
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52911—
2020

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей влаги

(ISO 589:2008, Hard coal — Determination of total moisture, MOD)
(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
2021

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Топливо твердое минеральное»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2020 г. № 1322-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международным стандартам ИСО 589:2008 «Уголь каменный. Определение общей влаги» (ISO 589:2008 «Hard coal — Determination of total moisture», MOD) и ИСО 5068-1:2007 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги» (ISO 5068-1:2007 «Brown coals and lignites — Determination of moisture content — Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей национальной стандартизации, выделенных в тексте курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 52911—2013

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2021

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

Введение

Влага — важный параметр качества топлива. Содержание влаги в топливе не является абсолютной величиной, так как изменяется в процессе его добычи, переработки и хранения. Содержание влаги также в значительной степени зависит от способа отбора и подготовки пробы топлива 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 предотвращения 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, определяют 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: ИСО 589:2008 «Уголь каменный. Определение общей влаги» и ИСО 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», «Средства измерения, испытательное и вспомогательное оборудование», «Реактивы» и «Подготовка пробы» изложены в настоящем стандарте и международных стандартах одинаково.

Основное отличие примененных международных стандартов заключается в том, что в ИСО 5068-1 для бурых углей и лигнитов предусмотрено высушивание при температуре 105 °С—110 °С только в атмосфере азота, а в ИСО 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 ИСО 589 и ИСО 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 температуре 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 (методы В3 и В4).

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей влаги

Solid mineral fuel. Determination of total moisture

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лигниты, бурые, каменные угли и антрацит, горючие сланцы и брикеты (далее — топливо, 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 температуры 105 °С—110 °С.

Примечание — 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 температуре 105 °С—110 °С на воздухе масса навески при контрольных просушиваниях не увеличивается, топливо можно отнести к устойчивым к окислению в этих условиях.

Определение общей влаги в бурых, каменных углях и антрацитах в диапазоне от 1 % до 50 % допускается проводить по ГОСТ 8.649. В случае возникновения разногласий используют метод определения общей влаги по настоящему стандарту.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.649 Государственная система обеспечения единства измерений. Угли бурые, каменные и антрацит. Инфракрасный термогравиметрический метод определения общей влаги

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3306 Сетки с квадратными ячейками из стальной рифленой проволоки. Технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

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

ГОСТ 9815 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб
ГОСТ 10742 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 11223 Угли бурые и каменные. Метод отбора проб бурением скважин

ГОСТ 16094 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора эксплуатационных проб

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27313 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива

ГОСТ 33814 Угли и продукты их переработки. Отбор проб со склада

ГОСТ ISO 13909-2 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков

ГОСТ ISO 13909-3 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 59248 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ Р 59252 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

ГОСТ Р 59253 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора эксплуатационных проб

ГОСТ Р 59254 Угли бурые и каменные. Метод отбора проб бурением скважин

ГОСТ Р ИСО 18283 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

Примечание — 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 ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070, ГОСТ Р ИСО 18283, а обозначения показателей и индексов — по ГОСТ 27313.

4 Сущность методов

4.1 Метод А. Двухступенчатый метод определения общей влаги

Метод А применяют, если влажность объединенной пробы настолько велика, что разделка пробы механическим способом затруднена или вообще невозможна, а потери влаги при этом неизбежны.

Сущность метода заключается в следующем:

- первая ступень — высушивание всей или сокращенной объединенной пробы топлива на воздухе при температуре помещения или в сушильном шкафу при температуре не более 40 °С до постоянной массы (определение внешней влаги). Массовую долю внешней влаги определяют по потере массы пробы;

- вторая ступень — измельчение пробы, полученной на первой ступени, до крупности зерен не более 2,8 (3) мм, сокращение ее до массы не менее 0,65 кг и высушивание навесок при температуре 105 °С—110 °С в токе азота (метод А1) или на воздухе (метод А2) до постоянной массы (определение влаги воздушно-сухой пробы). Массовую долю влаги в воздушно-сухой пробе определяют по потере массы навесок.

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

4.2 Метод В. Одноступенчатый метод определения общей влаги

Метод В применяют для определения общей влаги в топливе, влажность и крупность кусков которого позволяют перед испытанием быстро измельчить топливо без потери влаги.

Объединенную пробу топлива измельчают до размера кусков крупностью не более 11,2 (10) мм или 13 мм и сокращают до минимальной массы 2,5 кг в соответствии с таблицей А.1. Сокращенную пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре 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.

Если позволяет оборудование, объединенную пробу топлива допускается сразу измельчить до размера кусков крупностью не более 2,8 (3) мм и сократить ее до массы не менее 0,65 кг. Навеску пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре 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

5.1 Газообразный азот по ГОСТ 9293, с содержанием кислорода менее 0,003 % об. Поступающий в торговлю азот с содержанием влаги менее 0,0005 % не требует дополнительной сушки.

5.2 Осушающие вещества, в качестве которых используют:

- кальций хлористый кальцинированный гранулированный по ГОСТ 450, прокаленный, или
- силикагель по ГОСТ 3956 свежий или свежерегенерированный.

6 Средства измерения, испытательное и вспомогательное оборудование

6.1 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую и равномерную температуру нагрева в пределах 30 °С — 40 °С, с регулируемой скоростью обмена воздуха (до пяти объемов рабочей камеры 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 и равномерную температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С, оборудованный устройством для регулируемой подачи потока сухого азота со скоростью около 15 рабочих объемов камеры в час.

6.3 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую и равномерную температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С, с достаточной и регулируемой скоростью обмена воздуха (до пяти объемов рабочей камеры 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 проб, изготовленные из термо- и коррозионно-стойкого материала.

6.5 Стаканчики с крышками для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336. Допускается использовать стаканчики из стекла других типов или стаканчики с хорошо подогнанными крышками из коррозионно-стойкого материала. Размеры стаканчиков для взвешивания должны быть такими, чтобы отношение массы пробы топлива к площади дна стаканчика не превышала 0,3 г/см².

При подготовке к испытанию стаканчики с крышками должны быть вымыты, пронумерованы, высушены до постоянной массы при температуре 105 °С — 110 °С. Стаканчики для взвешивания должны храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Перед каждым взятием навески определяют массу пустого стаканчика.

6.6 Эксикатор по ГОСТ 25336.

6.7 Весы класса точности III по ГОСТ Р 53228 с максимальной нагрузкой и ценой деления шкалы, позволяющими взвешивать пробы различной массы в соответствии с таблицей А.1 с точностью до 0,05 % от массы пробы.

6.8 Весы лабораторные класса точности II по ГОСТ Р 53228 с ценой деления шкалы 0,001 г (1 мг).

6.9 Весы лабораторные класса точности II по ГОСТ Р 53228 с ценой деления шкалы 0,01 г (10 мг).

6.10 Оборудование по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 18283 и ГОСТ Р 59248 для измельчения пробы до размеров частиц не более 22,4 или 20 (25) мм, 11,2 (10,0) мм или 13 мм и 2,8 (3) мм и для сокращения и деления пробы до минимальной массы, необходимой для определения общей влаги.

Потери влаги при использовании оборудования должны быть минимальны.

Допускается использование сит с основными и дополнительными размерами ячеек по ГОСТ Р 51568. При основном размере 22,4 мм допускается использование сит 20 и 25 мм, при основном размере сит 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 сетками по ГОСТ 3306. Взамен сита с размерами ячейки 2,8 мм разрешается применять сетку ЧР № 3 с номинальным размером стороны ячейки в свету 3 мм, а взамен сит с размером ячейки 11,2 мм — сетку Р № 13 с номинальным размером стороны ячейки в свету 13,0 мм.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены, испытательное оборудование — аттестовано.

7 Подготовка пробы

7.1 Общие положения

7.1.1 Подготовка пробы для определения общей влаги может быть проведена на месте отбора пробы или в лаборатории.

7.1.2 Помещения для обработки проб должны быть хорошо освещенными, защищенными от прямых солнечных лучей и излучающих тепло поверхностей, оборудованными приточно-вытяжной вентиляцией и обособленными от других производственных помещений.

7.1.3 Микроклимат помещения для проведения испытаний должен соответствовать следующим требованиям:

- температура окружающего воздуха — $(22 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- влажность воздуха при температуре $25 ^\circ\text{C}$ — не более 80 %.

Условия при проведении взвешивания навесок должны соответствовать условиям, указанным в эксплуатационной документации на весы конкретного типа.

7.1.4 Опробование топлива может предполагать использование опасных материалов, операций, оборудования и возникновение опасных ситуаций.

При работе с пробами и оборудованием для их подготовки и испытаний необходимо соблюдать требования безопасности в соответствии с рекомендациями [1].

7.2 Отбор и приготовление проб

Отбор проб топлива осуществляют по ГОСТ 9815, ГОСТ 10742, ГОСТ 11223, ГОСТ 16094, ГОСТ 33814, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ Р ИСО 18283, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253, ГОСТ Р 59254.

Подготовку пробы для анализа проводят по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 18283 и ГОСТ Р 59248.

Минимальные значения массы пробы для определения общей влаги приведены в таблице А.1. Указанные соотношения максимального размера кусков топлива и минимальной массы пробы должны сохраняться в процессе сокращения пробы для определения общей влаги.

7.3 Приготовление пробы на месте ее отбора

7.3.1 Метод А

Сразу после отбора объединенную пробу высушивают до воздушно-сухого состояния. Допускается крупные куски объединенной пробы перед доведением до воздушно-сухого состояния раздробить вручную, используя подручные средства, до крупности, позволяющей сократить объединенную пробу в соответствии с приложением А.

Вычисляют потерю пробой влаги в результате сушки, выраженную в процентах (внешняя влага). Затем пробу измельчают до крупности не более 2,8 (3) мм и сокращают. Минимальная масса измельченной воздушно-сухой пробы, поступающей в лабораторию, должна составлять не менее 0,65 кг.

Пробу передают в лабораторию для определения влаги воздушно-сухой пробы. Пробу снабжают этикеткой, в которой наряду с другой, идентифицирующей пробу информацией, записывают результат определения внешней влаги пробы W_{ex} в процентах.

7.3.2 Метод В

Сразу после отбора пробу измельчают до крупности не более 11,2 (10 или 13) мм и сокращают. Минимальная масса измельченной пробы, поступающей в лабораторию, должна составлять не менее 2,5 кг.

Допускается сразу после отбора измельчить пробу до крупности не более 2,8 (3) мм. После сокращения пробу массой не менее 0,65 кг передают в лабораторию для определения общей влаги.

7.4 Подготовка пробы, не разделанной на месте отбора

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

Если масса исходной пробы настолько велика, что ее транспортирование в лабораторию невозможно, пробу на месте отбора, используя подсобные средства, быстро минимально измельчают. После этого пробу сокращают в соответствии с приложением А и доставляют в лабораторию в герметично закрытой таре.

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 (6.10), 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;

- при сокращении проб вручную все операции необходимо проводить быстро;

- пробы для определения общей влаги помещают в герметично закрытую тару;

- до проведения испытаний пробы предпочтительно хранить при температуре, не превышающей ту, при которой они были отобраны, в месте, исключающем попадание прямых солнечных лучей.

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.

Определение влаги должно быть проведено как можно быстрее после отбора пробы.

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 по 6.7. Взвешивают сухой, пустой лоток (6.4).

Если пробу готовят на месте ее отбора, внешнюю влагу определяют на месте отбора по 7.3.1.

Пробу топлива, отобранную для определения общей влаги в соответствии с 7.2 и 7.4, помещают в лоток. Размеры лотков должны быть такими, чтобы толщина слоя топлива, помещенного в лотки, не превышала *более чем в 1,5 раза максимальный размер кусков*.

Если для этого одного лотка недостаточно, разрешается использовать два лотка и более.

Примечание — Если проба настолько влажная, что на стенках тары конденсируется влага, тару высушивают и потерю массы учитывают.

Взвешивают лоток (лотки) с пробой и оставляют для свободной сушки в хорошо проветриваемом помещении при температуре $(22 \pm 5) ^\circ\text{C}$. После окончания основной сушки лоток (лотки) с пробой взвешивают и повторно оставляют для контрольного просушивания.

Чтобы сократить время высушивания на воздухе, пробу можно сушить в сушильном шкафу (6.1), нагретом до температуры не более $40 ^\circ\text{C}$. После окончания основной сушки лоток (лотки) с пробой взвешивают и повторно ставят для контрольного просушивания.

Перед каждым взвешиванием лоток (лотки) с пробой охлаждают, приводя в равновесие с температурой окружающего воздуха.

Время контрольного высушивания при свободной сушке в помещении и при температуре $40 ^\circ\text{C}$ 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 метаморфизма не должна превышать 18 ч из-за возможности их окисления.

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

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

где m_1 — масса пустого лотка(ов), г;
 m_2 — масса лотка(ов) с пробой до сушки, г;
 m_3 — масса лотка(ов) 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 по 6.8 с ценой деления шкалы 0,001 г (1 мг).

Определение влаги на второй ступени метода проводят из пробы, приготовленной на месте отбора по 7.3.1, или из пробы, высушенной до воздушно-сухого состояния по 8.1.1, измельченной до максимального размера кусков 2,8 (3) мм и сокращенной до массы не менее 0,65 кг (см. приложение А).

Взвешивают сухой, пустой, чистый стаканчик для взвешивания с крышкой (6.5). Помещают в него (10 ± 1) г пробы и распределяют ровным слоем по дну стаканчика. Взвешивают стаканчик с крышкой и пробой.

Помещают открытый стаканчик для взвешивания с пробой и отдельно крышку от него в сушильный шкаф (6.2), предварительно нагретый до температуры 105 °С — 110 °С. Пробу сушат, пропуская через сушильный шкаф поток азота (5.1) со скоростью около 15 рабочих объемов камеры в час. Началом сушки считают момент, когда температура в сушильном шкафу, понизившаяся при установке стаканчиков для взвешивания с навесками, снова поднимется до температуры 105 °С — 110 °С. Продолжительность основного периода сушки составляет не менее 60 мин для каменных углей и горючих сланцев и 90 мин — для лигнитов, бурых углей и антрацитов.

После окончания сушки стаканчики для взвешивания закрывают крышками внутри камеры сушильного шкафа, вынимают их из сушильного шкафа, охлаждают на металлической пластине 3—5 мин, а затем в эксикаторе (6.6) с осушающим веществом (5.2) до комнатной температуры и взвешивают.

Примечание — Если размер камеры сушильного шкафа не позволяет закрыть стаканчики крышками внутри камеры, разрешается закрывать стаканчики вне ее, но эту процедуру необходимо проводить немедленно после извлечения стаканчиков из сушильного шкафа.

Проводят контрольные высушивания пробы в течение 30 мин каждое.

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

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

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

где m_1 — масса пустого стаканчика для взвешивания с крышкой, г;
 m_2 — масса стаканчика для взвешивания с крышкой и пробой до сушки, г;
 m_3 — масса стаканчика для взвешивания 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 пяти объемов рабочей камеры в час.

При определении влаги воздушно-сухого топлива высушиванием на воздухе при температуре 105 °С — 110 °С может обнаружиться, что масса пробы вначале уменьшается, но потом, при контрольных высушиваниях, 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_r , %, определяемую двухступенчатым методом, рассчитывают исходя из массовой доли внешней влаги W_{ex} и массовой доли влаги воздушно-сухого топлива W_n по формуле

$$W_r = W_{ex} + W_n \frac{100 - W_{ex}}{100}. \quad (3)$$

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 (10) мм или 13 мм в токе азота при температуре 105 °С — 110 °С

Все взвешивания проводят на весах по 6.9.

Определение проводят из пробы крупностью не более 11,2 (10 или 13) мм, приготовленной на месте отбора по 7.3.2, или из пробы, отобранной по 7.2 и 7.4, после ее измельчения до максимального размера кусков 11,2 (10) мм или 13 мм и сокращения до массы не менее 2,5 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 отношение массы пробы топлива к площади дна лотка не превышало 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 температуры 105 °С — 110 °С. Сушку проводят при этой температуре, пропуская через сушильный шкаф поток азота (5.1) со скоростью около 15 рабочих объемов 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 температуре 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 (10) мм или 13 мм на воздухе при температуре 105 °С — 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 пяти объемов рабочей камеры в час.

8.2.3 Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса пустого лотка(ов), г;

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

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

Результат определения общей влаги, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов 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 (3) мм в токе азота при температуре 105 °С — 110 °С

Определение проводят из пробы крупностью не более 2,8 (3) мм, приготовленной на месте отбора по 7.3.2, или из пробы, отобранной по 7.2 и 7.4, после ее измельчения до максимального размера кусков 2,8 (3) мм и сокращения до массы 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 (3) мм на воздухе при температуре 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 пяти объемов рабочей камеры 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

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

где m_1 — масса пустого стаканчика для взвешивания с крышкой, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с крышкой и пробой до сушки, г;

m_3 — масса стаканчика для взвешивания с крышкой и пробой после сушки, г.

За результат определения массовой доли общей влаги одноступенчатыми методами В3 и В4 принимают среднееарифметическое 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 Предел повторяемости

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 Предел воспроизводимости

Поскольку влажность воздуха в разных лабораториях различна, не представляется возможным установить максимально допустимое расхождение между результатами определения внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива по двухступенчатому методу (метод А) в разных лабораториях.

Результаты определения общей влаги по одноступенчатому методу (метод В), полученные в двух разных лабораториях из дубликатов, приготовленных 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	Предел повторяемости r , %	Предел воспроизводимости R , %
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;
- дату и время отбора пробы и/или проведения испытания;
- результаты испытания с обязательным указанием, каким именно методом проводили испытание;
- особенности, отмеченные в ходе испытания;
- фамилию и подпись лица (лиц), проводившего(их) отбор, подготовку проб и испытания;
- иную информацию, принятую в соответствии с требованиями Росаккредитации или требованиями, установленными на предприятии.

Приложение А
(справочное)

**Минимальная масса пробы для определения общей влаги
в зависимости от размеров кусков топлива**

При отборе пробы для определения общей влаги и в процессе ее подготовки к испытанию (измельчения и сокращения) должны соблюдаться соотношения между максимальными размерами кусков топлива (крупностью) и минимальной массой пробы, приведенные в таблице А.1 (ГОСТ Р ИСО 18283).

Таблица А.1

Максимальный размер 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

**Приложение ДА
(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов
международным стандартам, использованным в качестве ссылочных
в примененном международном стандарте**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного/ национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO 13909-2—2018	IDT	ISO 13909-2:2016 «Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков»
ГОСТ ISO 13909-3—2018	IDT	ISO 13909-3:2016 «Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий»
ГОСТ Р ИСО 18283—2010	IDT	ISO 18283:2006 «Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб»
<p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.</p>		

Библиография

- [1] ПНД Ф 12.13.1-03 Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.12.2020. Подписано в печать 19.01.2021. Формат 60×84^{1/8}. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru