ГОСТ 11022—95
(ИСО 1171—97)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

## Методы определения зольности

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 твердых горючих ископаемых Минтопэнерго Российской Федерации (ИОТТ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Белстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Украина | Госстандарт Украины |

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 20 от 1 ноября 2001 г.)

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Раздел 3 настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст ИСО 1171—81 «Твердое минеральное топливо. Определение содержания золы» и содержит дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 12 марта 1996 г. № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 11022—95 (ИСО 1171—81) введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 11022—90

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2006 г.) с Изменением № 1, принятым в феврале 2002 г. (ИУС 5—2002)

© ИПК Издательство стандартов, 1996
© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

## Методы определения зольности

Solid mineral fuels.
Methods for determination of ash

**Дата введения 1997—01—01**

## 1 Назначение и область распространения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, продукты их обогащения, породные прослойки, сопровождающие пласты угля и горючих сланцев, каменноугольный, пековый кокс и термоантрацит, а также брикеты из бурого и каменного угля и устанавливает методы определения зольности при медленном и ускоренном озолении.

При разногласиях в оценке зольности топлива, а также при определении зольности породных прослоек определения проводят методом медленного озоления.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3044—84* Преобразователи термоэлектрические. Номинальные статистические характеристики преобразования

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 27313—95 (ИСО 1170—77) Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.585—2001 «Государственная система обеспечения единства измерений. Термопары. Номинальные статические характеристики преобразования».

## 3 Метод медленного озоления

**Введение**

Зола, оставшаяся после сжигания угля или кокса на воздухе, образуется из неорганических соединений, входящих в состав угольного вещества, и из присутствующих минеральных веществ. Количество оставшейся в золе серы частично зависит от условий озоления и для получения сопоставимых результатов определения зольности необходимо строго придерживаться этих условий.

Дополнения и изменения, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

**3.1 Сущность метода**

Пробу топлива сжигают в муфельной печи, нагреваемой с определенной скоростью до температуры (815±10) °С, и выдерживают при этой температуре до постоянной массы. Свойства каменного угля и кокса в отличие от бурого угля и лигнитов допускают более высокие скорости нагрева.

Зольность в процентах рассчитывают по массе остатка после прокаливания.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.2 Аппаратура**

3.2.1 Весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 мг.

*Допускается применять весы с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.*

3.2.2 Муфельная печь любого типа с максимальной температурой нагрева 900—1000 °С, обеспечивающая постоянные температуру и скорость нагрева в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Вентиляция муфельной печи должна обеспечивать смену воздуха около пяти раз в минуту.

*Допускается применять муфельную печь с естественной вентиляцией.*

Альтернативно используют две муфельные печи любого типа. Одна должна обеспечить постоянную температуру и скорость нагрева до 500 °С, вторая — постоянную температуру (815±10) °С.

Примечание — Кратность обмена воздуха в минуту (при принудительной вентиляции) можно оценить измерением потока воздуха в дымовом канале муфельной печи с помощью статической трубки Пито и чувствительного манометра.

3.2.3 Тигли, лодочки для сжигания из кварца, фарфора или платины, глубиной от 8 до 15 мм № 1, 2, 3 по ГОСТ 9147 и ГОСТ 19908.

Размер тигля или лодочки должен быть таким, чтобы на 1 $см^2$ поверхности масса пробы топлива не превышала 0,15 $г/см^2$ для угля или 0,10 $г/см^2$ для кокса.

*Применяемые тигли и лодочки должны быть пронумерованы, прокалены до постоянной массы и храниться в эксикаторе с осушающим веществом.*

3.2.2, 3.2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.4 Изоляционная пластина из кварца толщиной 6 мм или аналогичное приспособление, размер которого позволяет легко вводить его в муфельную печь.

*Допускается использовать керамические пластины или из огнеупорного материала толщиной не более 5 мм.*

3.2.5 *Термопреобразователь для измерения температуры до 1000 °С по ГОСТ 3044 с измерительным устройством.*

3.2.6 *Щипцы тигельные.*

3.2.7 *Эксикатор по ГОСТ 25336.*

**3.3 Подготовка пробы**

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 10742 и ГОСТ 23083.

Для определения зольности угля или кокса используют аналитическую пробу, измельченную до размера частиц, проходящих через сито с размером ячеек 200 мкм (0,2 мм). При необходимости породу доводят до воздушно-сухого состояния, разложив тонким слоем на минимальное время, необходимое для достижения приблизительного равновесия массовой доли влаги с атмосферой лаборатории.

Перед началом определения аналитическую пробу тщательно перемешивают в течение 1 мин, предпочтительно механическим способом.

**3.4 Проведение испытания**

Тигель или лодочку взвешивают (3.2.1), равномерно распределяют 1—2 г пробы (3.3) и снова взвешивают.

Примечание — Кварцевые или фарфоровые тигли и лодочки перед первым взвешиванием нагревают до (815±10) °С, выдерживают при этой температуре в течение 15 мин и охлаждают так же, как при проведении испытания.

Для бурых углей, лигнитов и горючих сланцев

Тигель или лодочку с навеской помещают в муфельную печь (3.2.2) при комнатной температуре. В течение 60 мин повышают температуру печи до 500 °С и поддерживают эту температуру в течение 60 мин. Продолжают нагрев до (815±10) °С в той же печи либо, при использовании двух печей, переносят тигель или лодочку во вторую печь, предварительно нагретую до (815±10) °С (см. примечание 2 к 3.2.2), и выдерживают при этой температуре не менее 60 мин.

Для каменных углей и антрацитов

Тигель или лодочку с навеской помещают в муфельную печь при комнатной температуре. В течение 60 мин повышают температуру печи до 500 °С и поддерживают эту температуру в течение 30 мин. Далее продолжают нагрев до (815±10) °С в той же печи либо, при использовании двух печей, переносят тигель или лодочку во вторую печь, предварительно нагретую до (815±10) °С, и выдерживают при этой температуре не менее 60 мин.

Для кокса и термоантрацита

Тигель или лодочку с навеской помещают на пластину (3.2.4), которую сразу помещают в печь, нагретую до (815±10) °С. Выдерживают при этой температуре не менее 60 мин.

После прокаливания тигель или лодочку вынимают из печи и охлаждают на толстой металлической плите в течение 10 мин, а затем помещают в эксикатор без осушителя.

Примечание — Сосуд, в котором происходит охлаждение, можно заполнить сухим газом, чтобы уменьшить возможность поглощения влаги золой во время охлаждения. В этом случае лодочку или тигель накрывают крышкой.

После охлаждения тигель или лодочку с зольным остатком взвешивают. Проводят контрольные прокаливания при (815±10) °С в течение нескольких 15-минутных периодов до тех пор, пока последующее изменение массы станет не более 1 мг.

Примечание — Если результаты испытания необходимо пересчитать на другие состояния топлива, отличные от воздушно-сухого, определяют массовую долю влаги в пробе.

**3.5 Обработка результатов**

Зольность аналитической пробы $A$, %, по массе вычисляют по формуле

$$A = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса тигля, г;

$m_2$ — масса тигля с пробой, г;

$m_3$ — масса тигля с золой, г.

Результаты (предпочтительно среднее значение двух параллельных определений — см. 3.6) рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

3.4, 3.5 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.6 Точность метода**

3.6.1 Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Зольность | Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитаны на одинаковую массовую долю влаги топлива) | |
|---|---|---|
| | Сходимость | Воспроизводимость |
| До 10 % | 0,2 % абс. | 0,3 % абс. |
| 10 % и более | 2,0 % среднего результата | 3,0 % среднего результата |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

*3.6.2 Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное в таблице значение, из той же пробы (3.3) производят третье определение и за результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.*

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих определений, за результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

3.6.3 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, проведенных в разное время в одной и той же лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одного и того же оборудования на двух навесках, взятых от одной и той же аналитической пробы угля, не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.6.4 Воспроизводимость

Средние результаты двух параллельных определений, выполненных в двух различных лабораториях с навесками, взятыми из одной и той же аналитической пробы угля после последней стадии подготовки пробы, не должны превышать значений, указанных в таблице.

3.6.5 Пересчет результатов определения на другие состояния топлива — по ГОСТ 27313.

**3.7 Отчет об испытании**

Отчет об испытании включает следующее:

- обозначение испытуемого продукта;
- ссылку на используемый метод;
- результаты и метод их выражения;
- любые отклонения, отмеченные во время определения;
- любые операции, не включенные в настоящий стандарт или рассматриваемые как необязательные;
- дату испытания.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4 Метод ускоренного озоления

4.1 Настоящий метод распространяется на каменные и бурые угли, антрацит и горючие сланцы и предусматривает ускоренное озоление в муфельных печах с естественной вентиляцией и с подачей кислорода.

**4.2 Метод ускоренного озоления с естественной вентиляцией**

4.2.1 Аппаратура (по 3.2).

Для проведения озоления с естественной вентиляцией муфельная печь должна иметь вытяжную трубу с наружным диаметром 20—22 мм и толщиной 1,5—2 мм, расположенную в задней стенке ниже отверстия для термопары и выступающую над корпусом муфельной печи на 30 мм.

4.2.2 Подготовка пробы — по 3.3.

4.2.3 Проведение испытания

Нагревают муфельную печь (3.2.2 и 4.2.1) до температуры озоления, °С, которая равна:

815±10 — для каменных и бурых углей, лигнитов, антрацитов;

865±10 — для горючих сланцев.

Открывают дверцу муфельной печи и устанавливают пластину с тиглями или лодочками у дверцы печи в зоне пониженной температуры и в таком положении выдерживают 3 мин при озолении углей и 5 мин при озолении сланцев. Затем пластину с тиглями или лодочками продвигают в муфельную печь в зону постоянной температуры со скоростью 2 см/мин и закрывают дверцу печи.

Продолжительность озоления (после достижения в муфельной печи температуры озоления) должна быть:

25—35 мин — для каменных углей и антрацита;

20—25 мин — для бурых углей и горючих сланцев.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2.4 По окончании озоления пластину с пробами вынимают из муфельной печи, охлаждают на воздухе до комнатной температуры и тигли или лодочки с зольным остатком взвешивают.

Обработка результатов анализа — по 3.5, 3.6.

4.2.5 Отчет об испытании — по 3.7.

**4.3 Метод ускоренного озоления с подачей в муфельную печь кислорода**

4.3.1 Аппаратура (по 3.2)

Для проведения ускоренного озоления с подачей в муфельную печь кислорода муфельная печь должна иметь в задней стенке ниже отверстия для термопары отверстие для металлической трубки из жароупорной стали (для подачи кислорода) длиной 350 мм, наружным диаметром 10—12 мм и

толщиной стенок 1,5—2,0 мм. Поверхность трубки должна быть перфорирована, диаметр отверстий 1,5 мм.

Кроме аппаратуры, приведенной в 3.2, применяют:

кислород газообразный по ГОСТ 5583;

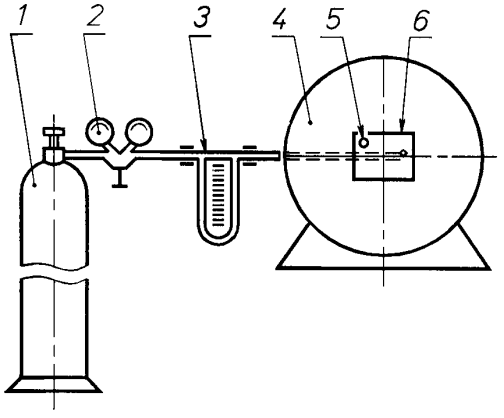
редуктор кислородный;

реометр-индикатор с поворотными диафрагмами или другой расходомер, обеспечивающий необходимую точность измерения количества подаваемого кислорода.

4.3.2 Подготовка пробы (по 3.3)

4.3.3 Проведение испытания

Для проведения испытания собирают установку по схеме, изображенной на рисунке.




*1* — баллон с кислородом; *2* — манометр; *3* — реометр; *4* — муфельная печь; *5* — отверстия для термопары; *6* — отверстие для трубки

Рисунок — Схема установки для ускоренного озоления с подачей в муфельную печь кислорода

Нагревают муфельную печь до (865±10) °С. Открывают дверцу муфельной печи и устанавливают пластину с тиглями или лодочками у дверцы печи в зоне пониженной температуры и выдерживают в течение 3 мин при озолении бурых, каменных углей и антрацита и в течение 5 мин при озолении сланцев. Затем пластину с тиглями или лодочками продвигают в зону постоянной температуры со скоростью 2 см/мин, закрывают дверцу и подают кислород со скоростью 3 $дм^3$/мин.

Продолжительность озоления (после достижения в муфельной печи температуры озоления) должна быть:

10—15 мин — для бурых углей;

20—25 мин — для каменных углей и антрацита;

15—20 мин — для горючих сланцев.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3.4 По окончании озоления подачу кислорода прекращают, пластину с пробами вынимают из муфельной печи, охлаждают на воздухе до комнатной температуры и тигли или лодочки с зольным остатком взвешивают.

Обработка результатов анализа — по 3.5, 3.6.

4.3.5 Отчет об испытании — по 3.7.

УДК 622.62:543.822:006.354 МКС 75.160.10 А19 ОКСТУ 0309

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, каменный уголь, бурый уголь, лигниты, антрацит, горючие сланцы, кокс, термоантрацит, метод определения, зольность

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 11.12.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,75. Тираж 63 экз. Зак. 890. С 3535.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru