ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59258— 2020

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Метод определения гигроскопической влаги

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

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. № 1313-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Метод определения гигроскопической влаги

Brown coals, hard coals and anthracite.
Method for determination of hygroscopic moisture

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые, каменные угли и антрацит (далее — уголь) и устанавливает метод определения массовой доли гигроскопической влаги.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24816 Материалы строительные. Метод определения равновесной сорбционной влажности

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

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 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

Издание официальное

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.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в доведении влаги угля до состояния равновесия с атмосферой эксикатора при относительной влажности (60 ± 2) % и температуре (20 ± 5) °С и последующем определении массовой доли влаги методом высушивания.

5 Средства измерения, испытательное и вспомогательное оборудование

5.1 Шкаф сушильный с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах от 105 °С до 110 °С, с естественной или принудительной вентиляцией.

5.2 Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498 для измерения температуры воздуха в помещении в диапазоне от 0 °С до 50 °С с ценой деления 1 °С.

5.3 Весы класса точности I по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления шкалы 0,1 мг.

5.4 Стаканчики для взвешивания СН-45/13 или СН-60/14 по ГОСТ 25336 или алюминиевые, размер которых позволяет распределять навеску угля равномерным слоем не более чем 0,15 г на 1 $см^2$.

5.5 Стакан В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.6 Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с фарфоровой вставкой исполнения 2 по ГОСТ 9147.

Примечание — Допускается использование эксикатора в форме прямоугольного параллелепипеда (типа SDC), снабженного гигрометром или термометром-гигрометром для контроля влажности и температуры атмосферы в эксикаторе.

5.7 Ареометр АОН с ценой деления шкалы 0,001 г/$см^3$ по ГОСТ 18481, позволяющий измерять плотность в диапазоне от 1,240 до 1,320 г/$см^3$.

5.8 Цилиндры стеклянные 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770 или из полипропилена, имеющие аналогичные параметры.

5.9 Противень из неокисляющегося металла.

5.10 Сита лабораторные из металлической сетки с размером ячеек 212 мкм. Допускается применять сита лабораторные с сеткой проволочной по ГОСТ 6613, номер сетки 02.

6 Реактивы

6.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2 Кальций хлористый кальцинированный гранулированный по ГОСТ 450.

Используют в качестве осушителя в эксикаторе. Применяют в виде порошка или кусков. При длительном поглощении влаги реагент расплывается. Для повторного употребления реагент достаточно прокалить и отсеять мелкие частицы.

6.3 Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,83 г/$см^3$.

6.4 Раствор серной кислоты, плотностью 1,270 – 1,285 г/$см^3$.

Для приготовления раствора в стакан вместимостью 1000 $см^3$ (5.5) из цилиндра (5.8) наливают 650 $см^3$ воды (6.1) и помещают стакан в водяную баню с холодной водой. При постоянном перемешивании

из цилиндра вместимостью 500 см^3 (5.8) осторожно приливают примерно 350 см^3 серной кислоты (6.3). Раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и ареометром (5.7) проверяют плотность. При необходимости, для достижения плотности 1,270 – 1,285 г/см^3 в раствор добавляют небольшое количество кислоты (6.3) или воды (6.1), перемешивают и вновь проверяют плотность.

Примечание — Допускается применение реактивов по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортных, технические характеристики которых не хуже указанных в настоящем разделе.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб осуществляют по ГОСТ 33814, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253, ГОСТ Р 59254, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ Р ИСО 18283.

7.2 Аналитическую пробу угля подготавливают по ГОСТ Р 59248.

Аналитическая проба должна быть измельчена до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм (5.10). Допускается использовать пробу, проходящую через сито с размером отверстий 200 мкм.

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, которое характеризуется установлением равновесия между влажностью пробы и влажностью атмосферы лаборатории.

Для достижения воздушно-сухого состояния аналитическую пробу раскладывают тонким слоем на противне подходящего размера (5.9) и оставляют на воздухе при комнатной температуре на минимальное время, необходимое для того, чтобы масса пробы перестала изменяться.

До начала определения аналитическую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин.

Примечание — Выполнение работы по определению гигроскопической влаги должен проводить инженер-химик, техник или лаборант, имеющий высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории, изучивший техническую документацию на применяемое оборудование и реактивы, а также прошедший обучение по безопасным приемам работы с ними.

8 Проведение анализа

8.1 Стаканчики (5.4) нумеруют и взвешивают вместе с крышками с точностью до 0,0001 г. В стаканчики помещают навески угля массой по (2,0 ± 0,1) г, отобранные из пробы, подготовленной по 7.2. Каждую навеску отбирают из двух-трех мест пробы на разной глубине и равномерно распределяют ее по дну стаканчика.

8.2 Стаканчики с навесками угля и снятыми крышками помещают в эксикатор (5.6) с раствором серной кислоты плотностью 1,270—1,285 г/см^3 (6.4). Уровень раствора кислоты должен находиться на 1—2 см ниже фарфоровой вставки, установленной в эксикаторе. Эксикатор размещают в лабораторном помещении, в котором температура воздуха во время испытаний должна составлять (20 ± 5) °С.

Температуру воздуха в помещении измеряют термометром по 5.2.

Указанные условия обеспечивают стандартное значение влажности воздуха в эксикаторе (60 ± 2) % (см. ГОСТ 24816), необходимое для проведения испытаний по определению гигроскопической влаги каменного угля и антрацита.

Примечание — Рекомендуется при испытании помещать эксикатор в климатическую камеру или лабораторный термостат, обеспечивающие температуру испытания (20 ± 1) °С.

8.3 Через 24 ч стаканчики с углем вынимают из эксикатора, закрывают крышками и взвешивают.

При испытании бурых и окисленных каменных углей, а также угля новых месторождений выдержка угля в эксикаторе в течение 24 ч может оказаться недостаточной. В этом случае проводят последующие контрольные выдерживания в эксикаторе, каждое в течение 24 ч, до тех пор, пока разность масс при двух последовательных взвешиваниях станет не более 0,005 г.

8.4 Стаканчики с углем, доведенным до равновесного состояния в эксикаторе, помещают в предварительно нагретый до 105 °С – 110 °С сушильный шкаф (5.1), снимают крышки, оставляя их в сушильном шкафу, и сушат не менее:

- 30 мин — каменный уголь и антрацит;
- 60 мин — бурый уголь.

После окончания сушки стаканчики закрывают крышками, вынимают из сушильного шкафа и охлаждают на воздухе 2—3 мин, затем в эксикаторе с осушающим веществом (6.2) до комнатной температуры, после чего взвешивают.

Примечание — Если по каким-либо причинам закрыть стаканчики крышками еще в сушильном шкафу не представляется возможным, допускается стаканчики закрывать крышками вне сушильной камеры, но эту процедуру необходимо проводить немедленно после извлечения стаканчиков из сушильного шкафа.

8.5 Контрольные сушки навесок в сушильном шкафу проводят в течение 30 мин до тех пор, пока расхождение между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,001 г.

8.6 Все взвешивания проводят на весах (5.3) с ценой деления шкалы 0,1 мг.

9 Обработка результатов

Массовую долю гигроскопической влаги $W^{ги}$, %, вычисляют по формуле

$$W^{ги} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса стаканчика (с крышкой) с навеской угля после выдержки в эксикаторе с раствором серной кислоты, г;

m_2 — масса стаканчика (с крышкой) с навеской угля после сушки при 105 °С — 110 °С, г;

m — масса пустого стаканчика с крышкой, г.

Вычисление результатов испытания проводят до второго десятичного знака, а окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Определение проводят параллельно в двух навесках.

10 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

10.1 Предел повторяемости

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в пределах короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предела повторяемости r, указанного в таблице 1.

10.2 Предел воспроизводимости

Расхождение двух результатов, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, полученных в двух разных лабораториях на дубликатах одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предела воспроизводимости R, указанного в таблице 1.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения гигроскопической влаги при доверительной вероятности P = 95 %

Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
0,3	0,4

УДК 662.62:543.613.22:006.352 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: уголь, гигроскопическая влага, метод определения

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.12.2020. Подписано в печать 29.12.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru