ГОСТ 30100—93
(ИСО 1015—92)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

МЕТОД ПРЯМОГО ОБЪЕМНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАГИ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 179 «Уголь и продукты его переработки», Комплексным научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом обогащения горючих ископаемых (ИОТТ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт представляет собои полный аутентичный текст ИСО 1015—92 «Угли бурые и лигниты Определение содержания влаги Прямой объемный метод» и содержит дополнительные гребования, отражающие потребности экономики страны

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 28 декабря 1995 г № 652 межгосударственный стандарт ГОСТ 30100—93 (ИСО 1015—92) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российскои Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Назначение и область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 2
6 Подготовка пробы 3
7 Проведение испытания 4
8 Обработка результатов 5
9 Точность метода 6
10 Протокол испытания 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ

Метод прямого объемного определения влаги

Brown coals and lignites.
Method of direct volumetric determination of moisture

Дата введения 1997—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает прямой объемный метод определения влаги в бурых углях и лигнитах. Метод применим для определения общей влаги, влаги воздушно-сухого топлива в пробе с крупностью кусков менее 3 мм, а также влаги аналитической пробы.

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 9880—76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

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

ГОСТ 27314—91 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги

ГОСТ 29085—91 Угли бурые и лигниты. Методы косвенного гравиметрического определения влаги

---

* Допускается до введения ИСО 1988 в качестве государственного стандарта.

Издание официальное

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Бурый уголь или лигнит нагревают в колбе с обратным холодильником с кипящим толуолом или ксилолом. Влага увлекается с парами толуола или ксилола и попадает в холодильник, соединенный с градуированным приемником. В приемнике вода отделяется, образуя нижний слой, а избыток толуола или ксилола возвращается в перегонную колбу посредством перелива через отводную трубку. Массовую долю влаги вычисляют по массе навески взятой пробы и объему собранной воды.

Примечание — Результаты, полученные для бурых углей и лигнитов, при использовании толуола и ксилола могут быть неидентичны, но расхождение между результатами должно находиться в допускаемых пределах (см. 9). Предпочтительно использовать толуол вместо ксилола, так как последний может вызвать выделение влаги из функциональных групп угля.

Это важно при сравнении результатов определения влаги по данному методу с другими методами по ГОСТ 29085.

Ксилол и толуол воспламенимы, оказывают раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

4 РЕАКТИВЫ

В процессе определения используют реактивы квалификации не ниже ч.д.а. и дистиллированную воду.

4.1 Толуол с точкой кипения 110 °С.

4.2 Ксилол с пределом кипения 135—140 °С.

Примечание — Ввиду низкой растворимости воды в толуоле или ксилоле малейшая ошибка в определении будет возрастать от изменений условий насыщения используемого реактива.

Для сведения этой ошибки к минимуму рекомендуется при проведении определения использовать реактив в тех условиях, что и при калибровании прибора.

5 АППАРАТУРА

Применяемая мерная аппаратура должна быть точно отградуирована.

5.1 Шарообразная перегонная колба с коротким горлом вместимостью не менее 500 $см^3$.

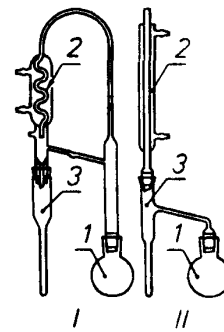
5.2 Холодильник с длиной водяного покрытия не менее 200 $см^3$, внутренняя трубка установлена так, чтобы конденсат стекал по каплям в центр приемника, не попадая на его внутренние стенки.

5.3 Градуированный приемник для конденсата с ценой деления 0,1 $см^3$ (*0,05 $см^3$*).

Холодильник, приемник и колба соединены с помощью шлифов.

Водосливная трубка, соединенная с приемником или нижней частью холодильника, позволяет возвращать реактив в перегонную колбу.

Сборка аппаратуры может быть прямоточной или противоточной согласно рисунку 1.



I — прямоточная сборка аппаратура;
II — противоточная сборка аппаратура.
1 — колба для перегонки вместимостью 500 см^3; *2* — холодильник; *3* — приемник с ценой деления шкалы 0,05 см^3

Рисунок 1 — Установка для прямого объемного метода определения влаги

Примечание — Приемник и холодильник должны быть чистыми, для этого их обрабатывают крепким раствором бихромата калия в серной кислоте.

5.4 Стеклянные трубки в виде отрезков диаметром 5 мм и длиной 5 мм с острыми краями, *или другие соответствующие средства, предотвращающие сильное кипение.*

5.5 Распылительная трубка из стекла, через которую можно подавать реактив для смыва внутренней поверхности холодильника. При противотоке следует соблюдать меры предосторожности.

5.6 Бюретка для калибровки с ценой деления шкалы 0,05 см^3.

5.7 Весы с точностью взвешивания 10 мг.

6 ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

6.1 Пробу для определения общей влаги измельчают до прохождения через сито 3 мм с квадратными (*круглыми*) отверстиями. Если используют дробилки, предотвращающие потерю влаги, пробу можно измельчать непосредственно; в противном случае пробу перед измельчением следует довести до приблизительного равновесия с влажностью окружающей атмосферы, определить содержание внешней влаги по *ГОСТ 27314.* В этом случае применяют формулу для вычисления общей влаги, приведенную в примечании.

Проба, полученная в запечатанном воздухонепроницаемом контейнере, должна весить не менее 150 г.

Примечание — Если перед дроблением проводят процесс воздушной сушки, общую влагу (W_t) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$W_t = X + W\left(1 - \frac{X}{100}\right),$$

где X — потеря массы исходной пробы при воздушной сушке, %;
W — влага воздушно-сухого топлива, %.

6.2 Для определения влаги в аналитической пробе ее измельчают до прохождения через сито 0,2 мм и высушивают на воздухе.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1 Калибровка прибора

Каждый прибор калибруют дистилляцией серии точно известных объемов воды, отмеренных бюреткой и охватывающих диапазон содержания влаги, подобный встречающимся в пробах (например 2,5; 7,5; 15 $см^3$). Строят график зависимости объемов отмеренной воды в кубических сантиметрах и объемов полученной воды в приемнике.

При замене каких-либо реактивов или деталей прибора калибрование следует повторить.

7.2 Испытуемая навеска

Перед началом определения влаги в аналитической пробе воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин предпочтительно механическим способом.

Взвешивают с точностью до 0,01 г около 50 г пробы (или 25 г, если ожидаемая влага угля превысит 20 %) и помещают в чистую перегонную колбу. Добавляют 200 $см^3$ толуола (п. 4.1), смывая частички пробы, прилипшие к шейке или стенкам колбы.

Примечание — Размер приемника должен соответствовать массе навески. Обычно конденсат должен занимать не менее одной трети градуированного приемника.

7.3 Определение

Наполняют приемник *толуолом*. В перегонную колбу помещают два или три отрезка стеклянной трубки *или другие средства*, предотвращающие сильное кипение, и собирают прибор. После подачи воды в холодильник перегонную колбу медленно и равномерно нагревают так, чтобы ее содержимое достигло точки кипения примерно через 15 мин.

Температуру нагрева регулируют таким образом, чтобы скорость дистилляции составила 2—4 капли в 1 с.

Дистилляцию продолжают еще в течение 10 мин, пока стекающий толуол не станет прозрачным, *стекание по каплям прекратится* и объем воды в приемнике не перестанет увеличиваться.

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.

Если используют холодильник с потоком пара, направленным вверх, капли воды, приставшие к внутренней поверхности холодильника или к верхней части приемника смывают используемым реактивом с помощью распылительной трубки и дистилляцию продолжают в течение времени, необходимого для того, чтобы вся вода, смытая реактивом в перегонную колбу, была перегнана в приемник.

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 измеряют объем воды, собранной в приемнике.

В случае неясности границы верхнего слоя в приемнике последний погружают на 20 мин в водяную баню с температурой 60 °С, и после охлаждения до температуры помещения отсчитывают объем воды.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Массовую долю влаги (W) в анализируемой пробе в процентах (принимая, что плотность воды составляет 1 г/см^3), вычисляют по формуле

$$W = \frac{V_c}{m} \cdot 100,$$

где m — масса испытуемой навески, г;

V_c — объем выделившейся воды с поправкой, полученной по графику, см^3 (7.1).

Полученный результат представляет:

а) массовую долю общей влаги в пробе в процентах, если ее предварительно не высушивали на воздухе, или

б) остаточную массовую долю влаги в процентах, если в подготовку пробы была включена процедура воздушной сушки (см. примечание к 6.1), или

в) массовую долю влаги в аналитической пробе в процентах. Окончательный результат вычисляют с погрешностью не более 0,1 %.

8.2 Для целей классификации пересчет массовой доли общей влаги бурых углей в рабочем состоянии на беззольное состояние (W_t^{af}) проводят по формуле

$$W_t^{af} = \frac{100 \cdot W_t^r}{100 - A^r},$$

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

9 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

9.1 Повторяемость

Допускаемое расхождение между единичными определениями, проведенными в одной лаборатории в двух отдельных пробах, отобранных одновременно в соответствии с требованиями ГОСТ 10742, не должно превышать значений, указанных в таблице.

9.2 Воспроизводимость

Допускаемое расхождение между единичными определениями, проведенными в разных лабораториях на двух отдельных пробах на влагу, отобранных одновременно в соответствии с требованиями ГОСТ 10742, не должно превышать значений, указанных в таблице.

Таблица

Массовая доля влаги	Максимальное допускаемое расхождение между результатами	
	повторяемость	воспроизводимость
Менее 20	0,4 % абс.	0,8 % абс.
20 % и выше	2,0 % отн.	4,0 % отн.

9.3 Если результаты двух параллельных определений превышают допускаемые расхождения, проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

10 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) ссылку на используемый метод;

б) результаты и метод их выражения;

в) отклонения, отмеченные в процессе определения;

г) любые операции, не включенные в настоящий стандарт;

д) используемый реактив и степень его насыщения (т.е. влажный или сухой).

УДК 642.1.001.4:006.354 ОКС 73.040 А19 ОКСТУ 0309

Ключевые слова: угли бурые, лигниты, испытание, влага

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябова*

Изд.лиц № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.02.96. Подписано в печать 25.04.96
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 200 экз. С3394. Зак. 197

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru