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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33617— 2015

СТАНДАРТНАЯ МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПРОБ УГЛЕЙ, КОКСОВ И ТВЕРДЫХ ПРОДУКТОВ СЖИГАНИЯ ДЛЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо» 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 (протокол от 10 декабря 2015 г. № 48)

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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 февраля 2016 г. № 90-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33617—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D 6796-02 Standard practice for production of coal, coke and coal combustion samples for interlaboratory studies (Стандартная методика подготовки проб углей, коксов и продуктов сжигания для межлабораторных испытаний) путем изменения отдельных фраз, слов, ссылок, которые выделены в тексте курсивом.

Перевод с английского (en).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАНДАРТНАЯ МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПРОБ УГЛЕЙ, КОКСОВ И ТВЕРДЫХ ПРОДУКТОВ СЖИГАНИЯ ДЛЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Standard practice for production of coal, coke and coal combustion samples for interlaboratory studies

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящая методика описывает основные виды работ, выполняемых при подготовке образцов проб *бурых и каменных углей, антрацитов*, коксов и *твердых* продуктов сжигания для межлабораторных испытаний.

Пригодность конкретного образца для межлабораторных испытаний, полученного в соответствии с настоящей методикой, будет зависеть от результатов тестовых испытаний.

В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8930—94 Угли каменные. Метод определения окисленности

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

ГОСТ 17070—2014 Угли. Термины и определения

ГОСТ 23083—78 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

ГОСТ 27872—88 Метрология. Стандартные образцы. Методика изготовления и аттестации стандартных образцов состава горных пород и минерального сырья

ГОСТ 30404—2013 Топливо твердое минеральное. Определение форм серы

ГОСТ ISO 589–2012[1)] *Уголь каменный. Определение общей влаги*

ГОСТ ISO 5068-1—2012[2)] *Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги*

ГОСТ ISO 5068-2—2012[2)] *Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе*

ГОСТ ISO 11722—2012[2)] *Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе для общего анализа высушиваем в токе азота*

ГОСТ ISO 17246–2012[3)] *Уголь. Технический анализ*

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52911—2013 «Топливо твердое минеральное. Определение общей влаги».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53357—2013 (ИСО 17246:2010) «Топливо твердое минеральное. Технический анализ».

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 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*.

4 Общие требования

Для межлабораторных испытаний должны использовать гомогенные образцы проб с правильно (адекватно) определенным составом. Образцы во всех отношениях должны быть типовыми *(должны относиться к объектам, на которые распространяется настоящий стандарт)* для того, чтобы для них были применимы *используемые* методы испытаний.

Образцы должны быть в наличии в достаточном количестве для выполнения всех необходимых испытаний. Минимальное количество *исходной* пробы *для приготовления образцов* должно соответствовать *ГОСТ 10742 и ГОСТ 23083* на отбор и подготовку проб.

До *рассылки* и проведения испытаний необходимо убедиться в однородности *исходной пробы*.

Различия в результатах испытаний, связанные с неоднородностью пробы или ее окисления при обработке и хранении, а также с сочетанием обоих факторов, должны быть минимальными относительно других погрешностей испытаний.

5 Значение и использование

Цель настоящего стандарта — предоставление рекомендаций по подготовке образцов для межлабораторных испытаний, связанных с оценкой точности новых методов испытаний, или для контроля качества испытаний.

Образцы, подготовленные в соответствии с настоящей методикой, могут быть использованы для проверки точности и погрешности измерений, обязательных для методов *ГОСТ, ТУ и других международных и национальных нормативных документов, регламентирующих методы испытаний бурых и каменных углей, антрацита, кокса и остатков сжигания углей*.

Для проведения межлабораторных испытаний ключевым требованием является наличие соответствующих образцов.

Однородность образца, произведенного для межлабораторных испытаний, должна быть достаточной для того, чтобы обусловленная ею дисперсия результатов испытаний была незначительной по сравнению с их дисперсией, полученной при проведении конкретных испытаний.

6 Подготовка проб

6.1 Пробы подготавливают в соответствии с *ГОСТ 10742* (для углей) или *ГОСТ 23083* (для кокса). Твердые продукты сжигания должны быть отобраны таким образом, чтобы обеспечить представительность проб и отсутствие в них загрязнений. Образец *для межлабораторных испытаний* должен быть характерным образцом определенного вида (например, каменный уголь Восточных штатов США, *уголь марки Д Кузнецкого бассейна*, *зола сжигания экибастузского каменного угля*) или иметь определенное значение какого-либо компонента (например, уголь, содержащий 2 % серы *на сухое состояние*), или и то и другое (см. примечание 1).

6.2 Образцы измельчают до необходимого размера, требуемого для испытаний, тщательно гомогенизируют и сокращают. Некоторые твердые продукты сжигания углей могут не требовать измельчения, но предварительно необходимо проводить определение *их гранулометрического состава*.

6.3 Должны быть оценены точность (правильность и прецизионность) измерений как в каждой лаборатории, так и между лабораториями. При этом для определения показателей точности метода измерений можно использовать однородный материал с неустановленным составом.

Примечание 1 — Использование материалов достаточной однородности и известного содержания компонентов для испытаний позволяет оценить точность метода. Для материалов с известным содержанием компонентов необходимо определять погрешности. Согласованные значения, полученные в результате межлабораторных испытаний, не являются достаточными для определения погрешностей, они необъективны, хотя, возможно, показывают, что таковые погрешности существуют.

6.4 Для каждого межлабораторного испытания для оценки конкретного метода используют шесть или более материалов (см. примечания 1—3).

6.5 Проба должна быть в достаточном количестве, необходимом для межлабораторных испытаний, проверки однородности и проведения дальнейших исследований другими методами.

6.6 Каждая лаборатория должна получить по одному образцу каждого материала, и, по крайней мере, один образец должен быть заархивирован координатором межлабораторных испытаний.

6.7 Процессы подготовки и рассылки пробы должны обеспечить достаточное количество материала и времени, для того чтобы лаборатории могли проводить исследования по новой или нестандартной методике.

6.8 Должны быть предусмотрены меры по обеспечению стабильности образца (см. 7.6), его хранению и доступу для дальнейшего использования.

Примечание 2 — В соответствии с 10.2.2 [1]: «В межлабораторное испытание метода испытаний должно быть включено не менее трех материалов. Для получения широко применимого значения точности в исследование должны быть включены шесть или более материалов». Из-за особенностей различных *марок* углей материалов требуется больше, чем минимальные шесть. Итоговое заявление о точности метода испытаний должно быть основано на приемлемых результатах исследований для каждого материала не менее чем в шести лабораториях.

Примечание 3 — При подготовке образца для межлабораторных испытаний следует учитывать особенности различных типов углей, на которые будет распространяться данный метод, сложность и стоимость подготовки и обеспечения образцами, затраты времени и денежных средств при выполнении испытаний, коммерческие или юридические потребности в надежных оценках точности.

7 Определение пригодности образца для метода испытания

7.1 После подготовки образца или в случае использования образца, который был подготовлен для других испытаний, но не использован, должна быть проведена оценка однородности материала образца.

7.2 Испытуемые образцы должны быть достаточно однородными для оценки метода испытаний. Степень однородности связана с размером частиц анализируемого образца. Следовательно, должен быть указан минимальный размер частиц для заданной однородности, и этот размер должен быть равен или быть меньше, чем размер частиц, указанный в методе испытаний. Кроме того, для разных испытаний могут потребоваться пробы различной крупности. *Для проведения межлабораторных исследований методов измерения пластометрических показателей, а также показателей спекаемости углей следует учитывать эффект самоотощения углей при сильном переизмельчении.*

Тесты на определение однородности должны быть проведены до рассылки образцов. Оценку однородности рекомендуется проводить по *ГОСТ 27872*.

7.3 Погрешности измерений, вызванные неоднородностью состава образца, колебаниями влаги или их сочетанием, не должны превышать одной трети погрешности измерений. Когда эти требования выполнены, неопределенности, обусловленные вышеуказанными причинами, не вносят значительный вклад в погрешность результатов испытаний.

7.4 Образцы, не отвечающие требованиям однородности для конкретного испытания, не должны использовать в межлабораторных испытаниях. Такие образцы могут быть подвергнуты повторной подготовке по 6.2 и затем дополнительно протестированы. В некоторых случаях образцы, которые неоднородны для одних испытаний, могут быть достаточно однородны для других.

7.5 Максимальный размер частиц в образцах должен соответствовать заявленному в методе испытания.

7.6 Рекомендуется определять стабильность образца (см. примечание 4).

7.6.1 При проведении большинства испытаний нужно определять содержание *аналитической* влаги *в образце*, так как ее величину используют при сравнении результатов испытаний, рассчитанных на определенное состояние пробы (например, на сухое состояние).

7.6.2 Угли (особенно низкой стадии метаморфизма), которые хранятся в течение длительного периода времени, могут окисляться. Если при этом окисляется пирит, это может повлиять на определе-

ние содержания серы. Угли *средней и высокой стадии метаморфизма* обычно стабильны в течение более длительных периодов времени, степень их окисления можно определить, используя метод испытаний *ГОСТ 8930 или [2].*

8 Хранение и консервация образцов

8.1 Образцы следует хранить таким образом, чтобы поддерживать стабильность характеристик измеряемых величин (см. примечание 4).

8.1.1 Изменений показателей элементного состава образцов (углерода, водорода и кислорода) в конечном счете должно быть менее чем 1 % за 10-летний период.

8.1.2 Содержание влаги необходимо определять соответствующим методом (см. раздел 2) перед каждым анализом. Не следует полагать, что содержание влаги будет оставаться постоянным изо дня в день, особенно для углей низкой стадии метаморфизма.

8.1.3 Кроме содержания влаги наиболее значительные абсолютные изменения в значениях параметров будут определены изменениями содержания углерода *и элементного состава в целом* в связи с окислением.

8.1.4 Для менее устойчивых углей, или углей с высоким содержанием влаги, или и тех и других могут быть использованы более жесткие условия хранения или процедуры консервации (см. примечание 5).

8.2 Образцы следует предварительно кондиционировать (предокислять) перед сокращением и консервацией (см. приложение А).

8.2.1 Образцы рекомендуется хранить в среде инертного газа для того, чтобы минимизировать окисление. Азот дешевле, но вероятность взаимодействия аргона с компонентами угля меньше.

8.2.2 Для минимизации окисления рекомендуется хранить пробы в холодильнике, при этом температуру проб необходимо поддерживать на уровне около 4 ° С. Должны быть приняты меры предосторожности, чтобы минимизировать изменения содержания влаги. Не рекомендуется замораживать образцы, так как это может привести к изменениям пористой структуры угля.

Примечание 4 — Хранение образцов в темноте или банках из темного стекла может снизить фотохимические изменения. Воздушно-сухие угли со стабильно низким содержанием влаги, кокс и стабильные твердые продукты сжигания можно хранить в плотно закрытых стеклянных или в пластиковых контейнерах при комнатной температуре в течение длительных периодов времени без существенного изменения многих характеристик угля.

Примечание 5 — Угли низких стадий метаморфизма, как правило, имеют высокое содержание влаги и быстро окисляются. Это окисление может продолжаться несколько месяцев, но может и замедляться во времени. Содержание влаги в этих образцах может зависеть от времени взятия пробы и относительной влажности в лаборатории. Содержание влаги также может изменяться в течение нескольких секунд после того, как образец извлекают из банки или если банка открыта в течение длительного времени.

9 Учет и хранение информации

Характеристики образца *для проведения межлабораторных исследований* должны быть записаны. Эта запись, как минимум, должна содержать следующую информацию: стадию метаморфизма *(уголь бурый, каменный, антрацит или марку угля)*, содержание золы, характеристику гранулометрического состава, приблизительное содержание влаги, комментарии об отборе и подготовке пробы, объем (массу) образца, а также определения того, по каким показателям образец был отобран. Место отбора проб, тип пробы (из шахты; из пласта, из потока и т. п.) рекомендуется также указывать. Все результаты по образцам следует сохранять до тех пор, пока они не будут опубликованы.

Необходимо записывать, когда образец был отобран, когда был подготовлен, *метод оценки его однородности* и каким образом образец хранился.

Сведения об имеющихся образцах с информацией, соответствующей 8.1 и 8.2, должны быть доступны заинтересованным сторонам, которые хотят их использовать для межлабораторных испытаний.

Приложение А

Кондиционирование углей низких стадий метаморфизма

А1.1 Постановка проблемы

А1.1.1 Угли низких стадий метаморфизма могут быстро окисляться.

А1.1.1.1 *Крупность угля влияет на скорость его окисления. Например,* уголь с размерами частиц менее 2,41 мм (8 mesh) окисляется быстрее, чем более крупный уголь, а уголь с размером частиц менее 0,251 мм (60 mesh) окисляется быстрее, чем уголь с размерами частиц 2,41 мм (8 mesh).

А1.1.1.2 Окисление может иметь место даже при хранении образцов углей в герметично закрытых емкостях в период от нескольких дней до нескольких месяцев и еще быстрее, когда образцы подвергаются воздействию воздуха.

А1.1.1.3 Когда окисление развивается, уголь имеет тенденцию становиться более стабильным.

А1.1.2 Практически невозможно, чтобы для межлабораторного анализа все испытания осуществляли одновременно или при одной и той же относительной влажности воздуха.

А1.1.2.1 Лаборатории могут получить или анализировать образцы либо и то, и другое в разное время и при различных лабораторных условиях.

А1.1.2.2 Очень важно, чтобы при межлабораторных испытаниях все различия в анализе были обусловлены работой аналитической лаборатории, а не изменениями в составе и характеристиках образца вследствие его деградации.

А1.2 Процедура кондиционирования

А1.2.1 Следует подготовить большое количество *однородного* и стабильного по качеству угля путем его измельчения до крупности, требуемой для конкретных межлабораторных испытаний.

А1.2.2 Фиксируется время начала кондиционирования, после чего образец остается на воздухе для высушивания от 3 до 6 мес. Глубина слоя образца не должна превышать *приблизительно 2,5* мм (1 in). Для равномерного окисления образец необходимо часто перемешивать.

А1.2.3 После того как процесс будет завершен, образец гомогенизируют и сокращают (см. 6.2).

А1.2.4 Емкости заполняют образцами, опечатывают и маркируют.

Примечание А1.1 — Точность результатов, полученных при использовании кондиционированных углей, определяет точность метода, и эта точность может быть недостижима для некондиционированных углей, как правило, испытуемых в условиях производства. Поэтому важно, чтобы при оценке точности метода четко было указано, кондиционированные или некондиционированные угли были использованы. В некоторых случаях точность метода может быть определена для кондиционированных или некондиционированных углей отдельно в межлабораторных испытаниях.

Библиография

[1] ASTM E691—14 Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

[2] ASTM D 5263—2015 Standard Test Method for Determining the Relative Degree of Oxidation in Bituminous Coal by Alkali Extraction

УДК 662.7:006.354 МКС 75.160.10 MOD

Ключевые слова: зола, уголь, кокс, остатки сжигания, однородность, лаборатории, влага, окисление, контроль качества

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

Сдано в набор 08.04.2016. Подписано в печать 29.04.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 33 экз. Зак. 1213.

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

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

gost.e-ecolog.ru