ГОСТ 29085—91
(ИСО 5068—83)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

## МЕТОДЫ КОСВЕННОГО ГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ

Издание официальное

БЗ 1—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.332.001.4:006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

## Методы косвенного гравиметрического определения влаги

ГОСТ 29085—91

(ИСО 5068—83)

Brown coals and lignites.
Determination of moisture content. Indirect gravimetric method

МКС 73.040
ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.93

## 0. ВВЕДЕНИЕ

Бурые угли и лигниты гигроскопичны, поэтому содержание влаги в них зависит от влажности атмосферы. В связи с этим содержание влаги в аналитической пробе следует определять всякий раз при взвешивании навесок для других аналитических определений (выхода летучих, теплоты сгорания по бомбе, содержания углерода, водорода и т.д.).

Примечание. Дополнение и изменения, допускаемые к применению в народном хозяйстве в комплексе с требованиями настоящего стандарта, приведено в приложении 2.

## 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает косвенные гравиметрические методы определения содержания влаги в бурых углях и лигнитах. Альтернативный прямой объемный метод приведен в ГОСТ 30100. Стандарт устанавливает два основных метода:

а) одностадийный — для определения общей влаги в пробе, отобранной специально для определения содержания влаги, или в пробе, отобранной из общей пробы для определения содержания влаги;

б) двухстадийный — для определения остаточной влаги, а также, при необходимости, содержания общей влаги в пробе, отобранной специально для этого анализа, или в пробе, отобранной из общей пробы для определения содержания влаги.

Содержание влаги в аналитической пробе определяется одностадийным методом.

## 2. ССЫЛКИ

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

ГОСТ 30100—93 (ИСО 1015—92) Угли бурые и лигниты. Метод прямого объемного определения влаги.

## 3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

### 3.1. Одностадийный метод

Пробу, измельченную в закрытой мельнице, высушивают до постоянной массы при температуре 105—110 °С в азотной печи в токе азота, не содержащего влаги и кислорода. Общее содержание влаги вычисляют по потере массы пробы.

* Применение ГОСТ 10742—71 допускается до введения ИСО 5069-1—83, ИСО 5069-2—83 в качестве государственных стандартов.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

**3.2. Двухстадийный метод**

Грубо измельченную пробу высушивают на воздухе при комнатной температуре или в сушильном шкафу при более высокой температуре, но не выше 40 °С, до достижения равновесия с влагой окружающей среды. (Если необходимо знать содержание общей влаги в пробе, определяют потерю массы на начальной стадии высушивания).

Затем пробу высушивают до постоянной массы в условиях, предусмотренных в п. 3.1, и содержание остаточной влаги вычисляют по потере массы на конечной стадии высушивания. (Содержание общей влаги вычисляют по потере массы на двух стадиях сушки).

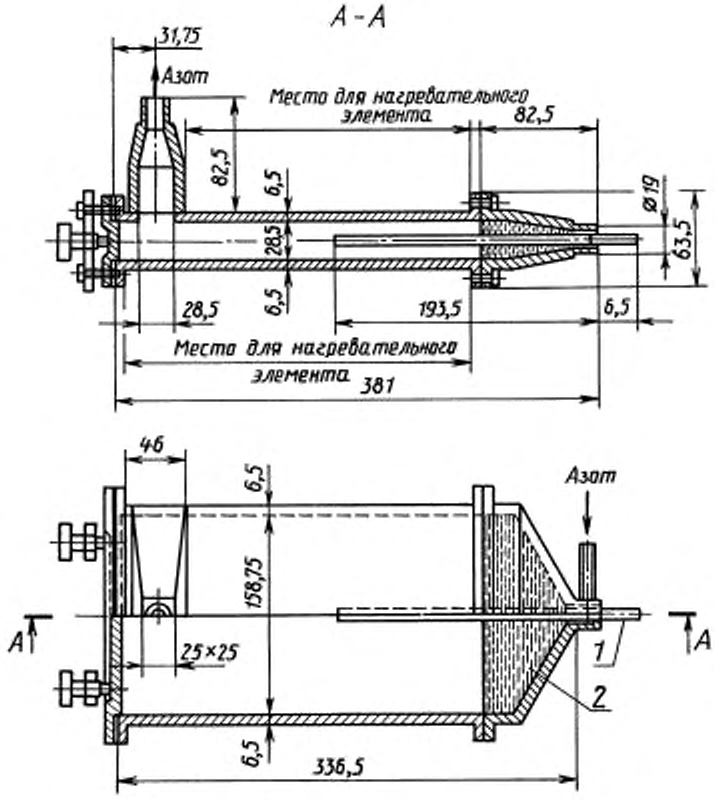
**3.3. Метод определения содержания влаги в аналитической пробе**

Навеску, отобранную из пробы для других определений, высушивают до постоянной массы в условиях, предусмотренных в п. 3.1, и вычисляют содержание влаги по потере массы навески. Данное содержание влаги используют для пересчета результатов других определений на сухую массу.

## 4. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

4.1. Азотная печь, в которой поддерживается постоянная температура от 105 до 110 °С, снабженная приспособлением для подачи тока сухого азота, очищенного от кислорода, со скоростью, достаточной для 15-кратного обмена атмосферы в течение 1 ч. Такая печь представлена на черт. 1.

**Азотная печь**




*1* — трубка термометра; *2* — медная сетка (размер отверстий 0,25 мм)

Черт. 1

4.2. Сушильный шкаф с электрическим или газовым обогревом до температуры (35±5) °С и механической вентиляцией.

4.3. Коррозионно-устойчивый противень. Размеры противня должны позволять высушивать на нем пробу, толщина слоя которой не должна превышать 20 мм.

4.4. Бюксы для взвешивания.

Низкая бюкса из кварца или стекла с притертой крышкой или низкая бюкса из коррозионно-устойчивого и теплостойкого материала с хорошо пригнанной крышкой. Бюкса должна иметь такой диаметр, чтобы масса слоя не превышала 0,15 г/см$^2$ при навеске аналитической пробы от 1 до 2 г или 0,30 г/см$^2$ — при навеске 10 г.

4.5. Весы требуемой точности.

4.6. Осушитель, используемый в эксикаторе. Подходящим осушителем является сухой перхлорат магния.

Примечание. При работе с перхлоратом магния и при удалении его необходима особая осторожность. (Следует соблюдать требования отечественных стандартов).

4.7. Азот сухой с максимальным содержанием кислорода — 30 частей на миллион частей (см. приложение 1).

## 5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОБЫ

**5.1. Одностадийный метод**

Отбирают не менее 500 г пробы, предназначенной специально для определения содержания влаги, или пробу для этого анализа отбирают из общей пробы (черт. 2) и измельчают ее в закрытой мельнице до крупности 3,15 мм.

**5.2. Двухстадийный метод**

Отбирают не менее 500 г (см. примечание) пробы, предназначенной специально для определения содержания влаги, или пробу для этого анализа отбирают из общей пробы (черт. 2) и измельчают до крупности 20 мм. Если необходимо определить содержание общей влаги, перед измельчением пробу аккуратно взвешивают.

Измельченную пробу высушивают на коррозионно-устойчивом противне (п. 4.3) на воздухе при температуре окружающей среды до приблизительно равновесного состояния с окружающей атмосферой. Этот процесс может быть ускорен высушиванием в сушильном шкафу (п. 4.2) при температуре 30—40 °С. Высушенную при этой температуре пробу доводят до равновесия с температурой окружающей среды; потеря массы за 2 ч должна быть не менее 0,3 % первоначальной массы пробы.

Высушенную пробу измельчают до крупности 3,15 мм. Если необходимо определить содержание общей влаги в пробе, пробу аккуратно взвешивают и подсчитывают потери массы при сушке на воздухе.

Примечание. Масса пробы, выраженная в килограммах, должна составлять не менее 0,1 % максимальной крупности зерен в миллиметрах для частиц крупностью от 3 до 20 мм, но в любом случае не менее 500 г.

**5.3. Метод определения содержания влаги в аналитической пробе**

Из аналитической пробы отбирают навеску массой 150 г.

Примечание. Крупность частиц в аналитической пробе для определения выхода смолы и толуольного экстракта должна быть менее 1 мм, а для других определений — менее 0,212 мм.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

**6.1. Одностадийный метод**

Взвешивают примерно 10 г пробы с точностью до 0,002 г в чистой сухой бюксе с крышкой (п. 4.4). Открытую бюксу и крышку помещают в азотную печь (п. 4.1), нагретую предварительно до температуры 105—110 °С. При этой температуре пробу сушат 60 мин. Бюксу вынимают из печи, накрывают крышкой и после непродолжительного охлаждения на воздухе на металлической пластине переносят в эксикатор с осушителем (п. 4.6). При достижении комнатной температуры (примерно через 20 мин) бюксу взвешивают. Для обеспечения полного высушивания проводят контрольную сушку еще в течение 30 мин до тех пор, пока разность двух последовательных взве-

шиваний не будет менее 0,01 г. При расчетах используют самые высокие потери в массе, определяемые двумя последовательными взвешиваниями.

**6.2. Двухстадийный метод**

Анализ проводят по методу, описанному в п. 6.1, используя навеску, приготовленную согласно п. 5.2.

**6.3. Метод определения содержания влаги в аналитической пробе**

В чистую сухую взвешенную бюксу (п. 4.4) взвешивают от 1 до 2 г пробы (п. 5.3) с точностью до 0,002 г. Открытую бюксу с крышкой помещают в азотную печь (п. 4.1), предварительно нагретую до температуры 105—110 °С, пробу высушивают при этой температуре в течение 60 мин.

Вынимают бюксу из печи, закрывают крышкой и после непродолжительного охлаждения на воздухе на металлической пластине переносят в эксикатор (п. 4.6) с осушителем. После достижения комнатной температуры бюксу взвешивают с точностью до 0,002 г.

Для достижения полного высушивания повторяют сушку в течение 30 мин до тех пор, пока разность двух последовательных взвешиваний пробы будет менее 0,001 г. При расчетах используют самые высокие потери массы, определяемые двумя последовательными взвешиваниями.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю общей влаги ($W_t^r$) определяют при одностадийном методе.

Массовую долю остаточной влаги ($W_h$) при предварительном высушивании пробы по двухстадийному методу и массовую долю влаги в аналитической пробе ($W^a$) в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100,$$

где $m_0$ — масса пробы до сушки, г;

$m_1$ — потеря массы пробы после высушивания, г.

Примечание. При использовании двухстадийного метода массовую долю общей влаги в рабочем состоянии ($W_t^r$) в процентах вычисляют по формуле

$$W_t^r = W_{ex} + W_h \cdot \left(1 - \frac{W_{ex}}{100}\right),$$

где $W_{ex}$ — потери в массе пробы крупностью менее 20 мм в результате сушки на воздухе, %;

$W_h$ — массовая доля остаточной влаги в воздушно-сухой пробе крупностью менее 3 мм, %.

За конечный результат принимают среднее арифметическое результатов двух или трех определений (см. п. 8.1), не превышающее допускаемых расхождений. Результаты записывают с точностью до 0,1 %.

## 8. ТОЧНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**8.1. Сходимость**

Расхождение результатов двух определений, проведенных в одной лаборатории, одним и тем же лаборантом, на одном и том же оборудовании в двух навесках, отобранных из одной и той же пробы, не должны превышать указанных в таблице значений.

**Максимально допустимые расхождения между результатами**

| Массовая доля влаги | | Максимально допустимое расхождение в результатах | |
|---|---|---|---|
| | | В одной лаборатории (Сходимость, %) | В разных лабораториях (Воспроизводимость) |
| До 10 % | Остаточная влага $W_h$ | 0,3 абс. % | — |
| | Влага в аналитической пробе $W^a$ | 0,2 абс. % | — |
| 10 % и выше | Общая влага $W_t^r$ | 3 % результата (одностадийный метод) | 5 % результата |
| | Остаточная влага $W_h$ | 0,4 абс. % | — |
| | Влага в аналитической пробе $W^a$ | 2 % результата | — |

Если расхождения результатов превышают указанные в таблице значения, то проводят третье определение и среднее арифметическое результатов двух наиболее близких значений принимают за результат анализа.

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

**8.2. Воспроизводимость**

Результаты анализа, проведенного в двух лабораториях на представительных навесках, из одной и той же пробы, не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

## 9. ОТЧЕТ ОБ АНАЛИЗЕ

Отчет о проведенном анализе включает следующие данные:

а) идентификацию исследуемого продукта;

б) ссылку на применяемый метод;

в) результаты испытания и способ их выражения;

г) особенности, отмеченные в ходе определений;

д) любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными;

е) дату проведения испытания.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 1*
*Обязательное*

## УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОЧИСТКИ АЗОТА

Необходимо, чтобы азот, используемый при вентиляции даже самого малого пространства, был сравнительно чистым, так как даже небольшое количество кислорода, содержащегося в поставляемом промышленностью азоте, может вызвать окисление, а отсюда снижение содержания влаги, которое определяют по потере массы при сушке. Поэтому требуется устройство для очистки азота; ниже описывается такое устройство производительностью не менее 600 мл в 1 мин при давлении в несколько миллиметров ртутного столба. Обычным источником газа является баллон со сжатым азотом. Устройство для очистки азота состоит из кварцевой трубки длиной 500 мм и внутренним диаметром 37 мм, содержащей 1,2 кг восстановленной меди в виде проволоки.

Трубка, в которой происходит очистка, нагревается подходящей печью, закрывающей 380 мм длины трубки.

Остальная часть трубки выступает примерно на 80 мм от входа в печь для создания перепада температуры в потоке газа. Восстановленная медь нагревается приблизительно до 500 °С. Остатки кислорода удаляются за счет очень большой площади поверхности меди.

Если требуется восстановить оксиды меди, образующиеся при очистке азота, это можно сделать, пропустив через трубку с медью водород, нагревая ее до 450—500 °С. Образовавшаяся в ходе этого процесса вода удаляется в атмосферу. Перед использованием трубку необходимо прочистить азотом, восстановленную медь вынуть из трубки, разрушить образовавшиеся агломераты и вновь заполнить трубку.

Альтернативно можно использовать баллон с азотом, содержащим не более 30 частей на 1 млн. частей кислорода.

В обоих случаях очищенный азот необходимо пропустить через колонку с перхлоратом магния для удаления остатков влаги, которая находится в азоте.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2*

## ДОПОЛНЕНИЯ И ИЗМЕНЕНИЯ, ДОПУСКАЕМЫЕ В НАРОДНОМ ХОЗЯЙСТВЕ

Пункт 4.6 (дополнительный абзац).

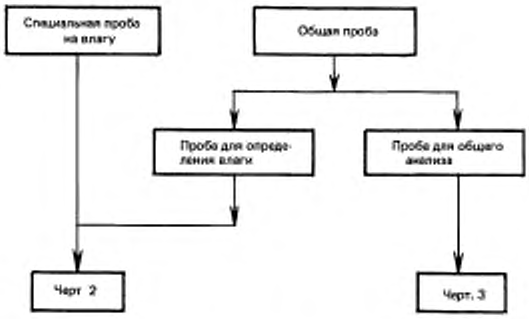
В качестве осушителя можно использовать свежепросушенный силикагель, кальция хлорид или другое осушающее вещество.

Пункт 5.1, 5.2 (дополнительные черт. 2 и 3)

Раздел 5 (дополнительный абзац).

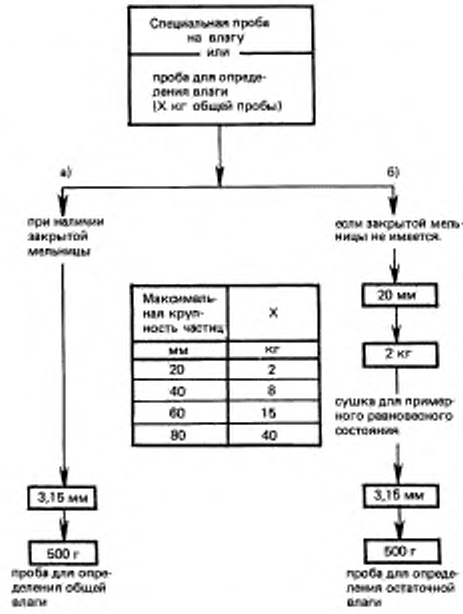
Приготовление пробы — по ГОСТ 10742.

**Виды проб**




Черт. 2

**Подготовка пробы для определения содержания влаги**




Черт. 3

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом 179 «Уголь и продукты его обогащения»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 09.08.91 № 1340**

   **Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 5068—83 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Косвенный гравиметрический метод» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, приложения |
|---|---|
| ГОСТ 10742—71 | Разд. 2, приложение 2 |
| ГОСТ 30100—93 | Разд. 1, 2 |

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2004 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 13.07.2004. Подписано в печать 08.09.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 55 экз. С 3922. Зак. 323.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru