

Изменение № 5 ГОСТ 22898—78 Коксы нефтяные малосернистые. Технические условия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

Дата введения 1996—01—01

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа стандартизации |
|--|---|
| Российская Федерация Республика Таджикистан | Госстандарт России Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации |
| Республика Узбекистан Украина | Узгосстандарт Госстандарт Украины |

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. В зависимости от сырья и технологии изготовления марки малосернистого нефтяного кокса приведены в табл. 1а.

Т а б л и ц а 1а

| Марка кокса | Технология изготовления | Область применения |
|-------------|---|--|
| КНПС-СМ | Коксование в кубах смолы пиролиза | Производство углеродных конструкционных материалов специального назначения |
| КНПС-КМ | То же | Производство углеродных конструкционных материалов |
| КНГ | Коксование в кубах прямоугольных, крекинговых и пиролизных остатков | Производство графитированной продукции |
| КЗГ | Замедленное коксование (кокс с размером кусков свыше 8 до 250 мм) | То же |
| КЗА | То же | Алюминиевая промышленность |
| КНА | Коксование в кубах прямоугольных и крекинговых остатков | То же |
| КЗО | Замедленное коксование (коксовая мелочь с размером кусков до 8 мм) | Производство абразивов и другой продукции |

(Продолжение см. с. 24)

Соответствие обозначений марок кокса, указанных в таблице и ранее применяемых, приведено в приложении».

Пункт 2.2. Таблицу 1 и примечание изложить в новой редакции (см. с.).

Пункт 3.5 изложить в новой редакции: «3.5. Для кокса марок КНПС-СМ и КНПС-КМ Московского опытно-промышленного завода «Нефтепродукт» и ПО «Горькнефтеоргсинтез» норма по показателю «массовая доля мелочи (куски размером меньше 25 мм)» обеспечивается технологией производства и не определяется».

Пункт 4.3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 5072—79 на «по нормативной документации».

Пункт 4.4.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками».

Пункт 4.6.1 после пятнадцатого абзаца изложить в новой редакции: «Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., растворы концентрации c ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$)=1 моль/дм³ (1 н.) и c ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$)=9 моль/дм³ (9 н.)».

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 1 %.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч. или ч. д. а., свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %, приготовленный по ГОСТ 4517—87.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 1 %.

Фенолфталеин по нормативной документации, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Кремния двуокись, ос. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., раствор 1:1, раствор концентрации c (HCl)=6 моль/дм³ (6 н.).

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 5 %.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч. или ч. д. а. раствор 1:2.

Натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18289—78, ч. д. а., раствор с массовой долей 10 %.

Ванадия пятиокись, х. ч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 3 %.

Аммиак по ГОСТ 3760—79, ч. д. а., раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, х. ч. или ч. д. а.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, ч. д. а., раствор с массовой долей 20 %.

Железо металлическое восстановленное, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислород по ГОСТ 5583—78 технический, первый сорт».

Пункт 4.6.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Пробу кокса, отобранную и подготовленную по ГОСТ 16799—79 (фракция 0,25 мм), массой не менее 100 г высыпают на лист бумаги, тщательно перемешивают, из разных мест берут навеску массой 5 г, помещают в сухой чистый платиновый тигель и озоляют при $(850 \pm 20) ^\circ\text{C}$. С целью ускорения озолоения пробы кокса допускается подача кислорода или воздуха в рабочее пространство муфельной печи».

(Продолжение см. с. 25)

Т а б л и ц а 1

| Наименование показателя | Норма для марки | | | | | | | | Метод испытания |
|--|--|--|-------------------------|-------------------------|--|--|-------------------------|-------------------------|----------------------------------|
| | КНПС-СМ высший сорт ОКП 02 5821 0111 | КНПС-КМ первый сорт ОКП 02 5821 0112 | КНГ ОКП 02 5821 0115 | КЗГ ОКП 02 5821 0132 | КЗА высший сорт ОКП 02 5821 0141 | КЗА первый сорт ОКП 02 5821 0142 | КНА ОКП 02 5821 0121 | КЗО ОКП 02 5821 0171 | |
| | Специальный | | Электроудный | | | | | Коксовая мелочь | |
| 1. Массовая доля общей влаги, %, не более | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | По ГОСТ 27588—91 |
| 2. Массовая доля летучих веществ, %, не более | 6,0 | 6,0 | 8,0 | 9,0 | 7,0 | 9,0 | 8,0 | 11,5 | По п. 4.9 |
| 3. Зольность, %, не более | 0,15 | 0,30 | 0,50 | 0,60 | 0,40 | 0,60 | 0,50 | 0,80 | По ГОСТ 22692—77 |
| 4. Массовая доля серы, %, не более | 0,20 | 0,40 | 1,00 | 1,00 | 1,20 | 1,50 | 1,00 | 1,50 | По ГОСТ 1437—75 или ГОСТ 8606—93 |
| 5. Массовая доля мелочи, %, не более: куски размером меньше 25 мм | 4,0 | 4,0 | — | — | — | — | — | — | По п. 4.3 |

(Продолжение см. с. 26)

| Наименование показателя | Норма для марки | | | | | | | | Метод испытания |
|---|--|--|-------------------------|-------------------------|--|--|-------------------------|-------------------------|-----------------|
| | КНПС-СМ высший сорт ОКП 02 5821 0111 | КНПС-КМ первый сорт ОКП 02 5821 0112 | КНГ ОКП 02 5821 0115 | КЗГ ОКП 02 5821 0132 | КЗА высший сорт ОКП 02 5821 0141 | КЗА первый сорт ОКП 02 5821 0142 | КНА ОКП 02 5821 0121 | КЗО ОКП 02 5821 0171 | |
| | Специальный | | Электродный | | | | | Коксовая мелочь | |
| куски размером меньше 8 мм | — | — | 10,0 | 10,0 | 8,0 | 10,0 | 10,0 | — | |
| 6. Действительная плотность после прокаливании при 1300 °С в течение 5 ч, г/см ³ | 2,04— —2,08 | 2,04— —2,08 | 2,08— —2,13 | 2,08— —2,13 | 2,10— —2,13 | 2,08— —2,13 | 2,08— —2,13 | — | По п. 4.4 |
| 7. Истираемость, %, не более | 9,0 | 11,0 | — | — | — | — | — | — | По п. 4.5 |
| 8. Массовая доля, %, не более: кремния | — | — | — | — | 0,04 | 0,08 | 0,04 | — | По п. 4.6 |

Продолжение табл. 1

| Наименование показателя | Норма для марки | | | | | | | Метод испытания | |
|--|--|--|-------------------------|-------------------------|--|--|-------------------------|-----------------|-------------------------|
| | КНПС-СМ высший сорт ОКП 02 5821 0111 | КНПС-КМ первый сорт ОКП 02 5821 0112 | КНГ ОКП 02 5821 0115 | КЗГ ОКП 02 5821 0132 | КЗА высший сорт ОКП 02 5821 0141 | КЗА первый сорт ОКП 02 5821 0142 | КНА ОКП 02 5821 0121 | | КЗО ОКП 02 5821 0171 |
| | Специальный | | Электродный | | | | | | Коксовая мелочь |
| железа | — | — | — | — | 0,05 | 0,08 | 0,05 | — | По ГОСТ 26132—84 |
| ванадия | — | — | — | — | 0,01 | 0,015 | 0,012 | — | |
| 9. Оценка микроструктуры, башл, не менее | Не норми- руется | Не нор- мирует- ся | — | — | — | — | — | — | |
| | | | | | | | | | |

Примечания:

1. Показатель 9 не нормируется до 01.01.96. Определение обязательно. Определяется периодически не реже одного раза в неделю для кокса марки КНПС-СМ и не реже одного раза в месяц для кокса марки КНПС-КМ.
2. Для кокса марки КЗА первого сорта из парафинистых нефтей допускается массовая доля летучих веществ не более 9,5 % и массовая доля ванадия не более 0,020 %.
3. Допускается выработка Комсомольским НПЗ кубового кокса, соответствующего требованиям марки КЗА, без ограничения верхнего размера кусков.
4. Допускается массовая доля общей влаги до 10,0 %.
5. Для специального кокса марки КНПС-СМ показатель 4 определяется по ГОСТ 8606—72.

(Продолжение см. с. 28)

Пункт 4.6.3.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «1 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ (1 н.)»; «1 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ (1 н.)»; «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=9$ моль/дм³ (9 н.)»;

седьмой абзац. Заменить слова: «1 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ (1 н.)»;

восьмой абзац. Заменить слова: «1 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ (1 н.)»; «9 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=9$ моль/дм³ (9 н.)».

Пункт 4.7 исключить.

Пункт 4.8. Исключить ссылку на ГОСТ 3929—82.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.9 — 4.9.4:

«4.9. Определение массовой доли летучих веществ

4.9.1. Аппаратура, материалы

Печь муфельная электрическая с естественной вентиляцией и автоматическим терморегулятором, поддерживающим постоянную температуру (850 ± 10) °С. Муфельная печь должна обеспечивать повторный подъем указанной температуры не более чем на 3 мин после введения в нее холодных тиглей и выполнена так, чтобы можно было определить зону постоянной температуры.

Термопара и потенциометр по ГОСТ 9245—79. Горячий спай термопары должен находиться в середине зоны постоянной температуры (850 ± 10) °С на расстоянии от 10 до 20 мм от пода печи.

Тигли фарфоровые № 3 высокие по ГОСТ 9147—80 с плотно подогнанными крышками. Тигли и крышки должны быть пронумерованы, прокалены до постоянной массы и храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Перед взятием навески кокса масса тигля должна быть проверена.

Подставка из жароупорной проволоки или листовой жаростойкой стали (см. чертеж) или любой другой конструкции. Размеры подставки должны обеспечивать возможность размещения тиглей в зоне постоянной температуры печи на расстоянии между подом печи и дном тигля от 10 до 20 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82 и ГОСТ 23932—90 с осушающим веществом. Осушающее вещество должно периодически обновляться.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021—90 и ТУ 25—1894.003—90.

Щипцы тигельные.

Шпатель и ложечка.

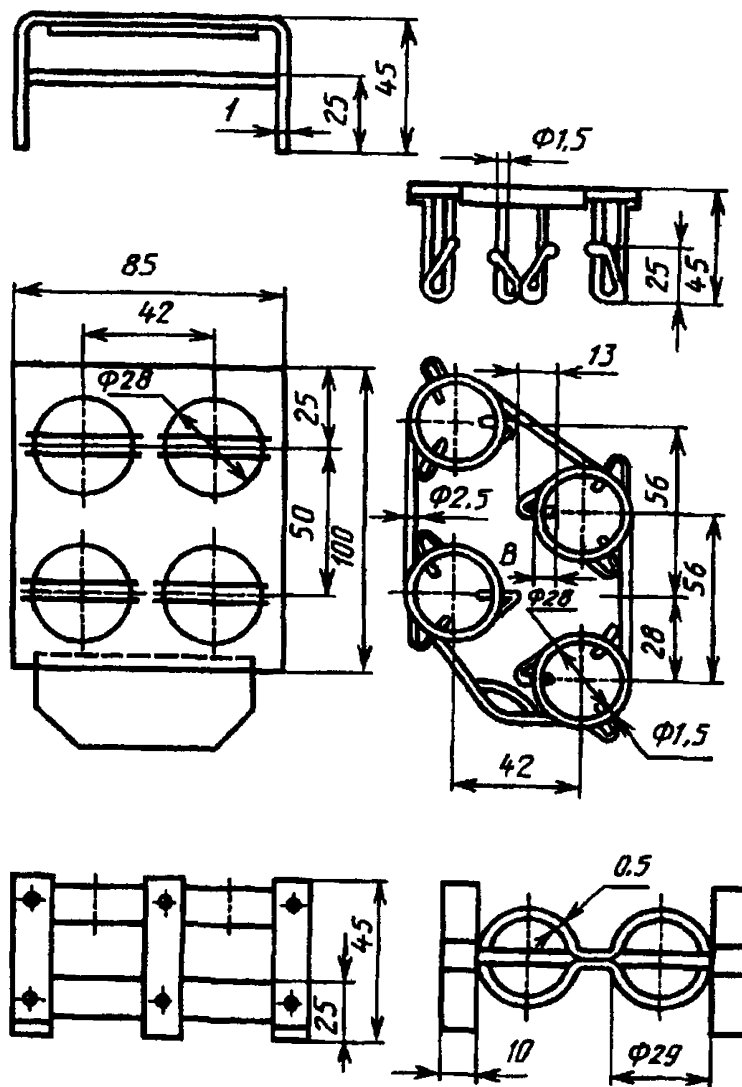
Пластинка металлическая или асбест.

4.9.2. Проведение испытания

Аналитическую пробу кокса тщательно перемешивают шпателем или ложечкой и на разной глубине из двух-трех мест набирают навеску кокса массой $(1\pm 0,01)$ г в предварительно прокаленные и взвешенные тигли и взвешивают. Легким постукиванием выравнивают слой кокса и закрывают тигли крышками.

(Продолжение см. с. 29)

Подставка для тиглей



Тигли устанавливают на подставку, быстро помещают в зону постоянной температуры печи, предварительно нагретой до $(850 \pm 10)^\circ\text{C}$, и закрывают дверцу.

Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, должна снова повыситься до $(850 \pm 10)^\circ\text{C}$ не более чем за 3 мин. В противном случае испытание повторяют.

Тигли с навесками кокса выдерживают в печи в течение 7 мин с момента их установки. По истечении 7 мин тигли вынимают щипцами, ставят на металлическую пластинку или лист асбеста, охлаждают на воздухе не менее 5 мин, затем переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Массовую долю летучих веществ по каждой аналитической пробе определяют параллельно в двух навесках.

(Продолжение см. с. 30)

При каждом определении массовой доли летучих веществ одновременно определяют массовую долю влаги в аналитической пробе по ГОСТ 27589—91

4.9.3 Обработка результатов

Массовую долю летучих веществ (V^a) в процентах вычисляют по формуле

$$V^a = \frac{(m_2 - m_3) 100}{m_2 - m_1} - W^a,$$

где m_2 — масса тигля с крышкой и навеской кокса до испытания, г;

m_3 — масса тигля с крышкой и навеской кокса после испытания, г;

m_1 — масса тигля с крышкой, г;

W^a — массовая доля влаги в испытываемой аналитической пробе кокса, %.

Результаты определения вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает допускаемые в п. 4.9.4.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений выше допускаемых, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих определений, за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

4.9.4. Точность метода

Сходимость

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,3 %.

Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5 %».

Приложение изложить в новой редакции

«ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Таблица соответствия обозначения марок нефтяного малосернистого кокса

(Продолжение см. с. 31)

| Ранее применявшееся обозначение | Новое обозначение |
|---------------------------------|----------------------|
| КНПС-СМ, высший сорт | КНПС-СМ, высший сорт |
| КНПС-КМ, первый сорт | КНПС-КМ, первый сорт |
| КНПЭ, высший сорт | — |
| КНПЭ, первый сорт | — |
| КНКЭ, высший сорт | — |
| КНКЭ, первый сорт | — |
| — | КНГ |
| КЗА, высший сорт | КЗА, высший сорт |
| КЗГ, КЗА первый сорт | КЗГ, КЗА первый сорт |
| КЗО | КЗО |
| КНА | КНА |

(ИУС № 11 1995 г.)