
СЭВ
СЭВ
СЭВ

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 марта 1978 г. № 887 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 751—77 «Топливо твердое. Определение содержания влаги» введен в действие в качестве государственного стандарта СССР

в народном хозяйстве СССР с 01.12.1980 г.

в договорно-правовых отношениях по сотрудничеству с 01.12.1980 г.

Сдано в наб. 21.02.78 Подп. в печ. 11.04.78 0,75 п. л. 0,58 уч.-изд. л. Тир. 6500 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 247

УДК 662.62.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 751—77
	ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ Определение содержания влаги	Взамен РС 450—65
		Группа А19

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на каменные и бурые угли, лигниты, антрациты и горючие сланцы (в дальнейшем — топливо) и устанавливает методы определения содержания влаги в них.

1. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.1. Влага внешняя (W_{ex}) — часть общей влаги топлива, которая удаляется при его высушивании до воздушно-сухого состояния.

1.2. Влага воздушно-сухого топлива (W_h) — часть общей влаги топлива, которая остается в нем после высушивания до воздушно-сухого состояния.

1.3. Влага общая (W_t) — общее содержание внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива.

1.4. Влага аналитической пробы (W^a) — содержание влаги в пробе с крупностью зерен менее 0,2 мм.

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Содержание общей влаги определяется одноступенчатым или двуступенчатым методом в зависимости от возможности измельчения пробы без предварительной подсушки.

2.2. Все определения, за исключением определения внешней влаги, проводятся на двух навесках.

2.3. При проведении отдельных испытаний необходимо соблюдать следующие правила:

1) перед каждым определением взвешиваемая проба должна тщательно перемешиваться, лучше всего переворачиванием сосуда с пробой. Навеска отбирается из разных мест сосуда;

Утвержден Постоянной Комиссией по стандартизации
Фридрихрода, декабрь 1977 г.

2) навески проб взвешиваются при крупности зерен менее 20 мм с точностью до 0,05% навески, при крупности менее 3 мм — с точностью до 0,002 г при крупности менее 0,2 мм — с точностью до 0,0002 г;

3) бюксы вместе с крышками должны быть пронумерованы и взвешены. Бюксы следует сохранять в эксикаторе, наполненном свежепросушенным высушивающим веществом. Масса бюкс уточняется перед каждым взятием навески;

4) лабораторные и аналитические пробы подготавливаются по СТ СЭВ 752—77;

5) если стенки сосуда, в котором проба доставлена в лабораторию, явно мокрые, то при определении внешней влаги необходимо просушить сосуд вместе с пробой и причислить соответствующую часть потери массы сосудов к потере массы пробы топлива.

3. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

3.1. Для высушивания пробы применяют:

1) электрические сушильные шкафы с терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева от 105 до 110°С, с отверстиями для естественной вентиляции или с установкой для обмена воздуха или азота;

2) сушильные шкафы для подсушивания проб с электрическим или газовым обогревом, с регулированием температуры в пределах от 40 до 50±5°С или искусственной вентиляцией, или с обменом нагретого азота;

3) термометр ртутный до 120°С с ценой деления шкалы 1°;

4) бюксы стеклянные или алюминиевые с крышками для определения содержания влаги в лабораторной или аналитической пробе. Размеры бюкс должны быть такими, чтобы масса навески угля не превышала 0,15 г/см^2 для навески аналитической пробы массой около 1 г или 0,30 г/см^2 для 10 г лабораторной пробы крупностью менее 3 мм;

5) противни из неокисляющегося металла для подсушивания проб;

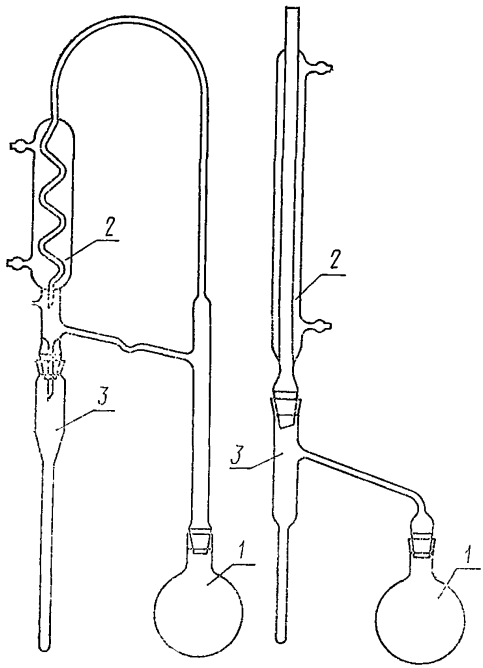
6) эксикаторы, наполненные свежепросушенным силикагелем или другими высушивающими веществами.

3.2. Для дистилляции применяют:

1) колбы для перегонки шарообразные, с коротким горлом, минимальной емкостью 500 см^3;

2) холодильник длиной не менее 200 мм, с внутренней трубкой, срезанной так, чтобы конденсат стекал по каплям прямо в центр градуированного приемника;

3) градуированные приемники с ценой деления шкалы 0,05 см³. Холодильники, приемники и колба соединяются при помощи шлифов, и сборка аппаратуры может быть прямоточной или противоточной согласно чертежу;



1—колба для перегонки емкостью 500 см³; *2*—холодильник; *3*—приемник с ценой деления шкалы 0,05 см³

4) стеклянные трубки диаметром 5 мм и длиной 5 мм с острыми краями (или другие соответствующие средства, предотвращающие сильное кипение);

5) бюретка для калибровки приборов с ценой деления шкалы 0,05 см³;

6) толуол с точкой кипения от 109 до 111°С.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВНЕШНЕЙ ВЛАГИ

4.1. Содержание внешней влаги определяется сушкой при температуре лаборатории или в сушильных шкафах с темпе-

ратурой не более 40°С для бурых углей и не более 50°С для каменных углей и горючих сланцев.

4.2. Максимальная величина зерна пробы для определения внешней влаги не должна превышать 20 мм. Масса пробы в килограммах должна быть не менее 0,1 максимального размера куска в миллиметрах, но в любом случае не менее 500 г.

4.3. Проба разравнивается на взвешенном противне так, чтобы на 1 дм^2 поверхности приходилось не более 100 г пробы. Противень с пробой взвешивается с точностью до 0,05% навески и ставится для свободной сушки в помещении с хорошей вентиляцией или в сушильный шкаф при повторяющемся время от времени перемешивании пробы до тех пор, пока расхождение между двумя взвешиваниями в течение последних 2 ч будет не более 0,3% первичной навески для бурых углей и 0,1% для каменных углей, антрацитов и горючих сланцев.

4.4. Длительность предварительной сушки в сушильном шкафу не должна превышать 8 ч. Для бурых углей и лигнитов с содержанием общей влаги более 35% время сушки может быть продлено. После окончания сушки при повышенной температуре противни с пробами вынимают из сушильного шкафа и оставляют для свободной сушки при комнатной температуре. Проба периодически перемешивается до тех пор, пока расхождение в массе за последний час между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,3% первичной навески для бурых углей и 0,1% — для каменных углей и горючих сланцев. В течение предварительной сушки, а также после каждого отдельного взвешивания проба перемешивается так, чтобы не возникали потери пробы.

Примечание. Для ускорения определения внешней влаги можно использовать сушильный шкаф с обменом нагретого азота и сушку производить при температуре 80°С. В дальнейшем поступают, как указано в п. 4.4.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ ВОЗДУШНО-СУХОГО ТОПЛИВА

5.1. Содержание влаги воздушно-сухого топлива определяется по лабораторной пробе (крупностью не более 3 мм и массой не менее 500 г) сушкой ее при температуре от 105 до 110°С или методом дистилляции после определения внешней влаги.

5.2. При определении внешней влаги в пробе массой 500 г эта проба после определения внешней влаги обрабатывается

в лабораторную пробу без сокращения ее массы. Обработку лабораторной пробы и взятие навески необходимо проводить в возможно более короткое время для предотвращения изменения содержания влаги.

5.3. Из лабораторной пробы отвешивают в бюксы приблизительно 10 г пробы. Открытые бюксы помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры от 105 до 110°С, и пробы при этой температуре сушат не менее:

угли каменные и горючие сланцы — 60 мин;

угли бурые и лигниты — 90 мин;

антрацит — 120 мин.

5.4. После окончания сушки бюксы вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышками, охлаждают на металлической подставке от 2 до 3 мин на воздухе, затем в эксикаторе до комнатной температуры, после чего взвешивают. Контрольную сушку проводят в течение 30 мин до тех пор, пока расхождение между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,1%. За результат принимается самая низкая масса.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ ВЛАГИ

6.1. Содержание общей влаги определяют двухступенчатым методом, как содержание внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива, или одноступенчатым методом путем сушки пробы топлива крупностью зерен менее 3 мм (10 мм) при температуре от 105 до 110°С, или методом дистилляции толуолом.

6.2. Содержание общей влаги одноступенчатым методом в лабораторной пробе крупностью до 3 мм определяется способом, аналогичным указанному в пп. 5.3 и 5.4. При этом масса навески может быть более 10 г.

6.3. Для каменных углей с содержанием летучих веществ (V^{daf}) менее 33% допускается применять одноступенчатый метод для проб крупностью менее 10 мм. Навеску 500 г сушат в сушильном шкафу при температуре от 105 до 110°С в течение 60 мин, а контрольную сушку проводят по п. 5.4.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ПРОБЫ

7.1. Содержание влаги аналитической пробы определяется как потеря массы этой пробы после высушивания в сушильном шкафу при соблюдении указанных ниже условий, выраженная в весовых процентах или методом дистилляции толуолом.

7.2. Бюксы с навесками пробы топлива около 1 г помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до тем-

пературы от 105 до 110°С, и при этой температуре сушат не менее:

каменные угли, антрацит и горючие сланцы — 30 мин;

бурые угли и лигниты — 60 мин.

7.3. После окончания сушки бюксы вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышками и охлаждают на металлической подставке от 2 до 3 мин на воздухе, затем в эксикаторе до комнатной температуры, после чего взвешивают. Контрольную сушку проводят в течение 30 мин до тех пор, пока расхождение между двумя взвешиваниями будет не более 0,001 г. За результат принимается самая низкая масса.

7.4. Если проводится общий анализ аналитической пробы топлива более чем через семь дней после определения влаги, определение влаги в аналитической пробе необходимо повторить. У некоторых типов углей, прежде всего бурых углей и лигнитов, содержание влаги необходимо определять в более коротком интервале времени в зависимости от свойств углей и их способности изменять содержание влаги.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАГИ МЕТОДОМ ДИСТИЛЛЯЦИИ

8.1. Содержание общей влаги, влаги воздушно-сухого топлива в пробе с крупностью кусков менее 3 мм, а также содержание влаги аналитической пробы производят путем дистилляции толуолом и измерения объема конденсата в приемнике после охлаждения до комнатной температуры.

8.2. Каждый прибор калибруется дистилляцией точно отмеренного количества воды, равного 2,5; 7,5; 15 $см^3$. Составляется график, на который наносится объем действительно прибавленной воды в кубических сантиметрах против величин, которые отсчитывались на шкале градуированного приемника. График служит для поправки показания объема влаги, полученного из проб угля. В таком же порядке производится проверка каждой новой партии толуола, применяемого при анализе.

8.3. В колбу для дистилляции помещают от 25 до 50 г топлива, взвешенного с точностью до 0,01 г. Масса навески зависит от влажности исследуемого топлива, при этом градуированный приемник должен наполниться отдистиллированной водой не менее чем до $^1/_3$.

Затем прибавляют 200 $см^3$ толуола так, чтобы смыть топливо, прилипшее к стенкам колбы. В колбу помещают 2 или 3 стеклянные трубки (или другие средства, предотвращающие сильное кипение) и прибор собирают. После подачи воды в холодильник колбу медленно нагревают, чтобы ее со-

держимое достигло температуры кипения в течение 15 мин. Дистилляция должна протекать со скоростью от 2 до 4 капель в секунду. Когда прекратится стекание воды по каплям, продолжается дистилляция еще в течение 10 мин. 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.

После охлаждения конденсата в градуированном приемнике до комнатной температуры капли воды, случайно прилипшие к внутренней поверхности градуированного приемника, снимают, например, стеклянной палочкой с каучуковым башмаком и объем воды отсчитывают с точностью до 0,05 см³. В случае неясности границы верхнего слоя в приемнике, последний погружают на 20 мин в водяную ванну с температурой 60°С и после охлаждения до температуры помещения отсчитывают объем воды.

9. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Содержание общей влаги, определенной одноступенчатым методом, содержание внешней влаги, влаги в воздушно-сухом топливе и влаги аналитической пробы (W) в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — потеря массы при сушке навески пробы топлива, г;

m — масса навески пробы топлива, г.

9.2. Содержание общей влаги в рабочем состоянии, определенной двухступенчатым методом, вычисляют по формуле

$$W_t^r = W_{ex}^r + W_h \cdot \frac{100 - W_{ex}^r}{100}, \qquad (2)$$

где W_t^r — влага общая в рабочем состоянии, %;

W_{ex}^r — влага внешняя в рабочем состоянии, %;

W_h — влага воздушно-сухого топлива, %.

9.3. Содержание влаги (W) в процентах, определенное методом дистилляции, принимая, что масса 1 см³ воды при комнатной температуре равняется 1 г, вычисляют по формуле

$$W = \frac{V_0}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_0 — объем воды, отдистиллированной из пробы, с поправкой на графике, см³.

9.4. Для целей классификации пересчет содержания общей влаги бурых углей в рабочем состоянии на беззольное состояние W_t^{raf} проводят по формуле

$$W_t^{raf} = \frac{100 \cdot W_t^r}{100 - A^r}, \qquad (4)$$

где A^r — зольность в рабочем состоянии, %.

10. РАСХОЖДЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ

10.1. Расхождения результатов параллельных определений содержания влаги методами сушки указаны в табл. 1.

Таблица 1

Виды влаги	Допускаемые расхождения результатов параллельных определений			
	в одной лаборатории		в разных лабораториях	
	при содержании влаги в топливе, %			
	до 10	св. 10	до 10	св. 10
Влага общая	0,3% абс.*	3% отн. но не более 0,6% абс.*	0,5% абс.	5% отн., но не более 0,8% абс.
Влага воздушно-сухого топлива	0,3% абс.	3% отн.	—	—
Влага аналитической пробы	0,2% абс.	2% отн.	—	—

* Для одноступенчатого метода определения общей влаги.

10.2. Расхождения результатов параллельных определений содержания влаги методом дистилляции указаны в табл. 2.

Таблица 2

Виды топлива	Содержание влаги, %	Допускаемые расхождения результатов параллельных определений	
		в одной лаборатории	в разных лабораториях
Бурые угли и лигниты	До 20	0,4% абс.	0,8% абс.
	Св. 20	2,0% отн.	4,0% отн.
Каменные угли, антрациты и горючие сланцы	До 10	0,3% абс.	0,5% абс.
	Св. 10	3,0% отн.	5,0% отн.

10.3. Результаты вычисляются с точностью до 0,01% и приводятся с точностью до 0,1%.

10.4. Если результаты двух параллельных определений отличаются между собой больше, чем предусмотрено в допускаемых расхождениях, должно проводиться третье определение. В качестве конечного результата следует принимать среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, соответствующее требованиям пп. 10.1 и 10.2.

Примечание. Для оперативного контроля содержания влаги можно применять ускоренные методы при более высоких температурах и экспресс-анализаторы при условии, что полученные результаты не показывают систематические ошибки по сравнению с методами, предписанными в настоящем стандарте.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ЧССР в Постоянной Комиссии по угольной промышленности.
2. Тема 12.200.02—76.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 42-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Декабрь 1980 г.	Декабрь 1980 г.
ВНР	Январь 1979 г.	Январь 1979 г.
ГДР		
Республика Куба		
МНР	Январь 1981 г.	—
ПНР	Декабрь 1979 г.	Декабрь 1979 г.
СРР	Декабрь 1982 г.	—
СССР	Декабрь 1980 г.	Декабрь 1980 г.
ЧССР	Декабрь 1980 г.	Декабрь 1980 г.

5. Срок первой проверки — 1983 г., периодичность проверки — 5 лет.

gost.e-ecolog.ru