МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2160— 2015 (ISO 5072:2013)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение действительной и кажущейся плотности

(ISO 5072:2013, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 12 ноября 2015 г. № 82-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 марта 2016 г. № 195-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2160—2015 (ISO 5072:2013) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 5072:2013 Brown coals and lignites — Determination of true relative density and apparent relative density (Бурые угли и лигниты. Определение действительной относительной плотности и кажущейся относительной плотности). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Международный стандарт ISO 5072:2013 разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива», подкомитетом SC 5 «Методы анализа».

Перевод с английского языка (en).

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 2160—92

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации 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

Плотность является одной из важнейших физических характеристик твердого топлива.

Плотностью называют массу, заключенную в единице объема вещества. Для дисперсных и пористых тел, к которым относят угли, различают действительную и кажущуюся плотности (*ГОСТ 17070*).

Действительную и кажущуюся плотности используют для технологических расчетов, при вычислении запасов углей в недрах, при установлении количества добытого топлива, а также для расчета пористости углей.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем международного стандарта ISO 5072:2013:

- в область распространения включены все виды твердого минерального топлива;
- обозначения показателей и индексы приведены в соответствие с требованиями *ГОСТ 27313*.

При сохранении сущности метода определения действительной плотности в процедуру внесены изменения, соответствующие условиям испытания, принятым в Российской Федерации и странах СНГ, а именно:

1) определение действительной плотности проводят при температуре (20,0 ± 0,1) °С взамен регламентированной международным стандартом температуры (25,0 ± 0,1) °С;

2) при определении вместимости пикнометра вместо раствора смачивателя используют дистиллированную воду, так как плотность дистиллированной воды при 20,0 °С — величина точно установленная;

3) в качестве пикнометрической жидкости допускается использование этилового спирта.

Определение кажущейся плотности дополнено альтернативными процедурами, принятыми в РФ и странах СНГ, но не изменяющими сущность метода и его прецизионность, а именно:

1) добавлен метод гидростатического взвешивания с парафинированием кусков топлива;

2) добавлен способ заполнения пор и трещин кусков угля погружением проб в воду без применения вакуумного эксикатора.

Структура настоящего межгосударственного стандарта аналогична структуре международного стандарта. Нумерация структурных элементов сохранена. Указанные дополнительные требования выделены курсивом.

МКС 73.040

Поправка к ГОСТ 2160—2015 (ISO 5072:2013) Топливо твердое минеральное. Определение действительной и кажущейся плотности

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(ИУС № 3 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение действительной и кажущейся плотности

Solid mineral fuel. Determination of true and apparent density

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на угли бурые, *каменные,* лигниты, *антрациты, горючие сланцы, брикеты, породные прослойки, сопровождающие пласты угля (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает:

- пикнометрический метод определения действительной плотности с использованием водных растворов смачивателей *или этилового спирта*;
- метод гидростатического взвешивания для определения кажущейся плотности с насыщением пор и трещин водой *и с парафинированием кусков топлива*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 589—2012 Уголь каменный. Определение общей влаги*

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3306—88 Сетки с квадратными ячейками из стальной рифленой проволоки. Технические условия

ГОСТ ISO 5068-1—2012 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги*

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8433—81 Вещества вспомогательные ОП-7 и ОП-10. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые

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

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070—2014 Угли. Термины и определения

ГОСТ 22524—77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52911—2013 (ИСО 589:2008, ИСО 5068-1:2007) «Топливо твердое минеральное. Определение общей влаги».

Издание официальное

ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27313—2015 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива

ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

4 Определение действительной плотности пикнометрическим методом

4.1 Сущность метода

Сущность метода определения действительной плотности твердого топлива заключается в определении массы навески аналитической пробы топлива взвешиванием на воздухе и косвенном определении действительного объема навески (за вычетом объема пор) взвешиванием в пикнометрической жидкости.

Пикнометрический метод определения действительного объема навески состоит в заполнении пор топлива пикнометрической жидкостью при температуре (20,0 ± 0,1) °С и определении разности между объемами жидкости в пикнометре с навеской топлива и без нее.

В качестве пикнометрической жидкости применяют жидкости, снижающие гидрофобность топлива и увеличивающие его смачиваемость: 0,5 %-ные водные растворы поверхностно-активных веществ или этиловый спирт.

4.2 Реактивы и материалы

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч. д. а. *по ГОСТ 13867*.

4.2.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709* свежепрокипяченная.

4.2.2 Спирт этиловый *по ГОСТ 5962*.

4.2.3 Кислота уксусная (CH_3COOH) *по ГОСТ 61*.

4.2.4 Раствор уксусной кислоты: 250 см^3 уксусной кислоты (4.2.3) растворяют в 1 дм^3 воды (4.2.1).

4.2.5 Смачиватели из группы поверхностно-активных веществ:

- *ОП-7 и ОП-10 по ГОСТ 8433*;
- натрия лаурилсульфат (натрия додецилсульфат, SLS) ($C_{12}H_{25}SO_4Na$).

4.2.6 Водные растворы смачивателей концентрацией 0,5 % (по массе): в стакан вместимостью 300—400 см^3 помещают 5 г смачивателя (4.2.5) и приливают небольшой объем горячей воды (4.2.1). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают до комнатной температуры, добавляют для стабилизации 3 см^3 раствора уксусной кислоты (4.2.4) и доливают воду до метки.

4.2.7 Стеклоткань или хлопчатобумажная ткань без ворса, хорошо впитывающая влагу, для протирки пикнометра перед взвешиванием.

4.2.8 Фильтровальная бумага.

4.3 Аппаратура

4.3.1 Весы аналитические *по ГОСТ OIML R 76*-1 с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг. Допускается использовать другие весы при условии их соответствия требованиям настоящего стандарта.

4.3.2 Пикнометры *типа ПЖ2, ПЖ3* номинальной вместимостью 50 см^3 *по ГОСТ 22524 или мерные колбы вместимостью 50 см^3 с притертыми пробками*.

4.3.3 Термостат водяной с мешалкой и терморегулирующей системой, обеспечивающей температуру (20,0 ± 0,1) °С.

4.3.4 Вакуумный эксикатор в сборе с вакуумным насосом.

Примечание — Использование вакуумного эксикатора предпочтительнее других способов дегазации пробы.

4.3.5 Баня водяная или песчаная.

4.3.6 Термометр ртутный стеклянный с ценой деления 0,1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 50 °С.

4.3.7 Лабораторная стеклянная посуда *по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336*.

4.3.8 Воронка химическая. Конец стебля при вставлении воронки в пикнометр должен достигать середины расширенной части пикнометра.

4.3.9 Щетка из верблюжьей щетины. Диаметр щетки должен быть таким, чтобы она свободно проходила в стебель воронки (4.3.8).

4.3.10 Пипетка с тонко оттянутым концом или стеклянный шприц с иглой для доведения объема пикнометрической жидкости до метки пикнометра.

4.3.11 Лодочка или бюкс для взятия навески.

4.3.12 Сита лабораторные по ГОСТ 6613 с номером сетки высокой точности изготовления 02.

4.4 Приготовление пробы

Для определения действительной плотности используют аналитическую пробу топлива крупностью менее 212 мкм, отобранную и приготовленную в соответствии с *ГОСТ 10742. Допускается использовать пробу крупностью менее 200 мкм, проходящую через сито с сеткой 02 (4.3.12).*

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение минимального времени, необходимого для достижения равновесия между влажностью топлива и атмосферой лаборатории.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом.

Одновременно со взятием навески для испытания отбирают навески для определения массовой доли влаги в аналитической пробе по *ГОСТ 33503*.

4.5 Проведение испытания

4.5.1 Общие положения

4.5.1.1 Все взвешивания проводят с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг.

4.5.1.2 Определение действительной плотности состоит из следующих операций:

- определение вместимости пикнометра;
- определение плотности пикнометрической жидкости;
- определение действительной плотности твердого топлива с использованием водного раствора смачивателя (4.2.6) *или с использованием этилового спирта (4.2.2).*

4.5.2 Определение вместимости пикнометра

Взвешивают чистый и сухой пикнометр с пробкой (m_1), заполняют его чуть ниже метки охлажденной до 20,0 °С дистиллированной водой (4.2.1) и помещают в термостат (4.3.3), температура воды в котором доведена до (20,0 ± 0,1) °С. Уровень воды в термостате должен быть немного ниже метки пикнометра. Выдерживают пикнометр в термостате 15—20 мин. После этого уровень воды в пикнометре доводят до метки дистиллированной водой из запасного пикнометра, находящегося постоянно в термостате, с помощью пипетки или шприца (4.3.10). Излишки воды или капли с внутренних стенок шейки пикнометра удаляют с помощью полосок фильтровальной бумаги.

Пикнометр вынимают из термостата, закрывают пробкой, тщательно обтирают снаружи фильтровальной бумагой или тканью (4.2.7) и взвешивают.

Определение повторяют три раза, каждый раз выдерживая пикнометр в термостате при температуре (20,0 ± 0,1) °С не менее 15 мин.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов трех взвешиваний (m_2), если они различаются между собой не более чем на 0,01 г.

Вместимость пикнометра определяют через каждые 50 определений.

Вместимость пикнометра V_1, см^3, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{m_2 - m_1}{d_в}, \quad (1)$$

где m_2 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г;

m_1 — масса пустого пикнометра, г;

$d_в$ — плотность дистиллированной воды при температуре 20,0 °С, равная 0,9982 г/см^3.

4.5.3 Определение плотности пикнометрической жидкости

Если в качестве пикнометрической жидкости используют раствор смачивателя (4.2.6), то плотность такого раствора при 20,0 °С принимают равной 1 г/см^3.

Если пикнометрической жидкостью является этиловый спирт (4.2.2), его плотность определяют в пикнометре, вместимость которого известна.

Процедура определения плотности этилового спирта аналогична процедуре при определении вместимости пикнометра (см. 4.5.2).

Плотность этилового спирта при температуре 20 °С $d_с$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_с = \frac{m_3 - m_1}{V_1}, \quad (2)$$

где m_3 — масса пикнометра с этиловым спиртом, г;

m_1 — масса пустого пикнометра, г;

V_1 — вместимость пикнометра, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов не менее трех определений, проведенных в разных пикнометрах с известной вместимостью. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,0002 г/см^3. Окончательный результат вычисляют до пятого десятичного знака и округляют до четвертого десятичного знака.

4.5.4 Определение действительной плотности твердого топлива

4.5.4.1 Испытание с использованием водного раствора смачивателя

Представительную порцию воздушно-сухой аналитической пробы топлива массой (5,0 ± 0,2) г отбирают в бюкс для взятия навески (4.3.11). Из бюкса пробу переносят в сухой, предварительно взвешенный пикнометр с помощью воронки (4.3.8), не допуская потери материала. Пикнометр с навеской пробы взвешивают. Массу навески (m), взятую для испытания, рассчитывают как разность масс пикнометра с навеской и без нее.

В пикнометр постепенно приливают 30 см^3 свежеприготовленного раствора смачивателя (4.2.6), вращательными движениями тщательно перемешивая содержимое пикнометра. Открытый пикнометр помещают в вакуумный эксикатор (4.3.4), из которого откачивают воздух до остаточного давления приблизительно 500 Па. Скорость откачивания воздуха должна быть такой, чтобы пена, образующаяся вследствие удаления воздуха из пор топлива, не поднималась в шейку пикнометра. Выдерживают пикнометр в эксикаторе при остаточном давлении в течение 15 мин. После этого вновь заполняют эксикатор воздухом и извлекают пикнометр.

Примечание — Допускается вместо вакуумного эксикатора применять кипячение на водяной или песчаной бане. При этом содержимое пикнометра периодически осторожно перемешивают вращательными движениями и следят за тем, чтобы не было выбросов топлива в шейку пикнометра. Кипячение заканчивают после удаления всего воздуха из пор топлива, т. е. после прекращения выделения пузырьков. Пикнометр охлаждают до комнатной температуры.

Приливают в пикнометр раствор смачивателя до уровня на 1—2 мм ниже метки. Пикнометр с пробой помещают в термостат, температура воды в котором составляет (20,0 ± 0,1) °С, где выдерживают не менее 1 ч. Уровень воды в термостате должен быть немного ниже метки пикнометра. Затем с помощью пипетки или шприца (4.3.10) добавляют в пикнометр раствор смачивателя до метки. Для этого используют раствор смачивателя из запасного пикнометра, находящегося постоянно в термостате. Излишки раствора и капли на внутренних стенках шейки пикнометра удаляют с помощью полосок фильтровальной бумаги.

Вынимают пикнометр из термостата, закрывают притертой пробкой, тщательно вытирают и взвешивают (m_5).

Примечание — Если для испытания используют пикнометр типа ПЖ3 с капиллярным отверстием в притертой пробке, то после извлечения пикнометра из вакуумного эксикатора доливают в него раствор смачивателя

до уровня на 2—3 мм ниже верхней части горловины. Перед извлечением пикнометра из термостата раствор смачивателя доливают до верхней части горловины. Закрывая пикнометр притертой пробкой, следят, чтобы в пикнометре не оставалось воздуха.

4.5.4.2 Испытание с использованием этилового спирта

Отбирают навеску топлива массой (5,0 ± 0,2) г и переносят ее в пикнометр так же, как при испытании с использованием водного раствора смачивателя (см. 4.5.4.1). Точную массу навески (m), взятую для испытания, рассчитывают как разность масс пикнометра с навеской и без нее.

Наливают в пикнометр приблизительно 30 см^3 этилового спирта (4.2.2), закрывают пикнометр пробкой и встряхивают в течение 3 мин. Приставшие к пробке и шейке пикнометра частицы угля смывают в пикнометр таким количеством спирта, чтобы его уровень находился на 1—2 мм ниже метки. При этом содержимое пикнометра периодически осторожно взбалтывают для удаления пузырьков воздуха с поверхности пробы.

Примечание — Для удаления воздуха из пор топлива можно применять вакуумный эксикатор, проводя эту процедуру так, как описано в 4.5.4.1.

После полного удаления пузырьков воздуха пикнометр наполняют спиртом до уровня на 1—2 мм ниже метки, помещают в термостат, температура воды в котором составляет (20,0 ± 0,1) °С, где выдерживают не менее 1 ч. Уровень воды в термостате должен быть немного ниже метки пикнометра. Затем с помощью пипетки или шприца (4.3.10) добавляют в пикнометр этиловый спирт до метки. Для этого используют спирт из запасного пикнометра, находящегося постоянно в термостате. Излишки спирта удаляют с помощью полосок фильтровальной бумаги.

Вынимают пикнометр из термостата, закрывают притертой пробкой, тщательно вытирают и взвешивают (m_6).

4.6 Обработка результатов

4.6.1 При проведении испытания с раствором смачивателя по 4.5.4.1 действительную плотность твердого топлива в расчете на сухое состояние d_r^d, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_r^d = \frac{m\,(1-0{,}01\cdot W^a)}{m\,(1-0{,}01\cdot W^a)+m_4-m_5}, \qquad (3)$$

где m — масса навески аналитической пробы топлива, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе топлива, %;

m_4 — масса пикнометра с раствором смачивателя, г, полученная расчетным путем по формуле

$$m_4 = (m_1 + V_1 \cdot d_{см}), \qquad (4)$$

где m_1 — масса пустого пикнометра, г;

V_1 — вместимость пикнометра, см^3;

$d_{см}$ — плотность раствора смачивателя, равная 1 г/см^3;

m_5 — масса пикнометра с раствором смачивателя и навеской топлива, г.

4.6.2 При проведении испытания с этиловым спиртом по 4.5.4.2 действительную плотность топлива в расчете на сухое состояние d_r^d, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_r^d = \frac{m\,(1-0{,}01\cdot W^a)}{(1/d_c)\cdot(m_3-m_6+m)-(1/d_в)\cdot m\cdot 0{,}01\cdot W^a}, \qquad (5)$$

где m — масса навески аналитической пробы топлива, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе топлива, %;

d_c — плотность этилового спирта при 20,0 °С, определяемая по 4.5.3, г/см^3;

m_3 — масса пикнометра со спиртом, г;

m_6 — масса пикнометра со спиртом и навеской топлива, г;

$d_в$ — плотность дистиллированной воды при 20,0 °С, равная 0,9982 г/см^3.

4.6.3 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Результат испытания вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

4.7 Прецизионность метода

4.7.1 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры из навесок, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать значения предела повторяемости, указанного в таблице 1.

Таблица 1 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения действительной плотности сухого топлива

Пикнометрическая жидкость, используемая при испытании	Предел повторяемости, г/см^3	Предел воспроизводимости, г/см^3
Водный раствор смачивателя (0,5 %)	0,02	0,03
Этиловый спирт	0,01	0,02

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает максимально допускаемое, проводят третье определение и за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух наиболее близких результатов, расхождение между которыми не превышает максимально допускаемого. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух предыдущих результатов, то за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений.

4.7.2 Предел воспроизводимости

Расхождение между результатами, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы на последней стадии приготовления, не должно превышать значения предела воспроизводимости, указанного в таблице 1.

5 Определение кажущейся плотности методом гидростатического взвешивания

5.1 Сущность метода

Сущность метода гидростатического взвешивания для определения кажущейся плотности твердого топлива заключается в последовательном взвешивании кусков топлива в воздухе и в воде. При взвешивании в воздухе определяют массу испытуемой пробы, а по разности результатов взвешивания в воздухе и воде рассчитывают объем кусков топлива, включая объем пор и трещин (кажущийся объем).

Для правильной оценки кажущегося объема топлива в настоящем стандарте регламентированы два альтернативных способа гидростатического взвешивания:

- метод с предварительным насыщением пор и трещин кусков топлива водой;
- *метод с покрытием кусков топлива слоем парафина (метод с парафинированием кусков).*

При гидростатическом взвешивании в качестве жидкости применяют дистиллированную воду.

5.2 Реактивы

5.2.1 Вода дистиллированная по 4.2.1.

5.2.2 Парафин по ГОСТ 23683.

5.2.3 Фильтровальная бумага или бумажные полотенца.

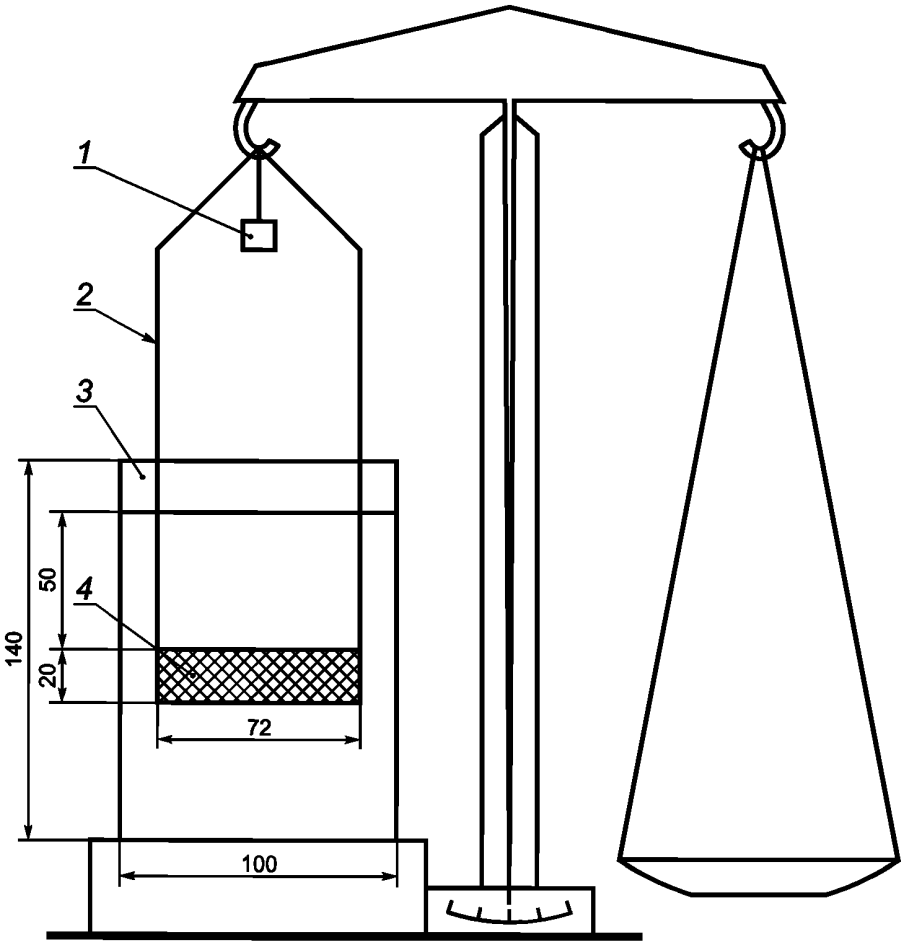
5.3 Аппаратура

5.3.1 Весы лабораторные *по ГОСТ OIML R 76*-1 с пределом взвешивания 1 кг и пределом допускаемой погрешности ±10 мг.

5.3.2 Весы рычажные с пределом допускаемой погрешности ±10 мг, модифицированные для гидростатического взвешивания (рисунок 1).

5.3.3 Корзинка, изготовленная из металлической сетки с размером отверстий 5 × 5 мм *по ГОСТ 3306.*

5.3.4 Стакан вместимостью 800 см^3 *по ГОСТ 25336.*



1 — компенсирующий груз; *2* — медная проволока; *3* — стакан вместимостью 800 см^3; *4* — корзинка из металлической сетки с размером отверстий 5 × 5 мм

Рисунок 1 — Схема рычажных весов, модифицированных для гидростатического взвешивания

5.3.5 Выпарительные чашки фарфоровые диаметром 160 мм, глубиной не менее 60 мм *по ГОСТ 9147*.

5.3.6 Вакуумный эксикатор по 4.3.4.

5.4 Приготовление пробы

5.4.1 Проба для испытания с насыщением пор и трещин кусков топлива водой

Для определения кажущейся плотности используют пробу топлива крупностью 13—25 мм, массой не менее 3 кг. Куски топлива очищают от мелких частиц угля и пыли жесткой щеткой.

В пробе определяют массовую долю общей влаги W_t^r по ГОСТ ISO 589 или ГОСТ ISO 5068-1.

5.4.2 Проба для испытания с парафинированием кусков топлива

Для проведения испытания отбирают не менее 10 кусков топлива массой 200—300 г каждый.

Куски, предназначенные для определения кажущейся плотности, тщательно очищают от мелких частиц угля и пыли жесткой щеткой.

От каждого куска поперек наслоения отделяют часть массой 50—100 г для определения массовой доли общей влаги W_t^r по ГОСТ ISO 589 или ГОСТ ISO 5068-1. Остальную часть каждого куска разделяют пополам поперек наслоения и в каждой половине куска определяют кажущуюся плотность (единичные измерения). Эти испытания являются двумя параллельными определениями для каждого отобранного куска топлива.

Примечание — При определении кажущейся плотности углей из керновых проб допускается проведение испытания двух — пяти кусков массой 50—100 г каждый.

5.5 Проведение испытания

5.5.1 Общие положения

Все взвешивания в воздухе проводят на лабораторных весах (5.3.1) с пределом допускаемой погрешности ±10 мг. Все взвешивания в воде проводят на рычажных весах (5.3.2) с пределом допускаемой погрешности ±10 мг.

5.5.2 Подготовка рычажных весов к испытанию

Снимают левую чашку рычажных весов и вместо нее подвешивают корзинку из металлической сетки (5.3.3), как показано на рисунке 1. Под корзинку ставят стакан (5.3.4) с дистиллированной водой (5.2.1), температура которой приблизительно 20 °С. Погружают корзинку в воду и восстанавливают равновесие, подвешивая на рычаг с корзинкой компенсирующий груз. Массу груза записывают. Уровень воды должен быть не менее чем на 50 мм выше корзины из металлической сетки.

Примечание — Масса компенсирующего груза не должна изменяться при условии, что используемая аппаратура и плотность дистиллированной воды остаются постоянными. Массу груза проверяют через каждые 5—10 определений.

Взвешивание проб в воде проводят не снимая компенсирующего груза.

5.5.3 Испытание с насыщением пор и трещин кусков топлива водой

Пробу подготавливают по 5.4.1.

Насыщение кусков топлива водой происходит в ходе отдельной процедуры в вакуумном эксикаторе (5.5.3.1) или непосредственно при гидростатическом взвешивании (5.5.3.2).

5.5.3.1 Взвешивают в воздухе 30—35 г пробы, приготовленной по 5.4.1 (m_7).

Пробу переносят в выпарительную чашку (5.3.5) и приливают дистиллированную воду (5.2.1) в таком количестве, чтобы проба была полностью погружена в воду. Чашку с пробой помещают в вакуумный эксикатор (5.3.6). Откачивают воздух из эксикатора до остаточного давления не более 250 Па и поддерживают его в течение 5 мин, после чего заполняют эксикатор воздухом и извлекают чашку с пробой.

Пробу переносят на прокладку из нескольких слоев фильтровальной бумаги или бумажных полотенец (5.2.3) и, удалив с кусков видимую влагу, сразу переносят пробу в корзинку рычажных весов. Опускают корзинку в стакан с дистиллированной водой (при этом проба должна быть полностью погружена в воду) и взвешивают пробу в воде (m_8).

Переносят пробу на прокладку из фильтровальной бумаги или бумажных полотенец, с помощью которых удаляют с кусков поверхностную влагу. Сразу же после этого пробу взвешивают в воздухе (m_9).

Примечание — Не следует допускать заметного высушивания пробы между взвешиванием в воде и воздухе.

5.5.3.2 Альтернативная процедура насыщения пробы водой непосредственно при гидростатическом взвешивании

Взвешивают в воздухе 30—35 г пробы, приготовленной по 5.4.1 (m_7).

Затем пробу переносят в корзинку рычажных весов и опускают в стакан (5.3.4) с дистиллированной водой, при этом проба должна быть полностью погружена в воду. Выделяющиеся пузырьки воздуха удаляют с поверхности пробы, слегка встряхивая корзинку. После прекращения выделения пузырьков проводят взвешивание в воде (m_8).

Переносят пробу на прокладку из фильтровальной бумаги или бумажных полотенец, с помощью которых удаляют с кусков пробы поверхностную влагу. Сразу же после этого пробу взвешивают в воздухе (m_9).

5.5.4 Испытание с парафинированием кусков топлива

Кусок топлива, приготовленный по 5.4.2, взвешивают в воздухе (m_{10}).

Обвязывают кусок угля тонкой прочной нитью (предпочтительнее шелковой) и погружают на 1—2 с в сосуд с расплавленным парафином (5.2.2), нагретым до температуры 80—90 °С. Если в остывающей парафиновой пленке образуются пузырьки воздуха, их удаляют с помощью нагретой иглы, прокалывая каждый пузырек, но не нарушая при этом герметичности пленки. После затвердевания парафиновой пленки кусок снова взвешивают в воздухе (m_{11}). При покрытии куска угля пленкой из парафина поры и мелкие трещины становятся недоступными для жидкости, в которую погружают образец. Объем парафинированного куска топлива определяют путем взвешивания его в воздухе и в воде.

Помещают парафинированный кусок топлива в корзинку рычажных весов, опускают корзинку в стакан с дистиллированной водой, при этом кусок должен быть полностью погружен в воду. Проводят взвешивание в воде (m_{12}).

5.6 Обработка результатов

5.6.1 Обработка результатов при проведении испытания с насыщением пор и трещин водой по 5.5.3.1 или 5.5.3.2

Кажущуюся плотность пробы топлива в рабочем состоянии (с массовой долей влаги W_t^r) d_a^r, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_a^r = \frac{m_7 \cdot d_в}{m_9 - m_8}, \quad (6)$$

где d_a^r — кажущаяся плотность пробы топлива в рабочем состоянии (с массовой долей влаги W_t^r), г/см^3;

m_7 — масса пробы, взятой для испытания, в воздухе, г;

$d_в$ — плотность дистиллированной воды при температуре 20 °С, равная 0,9982 г/см^3;

m_9 — масса пробы в воздухе, определяемая после гидростатического взвешивания (с насыщенными водой порами), г;

m_8 — масса пробы в воде, г.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результат испытаний вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

5.6.2 Обработка результатов при проведении испытания с парафинированием кусков по 5.5.4

Результат единичного определения кажущейся плотности половины i-го куска топлива $(d_a^r)_i'$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$(d_a^r)_i' = \frac{m_{10}}{(1/d_в)\cdot(m_{11} - m_{12}) - (1/d_п)\cdot(m_{11} - m_{10})}, \quad (7)$$

где m_{10} — масса образца в воздухе (до парафинирования), г;

$d_в$ — плотность дистиллированной воды при температуре 20 °С, равная 0,9982 г/см^3;

m_{11} — масса парафинированного образца в воздухе, г;

m_{12} — масса парафинированного образца в воде, г;

$d_п$ — плотность парафина, равная 0,89 г/см^3.

По результатам испытаний двух половин одного куска пробы (параллельных определений) рассчитывают кажущуюся плотность для каждого i-го куска $(d_a^r)_i$ как среднеарифметическое значение результатов параллельных определений.

Среднее значение кажущейся плотности пробы топлива в рабочем состоянии d_a^r, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_a^r = \frac{\sum_{i=1}^{n} (d_a^r)_i}{n}, \quad (8)$$

где $(d_a^r)_i$ — кажущаяся плотность отдельных кусков пробы топлива, отобранных для испытания, г/см^3;

n — число кусков пробы топлива, подвергнутых испытанию.

Результат испытаний вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

5.6.3 Пересчет результатов на другие состояния топлива

Кажущуюся плотность сухой пробы топлива d_a^d, г/см^3, вычисляют по формуле

$$d_a^d = d_a^r \cdot (1 - 0{,}01 W_t^r), \quad (9)$$

где d_a^r — кажущаяся плотность пробы топлива в рабочем состоянии (с массовой долей влаги W_t^r), г/см^3;

W_t^r — массовая доля общей влаги в испытуемом топливе, %.

Для пересчета кажущейся плотности с одной массовой доли влаги на другую используют формулу

$$d_a^{W_2} = d_a^{W_1} \cdot \frac{1-0{,}01W_1}{1-0{,}01W_2}, \quad (10)$$

где $d_a^{W_2}$ *— кажущаяся плотность топлива с массовой долей влаги* W_2 *(%), на которую необходимо пересчитать результат испытания, г/см³;*

$d_a^{W_1}$ *— кажущаяся плотность топлива с массовой долей влаги* W_1 *(%), с которой проводят пересчет, г/см³.*

5.7 Прецизионность метода

5.7.1 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на кусках, отобранных от одной и той же пробы, не должно превышать значения предела повторяемости, указанного в таблице 2.

5.7.2 Предел воспроизводимости

Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух разных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы, не должно превышать значения предела воспроизводимости, указанного в таблице 2.

Таблица 2 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения кажущейся плотности, рассчитанными на одинаковую массовую долю влаги в пробе топлива

Метод испытания	Предел повторяемости, г/см³	Предел воспроизводимости, г/см³
Метод с насыщением пор и трещин водой (5.5.3)	0,03 (или 2 % от среднего результата)	0,06 (или 5 % от среднего результата)
Метод с парафинированием кусков (5.5.4): *- две половины одного куска* *- проба топлива в целом*	 *0,03* —	 — *0,05*

6 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) идентификацию испытуемой пробы;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) дату проведения испытаний;
d) результаты испытаний с указанием состояния топлива, на которое они представлены;
e) особенности, замеченные во время испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 10742—71	NEQ	ISO 5069-2:1983 «Бурые угли и лигниты. Принцип отбора проб. Часть 2. Подготовка проб для определения содержания влаги и для общего анализа»
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007)	MOD	ISO 5068-2:2007 «Бурые угли и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 73.040 MOD

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, действительная плотность, кажущаяся плотность, пикнометрический метод, метод гидростатического взвешивания

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.04.2016. Подписано в печать 18.04.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 40 экз. Зак. 1084.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru