаканчика с крышкой, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой и коксом перед нагреванием, г;

m_3 — масса стаканчика с крышкой и коксом после нагревания.

Результат (желательно средний результат двух определений — см. разд. 8) записывают с точностью до 0,1%.

8. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

| Содержание влаги | Максимально допустимое расхождение между результатами | |
|------------------|---|-------------------|
| | Сходимость | Воспроизводимость |
| | 0,2% (абс.) | См. п 8.2 |

8.1. Сходимость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в одной лаборатории одним и тем же лаборантом с применением одного и того же оборудования на представительных пробах, взвешенных одновременно и взятых из одной и той же аналитической пробы, не должно превышать значений, указанных в таблице

8.2. Воспроизводимость

Так как влажность в различных лабораториях различна, устанавливать предельное значение для воспроизводимости нецелесообразно.

9. ЗАМЕЧАНИЯ ПО МЕТОДИКЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

9.1. Продолжительность определения можно значительно сократить, если высушивание проводить при температуре 320°C в атмосфере азота, тогда нагревание в течение 1 ч будет достаточным.

Определение можно также проводить при температуре нагревания 105—110°C, однако в этом случае может потребоваться около 24 ч. Результаты, как правило, могут быть ниже результатов, полученных при температуре 200°C.

9.2. Регенерации перхлората магния из-за возможности взрыва следует избегать. Поэтому использованный перхлорат магния следует смывать проточной водой.

9.3. Допускается увеличивать заполнение стаканчика слоем кокса до 0,25 г/см² при условии, что время нагревания будет соответственно увеличено.

9.4. При заполнении стаканчика до 0,15 г/см² обычно достаточно нагревание в течение 4 ч, а при заполнении стаканчика до 0,25 г/см² потребуются нагревание в течение 6 ч. Масса считается постоянной, если при последующем нагревании в течение 10 мин изменение ее не превышает 1 мг.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

- а) ссылку на применяемый метод;
- б) результаты и способ их выражения;
- в) отклонения, замеченные в ходе определения;
- г) все операции, не включенные в настоящий стандарт и являющиеся необязательными.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Обязательное

ДОПОЛНЕНИЯ К МЕТОДИКЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.1. Весы с погрешностью взвешивания 0,2 мг.

Раздел 5. Отбор и подготовка проб для испытаний — по ГОСТ 23083.

Раздел 6. Определение можно проводить при температуре 135—140°C в течение 45 мин с повторным контрольным высушиванием в течение 20 мин. Масса навески считается постоянной, если разность в массе при двух последовательных взвешиваниях не превышает 1 мг.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИЛ. М. Харькина, О. А. Нестеренко, А. Ф. Кузниченко,
В. Я. Цепурит

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 08.04.91 № 459

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 687—74 «Кокс. Метод определения содержания влаги в аналитической пробе» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. Срок первой проверки — 1997 г.

Периодичность проверки — 5 лет.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 27589—88

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 23083—78 | Приложение |

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 22.04.91 Подп. в печ. 01.07.91 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт 0 27 уч.-изд. л.
Тир. 3000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопроспектский пер., 3
Тираж «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6, Заяк. 311