

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

МЕТОД ПРЯМОГО ОБЪЕМНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ

Издание официальное



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 179 «Уголь и продукты его переработки», Комплексным научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом обогащения горючих ископаемых (ИОТП)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|--------------------------|---|
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Белстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Туркменистан | Туркменгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст ИСО 1015—92 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Прямой объемный метод» и содержит дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 28 декабря 1995 г. № 652 межгосударственный стандарт ГОСТ 30100—93 (ИСО 1015—92) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

| | | |
|----|---|---|
| 1 | Назначение и область применения | 1 |
| 2 | Нормативные ссылки | 1 |
| 3 | Сущность метода | 2 |
| 4 | Реактивы | 2 |
| 5 | Аппаратура | 2 |
| 6 | Подготовка пробы | 3 |
| 7 | Проведение испытания | 4 |
| 8 | Обработка результатов | 5 |
| 9 | Точность метода | 6 |
| 10 | Протокол испытания | 6 |

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

Метод прямого объемного определения влаги

Brown coals and lignites.
Method of direct volumetric determination of moisture

Дата введения 1997—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает прямой объемный метод определения влаги в бурых углях и лигнитах. Метод применим для определения общей влаги, влаги воздушно-сухого топлива в пробе с крупностью кусков менее 3 мм, а также влаги аналитической пробы.

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 9880—76 Тoluол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 10742—71* Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и обработка проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 27314—91 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги

ГОСТ 29085—91 Угли бурые и лигниты. Методы косвенного гравиметрического определения влаги

* Допускается до введения ИСО 1988 в качестве государственного стандарта.

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Бурый уголь или лигнит нагревают в колбе с обратным холодильником с кипящим толуолом или ксилолом. Влага увлекается с парами толуола или ксилола и попадает в холодильник, соединенный с градуированным приемником. В приемнике вода отделяется, образуя нижний слой, а избыток толуола или ксилола возвращается в перегонную колбу посредством перелива через отводную трубку. Массовую долю влаги вычисляют по массе навески взятой пробы и объему собранной воды.

Примечание — Результаты, полученные для бурых углей и лигнитов, при использовании толуола и ксилола могут быть неидентичны, но расхождение между результатами должно находиться в допустимых пределах (см. 9). Предпочтительно использовать толуол вместо ксилола, так как последний может вызвать выделение влаги из функциональных групп угля.

Это важно при сравнении результатов определения влаги по данному методу с другими методами по ГОСТ 29085.

Ксилол и толуол воспламенимы, оказывают раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

4 РЕАКТИВЫ

В процессе определения используют реактивы квалификации не ниже ч.д.а. и дистиллированную воду.

4.1 Толуол с точкой кипения 110 °С.

4.2 Ксилол с пределом кипения 135—140 °С.

Примечание — Ввиду низкой растворимости воды в толуоле или ксилоле малейшая ошибка в определении будет возрастать от изменений условий насыщения используемого реактива.

Для сведения этой ошибки к минимуму рекомендуется при проведении определения использовать реактив в тех условиях, что и при калибровании прибора.

5 АППАРАТУРА

Применяемая мерная аппаратура должна быть точно отградуирована.

5.1 Шарообразная перегонная колба с коротким горлом вместимостью не менее 500 см³.

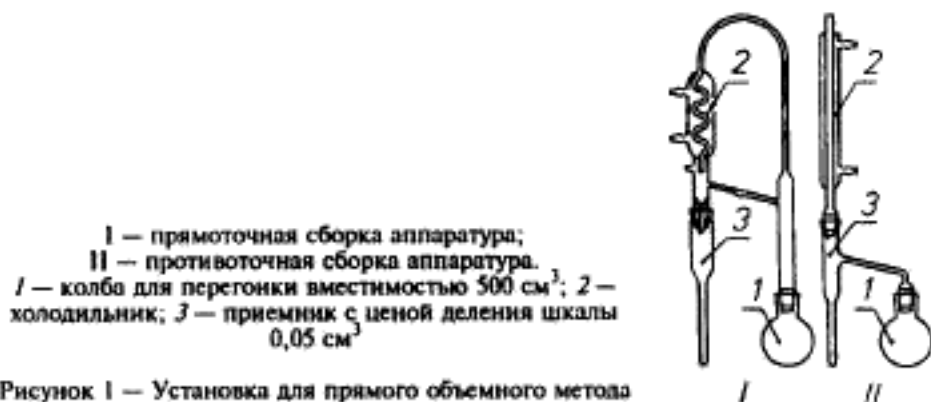
5.2 Холодильник с длиной водяного покрытия не менее 200 см³, внутренняя трубка установлена так, чтобы конденсат стекал по каплям в центр приемника, не попадая на его внутренние стенки.

5.3 Градуированный приемник для конденсата с ценой деления 0,1 см³ (0,05 см³).

Холодильник, приемник и колба соединены с помощью шлифов.

Водосливная трубка, соединенная с приемником или нижней частью холодильника, позволяет возвращать реактив в перегонную колбу.

Сборка аппаратуры может быть прямоточной или противоточной согласно рисунку 1.



1 — прямоточная сборка аппаратура;
 II — противоточная сборка аппаратура.
 1 — колба для перегонки вместимостью 500 см³; 2 —
 холодильник; 3 — приемник с ценой деления шкалы
 0,05 см³

Рисунок 1 — Установка для прямого объемного метода определения влаги

Примечание — Приемник и холодильник должны быть чистыми, для этого их обрабатывают крепким раствором бихромата калия в серной кислоте.

5.4 Стекланные трубки в виде отрезков диаметром 5 мм и длиной 5 мм с острыми краями, или другие соответствующие средства, предотвращающие сильное кипение.

5.5 Распылительная трубка из стекла, через которую можно подавать реактив для смыва внутренней поверхности холодильника. При противотоке следует соблюдать меры предосторожности.

5.6 Бюретка для калибровки с ценой деления шкалы 0,05 см³.

5.7 Весы с точностью взвешивания 10 мг.

6 ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

6.1 Пробу для определения общей влаги измельчают до прохождения через сито 3 мм с квадратными (круглыми) отверстиями. Если используют дробилки, предотвращающие потерю влаги, пробу можно измельчать непосредственно; в противном случае пробу перед измельчением следует довести до приблизительного равновесия с влажностью окружающей атмосферы, определить содержание внешней влаги по ГОСТ 27314. В этом случае применяют формулу для вычисления общей влаги, приведенную в примечании.

Проба, полученная в запечатанном воздухонепроницаемом контейнере, должна весить не менее 150 г.

Примечание — Если перед дроблением проводят процесс воздушной сушки, общую влагу (W_i) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$W_i = X + W \left(1 - \frac{X}{100} \right),$$

где X — потеря массы исходной пробы при воздушной сушке, %;

W — влага воздушно-сухого топлива, %.

6.2 Для определения влаги в аналитической пробе ее измельчают до прохождения через сито 0,2 мм и высушивают на воздухе.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1 Калибровка прибора

Каждый прибор калибруют дистилляцией серии точно известных объемов воды, отмеренных бюреткой и охватывающих диапазон содержания влаги, подобный встречающимся в пробах (например 2,5; 7,5; 15 см³). Строят график зависимости объемов отмеренной воды в кубических сантиметрах и объемов полученной воды в приемнике.

При замене каких-либо реактивов или деталей прибора калибрование следует повторить.

7.2 Испытуемая навеска

Перед началом определения влаги в аналитической пробе воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин предпочтительно механическим способом.

Взвешивают с точностью до 0,01 г около 50 г пробы (или 25 г, если ожидаемая влага угля превысит 20 %) и помещают в чистую перегонную колбу. Добавляют 200 см³ толуола (п. 4.1), смывая частички пробы, прилипшие к шейке или стенкам колбы.

Примечание — Размер приемника должен соответствовать массе навески. Обычно конденсат должен занимать не менее одной трети градуированного приемника.

7.3 Определение

Наполняют приемник *толуолом*. В перегонную колбу помещают два или три отрезка стеклянной трубки *или другие средства*, предотвращающие сильное кипение, и собирают прибор. После подачи воды в холодильник перегонную колбу медленно и равномерно нагревают так, чтобы ее содержимое достигло точки кипения примерно через 15 мин.

Температуру нагрева регулируют таким образом, чтобы скорость дистилляции составила 2—4 капли в 1 с.

Дистилляцию продолжают еще в течение 10 мин, пока стекающий толуол не станет прозрачным, стекание по каплям прекратится и объем воды в приемнике не перестанет увеличиваться.

Молодые бурые угли и лигниты надо дистиллировать не менее 60 мин. За несколько минут до окончания дистилляции прекращается подвод воды в холодильник, чтобы пары толуола смыли капли воды, прилипшие к внутренней поверхности прибора.

Если используют холодильник с потоком пара, направленным вверх, капли воды, приставшие к внутренней поверхности холодильника или к верхней части приемника смывают используемым реактивом с помощью распылительной трубки и дистилляцию продолжают в течение времени, необходимого для того, чтобы вся вода, смытая реактивом в перегонную колбу, была перегнана в приемник.

После охлаждения конденсата в градуированном приемнике до комнатной температуры капли воды, случайно прилипшие к внутренней поверхности градуированного приемника, снимают, например стеклянной палочкой с каучуковым бабшмаком, и измеряют объем воды, собранной в приемнике.

В случае неясности границы верхнего слоя в приемнике последний погружают на 20 мин в водяную баню с температурой 60 °С, и после охлаждения до температуры помещения вычитывают объем воды.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Массовую долю влаги (W) в анализируемой пробе в процентах (принимая, что плотность воды составляет 1 г/см³), вычисляют по формуле

$$W = \frac{V_c}{m} \cdot 100,$$

где m — масса испытуемой навески, г;

V_c — объем выделившейся воды с поправкой, полученной по графику, см³ (7.1).

Полученный результат представляет:

а) массовую долю общей влаги в пробе в процентах, если ее предварительно не высушивали на воздухе, или

б) остаточную массовую долю влаги в процентах, если в подготовку пробы была включена процедура воздушной сушки (см. примечание к 6.1), или

в) массовую долю влаги в аналитической пробе в процентах. Окончательный результат вычисляют с погрешностью не более 0,1 %.

8.2 Для целей классификации пересчет массовой доли общей влаги бурых углей в рабочем состоянии на беззольное состояние (W_1^{af}) проводят по формуле

$$W_1^{af} = \frac{100 \cdot W_1}{100 - A'}$$

где A' — зольность в рабочем состоянии, %.

9 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

9.1 Повторяемость

Допускаемое расхождение между единичными определениями, проведенными в одной лаборатории в двух отдельных пробах, отобранных одновременно в соответствии с требованиями ГОСТ 10742, не должно превышать значений, указанных в таблице.

9.2 Воспроизводимость

Допускаемое расхождение между единичными определениями, проведенными в разных лабораториях на двух отдельных пробах на влагу, отобранных одновременно в соответствии с требованиями ГОСТ 10742, не должно превышать значений, указанных в таблице.

Т а б л и ц а

| Массовая доля влаги | Максимальное допускаемое расхождение между результатами | |
|---------------------|---|-------------------|
| | повторяемость | воспроизводимость |
| Менее 20 | 0,4 % абс. | 0,8 % абс. |
| 20 % и выше | 2,0 % отн. | 4,0 % отн. |

9.3 Если результаты двух параллельных определений превышают допускаемые расхождения, проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

10 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

- ссылку на используемый метод;
- результаты и метод их выражения;
- отклонения, отмеченные в процессе определения;
- любые операции, не включенные в настоящий стандарт;
- используемый реактив и степень его насыщения (т.е. влажный или сухой).

УДК 642.1.001.4:006.354 ОКС 73.040 А19 ОКСТУ 0309

Ключевые слова: угли бурые, лигниты, испытание, влага

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Издлиц № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.02.96. Подписано в печать 25.04.96
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 200 экз. С3394 Зак 197

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6