
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52911—
2013

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей влаги

ISO 589:2008

Hard coal — Determination of total moisture

ISO 5068-1:2007

Brown coals and lignites — Determination of moisture content — Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture

(MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандартов, указанных в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации Российской Федерации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 октября 2013 № 1229-ст.

4 Настоящий стандарт включает в себя модифицированные основные нормативные положения следующих международных стандартов:

- ISO 589:2008 «Уголь каменный. Определение общей влаги» (ISO 589:2008 «Hard coal — Determination of total moisture»);

- ISO 5068-1:2007 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги» (ISO 5068-1:2007 «Brown coal and lignites — Determination of moisture content — Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture»).

Сопоставление структуры и нумерации структурных элементов настоящего стандарта и основных нормативных положений указанных международных стандартов, а также более подробная информация о соответствии их содержания приведены во введении.

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 52911—2008 (ИСО 589:2003, ИСО 5068-1:2007)

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (gost.ru).

© Стандартиформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Поправка к ГОСТ Р 52911—2013 Топливо твердое минеральное. Определение общей влаги

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.1	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 30 °С — 40 °С, с достаточной скоростью обмена воздуха (до 5 раз в час) <i>или с естественной вентиляцией.</i>	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева в пределах 30 °С — 40 °С, с <i>естественной или принудительной</i> вентиляцией, обеспечивающей кратность обмена воздуха до 5 раз в час.
Пункт 6.2	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С, оборудованный устройством для подачи потока азота со скоростью около 15 рабочих объемов в час.	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С, оборудованный устройством для подачи потока сухого азота со скоростью около 15 рабочих объемов в час.
Пункт 6.3	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С с достаточной скоростью обмена воздуха (до 5 раз в час) или с естественной вентиляцией.	Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С, с <i>естественной или принудительной</i> вентиляцией, обеспечивающей кратность обмена воздуха до 5 раз в час.

(ИУС № 11 2016 г.)

Введение

Влага — важный параметр качества топлива. Содержание влаги в топливе не является абсолютной величиной, так как изменяется в процессе его добычи, переработки и хранения, и в значительной степени зависит от способа отбора и приготовления проб для анализа. Условия определения влаги в углях должны быть стандартизованы и взаимосвязаны со стандартными методами отбора и приготовления проб.

При приготовлении и хранении проб для определения общей влаги возможны случайные или систематические потери влаги, связанные, например, с недостаточной герметизацией тары или с подсушиванием угля при его измельчении и делении. Для преодоления подобных ошибок в стандартах на отбор проб приведены специальные требования к условиям приготовления и хранения проб для определения общей влаги.

Общая влага в топливе может быть определена одно- или двухступенчатым методом в зависимости от влажности топлива и возможности его измельчения без предварительной подсушки.

Если влажность исходной пробы, ее масса, крупность кусков и наличие подходящего оборудования позволяют быстро измельчить и сократить пробу без потери влаги, то общую влагу определяют за один раз, т. е. одноступенчатым высушиванием измельченной пробы.

Если влажность исходной пробы настолько велика, что разделка пробы механическим способом затруднена или вообще невозможна, а потери влаги при этом неизбежны, используют двухступенчатый метод определения общей влаги. На первой ступени пробу подсушивают до воздушно-сухого состояния, определяя при этом внешнюю влагу, на второй ступени — пробу быстро разделяют и определяют влагу воздушно-сухого топлива.

Подготовка пробы для определения общей влаги, независимо от выбранного метода, может быть проведена непосредственно на месте отбора пробы или в лаборатории.

Если на месте отбора пробы имеется оборудование, необходимое для подсушивания и разделки пробы, первую ступень метода и разделку пробы проводят на месте отбора. В лабораторию поступает разделанная проба в воздушно-сухом состоянии. Разделку пробы при одноступенчатом методе можно также провести на месте отбора проб, и в лабораторию поступит проба для определения общей влаги.

Если на месте отбора отсутствует необходимое оборудование, проба целиком поступает в лабораторию.

Настоящий стандарт разработан на основе применения модифицированных основных нормативных положений следующих международных стандартов: ISO 589:2008 «Уголь каменный. Определение общей влаги» и ISO 5068-1:2007 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги».

Причина объединения указанных международных стандартов заключается в том, что они имеют общий объект стандартизации (топливо твердое минеральное) и регламентируют одни и те же методы определения общей влаги.

Структура настоящего стандарта аналогична структуре международных стандартов. Нумерация структурных элементов сохранена. Такие разделы, как «Сущность метода», «Аппаратура», «Реактивы» и «Подготовка пробы» изложены в настоящем стандарте и международных стандартах одинаково.

Основное отличие примененных международных стандартов заключается в том, что в ISO 5068-1 для бурых углей и лигнитов предусмотрено высушивание при 105 °С – 110 °С только в атмосфере азота, а в ISO 589 для других видов твердого топлива разрешается проводить высушивание при этой температуре в атмосфере азота и на воздухе.

В настоящий стандарт включены дополнительные по отношению к ISO 589 и ISO 5068-1 требования, выделенные курсивом, отражающие потребности национальной экономики, а именно:

- в область распространения включены все виды твердого минерального топлива;
- методы определения общей влаги высушиванием при 105 °С – 110 °С на воздухе распространены на все виды твердого минерального топлива, включая бурые угли и лигниты, устойчивые к окислению (методы А2, В2 и В4);
- добавлены одноступенчатые методы определения общей влаги из пробы, измельченной до максимального размера кусков 2,8 мм, высушиванием в токе азота или на воздухе (В3 и В4).

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное.

Определение общей влаги

Solid mineral fuel. Determination of total moisture

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные и бурые угли, лигниты, *антрациты, горючие сланцы* (далее — *твердое минеральное топливо*) и устанавливает методы определения общей влаги, а также внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива.

Содержание влаги в топливе определяют по потере массы при высушивании пробы в токе азота или на воздухе. Высушивание в токе азота применимо ко всем видам топлива, а высушивание на воздухе — к топливу, устойчивому к окислению при нагревании до 105 °С – 110 °С.

П р и м е ч а н и е — Термин «устойчивый к окислению» не имеет четкого определения. Угли высоких стадий метаморфизма не окисляются при высушивании на воздухе. Пригодность этого метода к остальным видам топлива может быть проверена экспериментально

Если в процессе сушки при 105 °С – 110 °С на воздухе масса навески при контрольных просушиваниях не увеличивается, топливо можно отнести к устойчивым к окислению в этих условиях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51568—99 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки (ИСО 3310-1:1990, MOD)

ГОСТ Р 53288—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (OIML R 76-1:2006(E), MOD)

ГОСТ Р ИСО 18283—2010 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб (ИСО 18283:2006, IDT)

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия (ИСО 2435—73, MOD)

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты.

Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 17070—87 Угли. Термины и определения

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторное стеклянное. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27313—95 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива (ИСО 1170:1997, MOD)

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое

дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылоный отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и обозначения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070, а обозначения показателей и индексов — по ГОСТ 27313.

4 Сущность методов

4.1 Метод А. Двухступенчатый метод определения общей влаги

Сущность метода заключается в высушивании пробы топлива на воздухе при комнатной температуре или в сушильном шкафу при температуре не более 40 °С до постоянной массы (первая ступень). Массовую долю внешней влаги определяют по потере массы пробы.

Воздушно-сухую пробу измельчают до крупности зерен не более 2,8 мм, сокращают до массы не менее 0,65 кг и определяют содержание влаги высушиванием навесок при 105 °С – 110 °С в токе азота (метод А1) или на воздухе (метод А2) до постоянной массы (вторая ступень). Массовую долю влаги в воздушно-сухой пробе определяют по потере массы навесок.

Массовую долю общей влаги рассчитывают как сумму внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива.

Примечания

1 Допускается называть влагу воздушно-сухого топлива остаточной влагой.

2 Допускается на второй ступени определения измельчать пробу до размера зерен не более 3 мм.

4.2 Метод В. Одноступенчатый метод определения общей влаги

Сущность метода заключается в измельчении пробы топлива до крупности кусков не более 11,2 мм или альтернативно — 10 мм и сокращении ее до минимальной массы 2,5 кг. Пробу высушивают в сушильном шкафу при 105 °С – 110 °С в атмосфере азота (метод В1) или на воздухе (метод В2) до постоянной массы. Массовую долю общей влаги рассчитывают по потере массы пробы.

Примечание — Допускается измельчать пробу топлива до крупности кусков не более 13 мм.

Допускается измельчить пробу топлива до крупности не более 2,8 мм и сократить ее до массы не менее 0,65 кг. Навеску пробы высушивают в сушильном шкафу при 105 °С – 110 °С в атмосфере азота (метод В3) или на воздухе (метод В4) до постоянной массы. Массовую долю общей влаги рассчитывают по потере массы навески.

5 Реактивы

Азот, газ по ГОСТ 9293, сухой, с содержанием кислорода менее 30 мкл/л (0,003 %). Поступающий в торговлю азот с содержанием влаги менее 5 мкл/л не требует дополнительной сушки.

6 Аппаратура

6.1 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 30 °С – 40 °С, с достаточной скоростью обмена воздуха (до 5 раз в час) или с естественной вентиляцией. Скорость потока воздуха должна быть такой, чтобы не происходил унос частиц топлива из лотка.

6.2 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С – 110 °С, оборудованный устройством для подачи потока азота со скоростью около 15 рабочих объемов в час. Рабочий объем сушильного шкафа, т. е. свободное внутреннее пространство, должен быть минимальным.

6.3 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С – 110 °С с достаточной скоростью обмена воздуха (до 5 раз в час) или с естественной вентиляцией. Скорость потока воздуха должна быть такой, чтобы не происходил унос частиц топлива из лотка.

6.4 Лотки для взвешивания пробы, изготовленные из термо- и коррозионно-стойкого материала. Размеры лотков должны быть такими, чтобы слой топлива не превышал 1 г/см².

6.5 Стаканчики для взвешивания с крышками (бюксы) из стекла по ГОСТ 25336 низкой формы. Допускается использовать стаканчики для взвешивания из коррозионно-стойкого материала с хорошо подогнанными крышками. Размеры бюксов должны быть такими, чтобы слой топлива не превышал 0,3 г/см². При навеске топлива 10 г диаметр бюкса составляет не менее 6 см. Условное обозначение: СН-60/14 ГОСТ 25336.

При подготовке к испытанию бюксы с крышками должны быть вымыты, пронумерованы, высушены до постоянной массы при 105 °С – 110 °С и взвешены. Бюксы должны храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Перед каждым взятием навески масса бюкса уточняется.

6.6 Эксикатор по ГОСТ 25336 с осушающим веществом.

6.7 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53288 с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01$ г.

6.8 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53288 с пределом допускаемой погрешности ± 1 мг.

6.9 Оборудование для измельчения пробы до размеров частиц не более 11,2 (или 10,0) мм и 2,8 мм и для сокращения и деления пробы до минимальной массы, необходимой для определения общей влаги.

Потери влаги при использовании оборудования должны быть минимальны.

6.10 Сита лабораторные по ГОСТ Р 51568.

Допускается использование сит с основными и дополнительными размерами ячеек. При основном размере 11,2 мм дополнительными являются 12,5 мм и 10 мм, а при основном размере 2,8 мм дополнительные — 3,15 мм и 2,5 мм.

Допускается использование сит с номинальным размером стороны ячейки в свету 3 мм и 13,0 мм.

7 Подготовка пробы

7.1 Общие положения

Приготовление пробы для определения общей влаги может быть проведено на месте отбора пробы или в лаборатории.

Если на месте отбора пробы имеется оборудование для разделки, пробу сразу после отбора целиком подсушивают до воздушно-сухого состояния, определяя внешнюю влагу, затем измельчают и сокращают, приготавливая таким образом пробу для определения влаги воздушно-сухого топлива в лаборатории.

Если на месте отбора оборудование для приготовления проб отсутствует, отобранную пробу целиком доставляют в лабораторию для определения общей влаги.

7.2 Отбор и приготовление проб

Отбор и приготовление проб проводят по ГОСТ 10742.

Минимальные значения массы пробы для определения общей влаги приведены в приложении А. Приведенные соотношения «максимальная крупность измельчения» — «минимальная масса пробы» должны сохраняться в процессе сокращения пробы для определения общей влаги.

7.3 Приготовление пробы на месте ее отбора

Метод А. Сразу после отбора пробу высушивают до воздушно-сухого состояния, затем ее измельчают до крупности не более 2,8 мм и сокращают. Минимальная масса измельченной воздушно-сухой пробы, поступающей в лабораторию, составляет не менее 0,65 кг (приложение А).

Метод В. Сразу после отбора пробу измельчают до крупности не более 11,2 мм и сокращают. Минимальная масса измельченной пробы, поступающей в лабораторию, составляет не менее 2,5 кг (приложение А).

Допускается сразу после отбора измельчить пробу до крупности не более 2,8 мм. После сокращения пробу массой не менее 0,65 кг передают в лабораторию для определения общей влаги.

7.4 Приготовление пробы, не разделанной на месте отбора

Пробу для определения общей влаги (методы А и В) сразу после отбора доставляют в лабораторию целиком в герметически закрытой таре. Масса пробы должна быть не меньше минимальной массы при соответствующей степени измельчения (приложение А).

П р и м е ч а н и е — Если проба настолько влажная, что на стенках тары конденсируется влага, тару высушивают и потерю массы учитывают.

Если масса исходной пробы настолько велика, что ее транспортирование в лабораторию невозможно, пробу на месте отбора, используя подсобные средства, быстро минимально измельчают и сокращают до размеров, позволяющих перенести ее в герметически закрывающуюся тару для доставки в лабораторию.

7.5 Меры по предотвращению потери влаги при отборе и приготовлении проб

Отбор и приготовление проб для определения общей влаги сопровождаются непрерывным изменением (уменьшением) содержания влаги в топливе. Для того, чтобы свести к минимуму потери влаги во время отбора и приготовления проб, необходимо соблюдать следующие меры предосторожности:

- все операции по приготовлению проб следует проводить механизированным способом, желательно с помощью комплексов проборазделочных машин, выполняющих последовательно весь цикл измельчения и деления проб;

- использовать оборудование для измельчения топлива, в котором не происходит нагревание пробы, а количество воздуха в рабочем пространстве — минимально;

- пробы для определения общей влаги должны храниться в герметично закрытой таре и, по возможности, в прохладном месте;

- при сокращении проб вручную все операции необходимо проводить быстро.

При поступлении проб в лабораторию следует убедиться в сохранности тары, а также в том, что масса пробы не изменилась и, следовательно, потери влаги не произошло.

8 Проведение испытания и обработка результатов

8.1 Метод А. Двухступенчатый метод определения общей влаги

8.1.1 Первая ступень определения общей влаги (определение внешней влаги)

Все взвешивания проводят на весах (6.7) с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01$ г.

Взвешивают сухой, пустой лоток (6.4). Помещают в лоток пробу топлива, отобранную для определения общей влаги (7.4). Масса пробы — см. в приложении А. Пробу распределяют в лотке ровным слоем так, чтобы плотность загрузки не превышала 1 г/см^2 . Если для этого одного лотка недостаточно, разрешается использовать два и более лотков.

Примечание — Крупные куски бурого угля допускается перед доведением до воздушно-сухого состояния раздробить до размера 20 мм.

Взвешивают лоток (лотки) с пробой и оставляют для свободной сушки в помещении с хорошей вентиляцией или помещают в сушильный шкаф (6.1) при комнатной температуре. После окончания основной сушки лоток (лотки) с пробой взвешивают и ставят для контрольного просушивания.

Чтобы сократить время высушивания на воздухе, пробу можно сушить в сушильном шкафу (6.1), нагретом до температуры не более $40 \text{ }^\circ\text{C}$. При этом перед каждым взвешиванием лоток (лотки) с пробой охлаждают, приводя в равновесие с температурой окружающей среды.

Время контрольного высушивания при комнатной температуре и при $40 \text{ }^\circ\text{C}$ составляет не менее 25 % от продолжительности основной сушки, но не менее 30 мин.

Сушку считают оконченной, а массу пробы постоянной, если потеря массы пробы за время контрольного высушивания не превысит 0,2 % от общей потери массы.

В течение сушки и после каждого взвешивания пробу на лотке осторожно перемешивают без потери материала.

Продолжительность высушивания углей низких стадий углефикации не должна превышать 18 ч из-за возможности их окисления.

Массовую долю внешней влаги W_{ex} , %, определяемую на первой ступени, рассчитывают по формуле:

$$W_{\text{ex}} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса пустого лотка (лотков), г;

m_2 — масса лотка (лотков) с пробой до сушки, г;
 m_3 — масса лотка (лотков) с пробой после сушки, г.

8.1.2 Вторая ступень определения общей влаги (определение влаги воздушно-сухого топлива). Метод А1 — высушивание в токе азота

Все взвешивания проводят на весах (6.8) с пределом допускаемой погрешности ± 1 мг.

Определение влаги на второй ступени метода проводят из пробы, высушенной до воздушно-сухого состояния и измельченной до максимального размера кусков 2,8 мм. Масса пробы составляет не менее 0,65 кг (приложение А).

Взвешивают сухой, пустой, чистый бюкс с крышкой (6.5). Помещают в бюкс (10 ± 1) г пробы и распределяют ровным слоем по дну бюкса. Взвешивают бюкс с крышкой и пробой.

Помещают открытый бюкс с пробой и отдельно крышку от него в сушильный шкаф (6.2), предварительно нагретый до $105\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$. Пробу сушат, пропуская через сушильный шкаф поток азота со скоростью около 15 объемов сушильной камеры в час. Началом сушки считают момент, когда температура в сушильном шкафу, понизившаяся при установке бюксов с навесками, снова поднимется до $105\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$. Продолжительность основного периода сушки составляет не менее 60 мин для каменных углей и горючих сланцев и 90 мин для бурых углей, лигнитов и антрацитов.

После окончания сушки бюксы закрывают крышками (внутри сушильной камеры), вынимают их из сушильного шкафа, охлаждают на металлической пластине 3 – 5 мин, а затем в эксикаторе (6.6) до комнатной температуры и взвешивают.

Проводят контрольные высушивания пробы в течение 30 мин.

Сушку считают оконченной, если потеря массы пробы за время контрольного высушивания не превысит 0,2 % от общей потери массы.

П р и м е ч а н и е — Разрешается закрывать бюксы крышками вне сушильной камеры, но эту процедуру необходимо проводить немедленно после извлечения бюксов из сушильного шкафа.

Массовую долю влаги воздушно-сухого топлива W_h , %, определяемую на второй ступени метода, рассчитывают по формуле:

$$W_h = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса пустого бюкса с крышкой, г;

m_2 — масса бюкса с крышкой и пробой до сушки, г;

m_3 — масса бюкса с крышкой и пробой после сушки, г.

За результат определения массовой доли влаги в воздушно-сухой пробе (вторая ступень метода) принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

8.1.3 Вторая ступень определения общей влаги (определение влаги воздушно-сухого топлива). Метод А2 — высушивание на воздухе

Испытание проводят по 8.1.2, за исключением того, что высушивание пробы проводят в сушильном шкафу (6.3) на воздухе, а не в токе азота. Скорость обмена воздуха до 5 раз в час.

При определении влаги воздушно-сухого топлива высушиванием на воздухе при $105\text{ }^\circ\text{C} - 110\text{ }^\circ\text{C}$ может обнаружиться, что масса пробы вначале уменьшается, но потом, после контрольных высушиваний, начинает увеличиваться в результате окисления топлива. В этом случае в расчет принимают наименьшую массу, полученную при сушке. Согласно разделу 1 массовую долю влаги в таком неустойчивом к окислению топливе необходимо определять в токе азота по 8.1.2.

8.1.4 Обработка результатов

Массовую долю общей влаги W_t , %, определяемую двухступенчатым методом, рассчитывают, исходя из массовой доли внешней влаги W_{ex} и массовой доли влаги воздушно-сухого топлива W_h , по следующей формуле:

$$W_t = W_{ex} + W_h \frac{100 - W_{ex}}{100}, \quad (3)$$

Результат вычисляют с точностью до 0,01 % и затем округляют до 0,1 %. В протоколе испытания указывают, что определение проведено по методу А1 или А2 настоящего стандарта (двухступенчатый метод).

8.2 Метод В. Одноступенчатый метод определения общей влаги

8.2.1 Метод В1. Высушивание пробы с крупностью кусков менее 11,2 мм в токе азота при 105 °С–110 °С

Все взвешивания проводят на весах (6.7) с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01$ г.

Исходную пробу измельчают до максимального размера кусков 11,2 мм и сокращают до массы не менее 2,5 кг. Альтернативно допускается измельчить пробу до крупности кусков не более 10 мм и сократить ее до массы 2 кг. От измельченной пробы отбирают не менее двух порций массой по 600 г каждая.

Взвешивают сухие пустые лотки (6.4). Помещают в лотки порции топлива, распределяя их ровным слоем так, чтобы плотность загрузки не превышала 1 г/см². Если одного лотка для порции топлива недостаточно, разрешается использовать два и более лотков.

Взвешивают лотки с пробой и помещают в сушильный шкаф (6.2), предварительно нагретый до 105 °С – 110 °С. Сушку проводят при 105 °С – 110 °С, пропуская через сушильный шкаф поток азота со скоростью около 15 объемов сушильной камеры в час.

Пробу сушат до постоянной массы. После окончания основной сушки лотки с пробой вынимают из шкафа и взвешивают в горячем состоянии настолько быстро, насколько это возможно (не более чем в течение 5 мин), чтобы избежать поглощения пробой влаги в процессе охлаждения.

Затем лотки с пробой вновь ставят в сушильный шкаф для контрольного просушивания. Время контрольного просушивания при 105 °С – 110 °С составляет не менее 25 % продолжительности основной сушки, но не менее 30 мин.

Сушку считают законченной, если потеря массы пробы за время контрольного просушивания не превышает 0,2 % от общей потери массы.

8.2.2 Метод В2. Высушивание пробы с крупностью кусков менее 11,2 мм на воздухе при 105 – 110 °С

Испытание проводят по 8.2.1, за исключением того, что пробу высушивают в сушильном шкафу (6.3) на воздухе, а не в токе азота. Скорость обмена воздуха — до 5 раз в час.

8.2.3 Обработка результатов

Массовую долю общей влаги W_t , %, определяемую одноступенчатыми методами В1 и В2, рассчитывают по формуле:

$$W_t = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100, \quad (4)$$

где m_1 — масса пустого лотка (лотков), г;

m_2 — масса лотка (лотков) с пробой до сушки, г;

m_3 — масса лотка (лотков) с пробой после сушки, г.

Результат определения общей влаги, представляющий собой среднее арифметическое двух параллельных определений, вычисляют с точностью до 0,01 % и округляют до 0,1 %. В протоколе испытания указывают, что определение общей влаги проведено по методу В1 или В2 настоящего стандарта (одноступенчатый метод).

8.2.4 Метод В3. Высушивание пробы с крупностью кусков не более 2,8 мм в токе азота при 105 °С – 110 °С

Исходную пробу измельчают до максимального размера кусков 2,8 мм и сокращают, причем минимальная масса пробы составляет не менее 0,65 кг.

Далее определение общей влаги одноступенчатым методом В3 проводят по 8.1.2.

8.2.5 Метод В4. Высушивание пробы с крупностью кусков не более 2,8 мм на воздухе при 105 °С – 110 °С

Определение общей влаги проводят по 8.2.4 за исключением того, что пробу высушивают в сушильном шкафу (6.3) на воздухе, а не в токе азота. Скорость обмена воздуха — до 5 раз в час.

При определении влаги высушиванием на воздухе может обнаружиться, что масса пробы вначале уменьшается, а затем, при контрольных просушиваниях, начинает увеличиваться в результате окисления топлива. В этом случае в расчет принимают наименьшую массу, полученную при сушке.

Согласно разделу 1 массовую долю влаги в таком неустойчивом к окислению топливе необходимо определять в токе азота по 8.2.4.

8.2.6 Обработка результатов

Массовую долю общей влаги W_t , %, определяемую одноступенчатыми методами В3 и В4, рассчитывают по формуле:

$$W_t = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100, \quad (5)$$

где m_1 — масса пустого бюкса с крышкой, г;

m_2 — масса бюкса с крышкой и пробой до сушки, г;

m_3 — масса бюкса с крышкой и пробой после сушки, г.

За результат определения массовой доли общей влаги одноступенчатыми методами В3 и В4 принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Результат вычисляют с точностью до 0,01 % и округляют до 0,1 %. В протоколе испытания указывают, что определение общей влаги проведено по методу В3 или В4 настоящего стандарта (одноступенчатый метод).

9 Прецизионность

9.1 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, полученные в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны различаться более, чем на величину предела повторяемости, приведенную в таблице 1.

9.2 Воспроизводимость

Поскольку влажность воздуха в разных лабораториях различна, не представляется возможным установить максимально допустимое расхождение между результатами определения внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива в разных лабораториях.

Результаты определения общей влаги, полученные в двух разных лабораториях из проб-дубликатов, приготовленных одновременно одним исполнителем из одной и той же пробы для определения общей влаги, не должны различаться более, чем на величину предела воспроизводимости, приведенную в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения общей влаги

Вид влаги	Повторяемость, %	Воспроизводимость, %
Влага воздушно-сухого топлива (методы А1 и А2)	0,3	Не устанавливается
Влага общая (методы В1, В2, В3, В4)	0,5	1,5

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- идентификацию пробы;
- результаты испытания с обязательным указанием, каким именно методом проводили определение;
- особенности, отмеченные в ходе определения;
- дату проведения испытания.

Приложение А (справочное)

Соотношение между крупностью и массой пробы для определения общей влаги

При отборе пробы для определения общей влаги и в процессе сокращения этой пробы должны соблюдаться следующие соотношения между максимальными размерами кусков топлива (крупностью) и минимальной массой пробы (ГОСТ Р ИСО 18283).

Т а б л и ц а А.1

Размер наибольших кусков топлива, мм, не более	Минимальная масса пробы для определения общей влаги, кг, не менее
300	3000
200	1100
150	500
125	350
90	125
75	95
63	60
50	35
45	25
38	17
31,5	10
22,4	7
16	4
11,2	2,5
10	2,0
8	1,5
5,6	1,2
4,0	1,0
2,8	0,65

УДК 662.6:543.812:006.354

ОКС 75.160.10

КП 03 2000

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, общая влага, бурый уголь, каменный уголь, антрацит, горючий сланец, двухступенчатые методы определения общей влаги, одноступенчатые методы определения общей влаги

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 886.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru