
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
55661—
2013

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение зольности

ISO 1171:2010
Solid mineral fuels — Determination of ash
(MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0—2012 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации Российской Федерации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 октября 2013 г. № 1232-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 1171:2010 «Топливо твердое минеральное. Определение зольности» (ISO 1171:2010 «Solid mineral fuel — Determination of ash»).

Дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики, выделены курсивом и изложены во введении.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

Зола — неорганический остаток, образующийся в результате полного сжигания твердых топлив на воздухе. Зола состоит из продуктов превращения неорганических соединений, входящих в состав угольного вещества, и минеральных веществ, содержание которых зависит от многих факторов, в том числе от способа добычи топлива.

В настоящем стандарте определяемым параметром является зольность. Недопустимо использовать термин «содержание золы», т. к. зола в углях не содержится, а образуется в результате их сжигания.

Зольность — это масса золы, полученной в стандартных условиях, отнесенная к единице массы угля и выраженная в процентах.

Масса и состав золы, в том числе количество серы в золе, зависят от условий озоления топлива и, прежде всего, от скорости озоления и конечной температуры прокаливания остатка. Для того, чтобы сравнивать угли по их зольности, необходимо определять этот важнейший параметр качества в стандартных условиях, регламентированных в настоящем стандарте.

В текст настоящего стандарта включены дополнительные по отношению к ИСО 1171 положения для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, а именно:

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- добавлен раздел 3 «Термины и определения»;
- введен метод ускоренного определения зольности твердого топлива (подраздел 7.2).

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное.
Определение зольности

Solid mineral fuel. Determination of ash

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на *лигниты, бурые, каменные угли, антрациты, горючие сланцы, продукты обогащения, брикеты, кокс, термоантрацит, породные прослойки, сопровождающие пласты угля и горючих сланцев (далее — твердое минеральное топливо)*, и устанавливает методы определения зольности с медленным и ускоренным озолением.

При разногласиях в оценке зольности топлива, а также при испытании породных прослоек определение проводят методом с медленным озолением (арбитражный метод).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 52917—2008 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007, MOD)

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (OIML R 76-1:2006(E), MOD)

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6616—94 Преобразователи термоэлектрические. Общие 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 17070—87 Угли. Термины и определения

ГОСТ 19908—90 Тигли, чашки, 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 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива (ИСО 1170:1997, MOD)

ГОСТ 27589—91 Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

П р и м е ч а н и е — 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 ежегодного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в сжигании навески топлива (озолении) при свободном доступе воздуха и прокаливании зольного остатка до постоянной массы при температуре $(815 \pm 10) ^\circ\text{C}$. Зольность пробы рассчитывают, исходя из массы образовавшейся золы.

Примечание — При определении зольности горючих сланцев методом с ускоренным озолением прокалывание зольного остатка проводят при температуре $(865 \pm 10) ^\circ\text{C}$.

5 Аппаратура

5.1 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

5.2 Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим нагрев до требуемой температуры со скоростью, регламентированной настоящим стандартом (см. 7.1), имеющая рабочую зону подходящего размера, в которой устойчиво поддерживается требуемая температура. Вентиляция в муфельной печи должна обеспечивать смену воздуха от 5 до 10 раз в минуту.

Примечание — Кратность обмена воздуха в минуту можно оценить измерением потока воздуха в дымовом канале муфельной печи с помощью статической трубки Пито и подходящего манометра.

В качестве альтернативного варианта используют две муфельные печи. При этом в одной печи должна быть обеспечена определенная скорость подъема температуры в рабочей зоне до $500 ^\circ\text{C}$ (см. 7.1) и дальнейшее поддержание этой

температуры, а в другой — должна поддерживаться температура рабочей зоны $(815 \pm 10) ^\circ\text{C}$.

Для метода с ускоренным озолением допускается использовать муфельные печи, оборудованные вытяжной трубой с наружным диаметром 20 – 22 мм и толщиной стенок 1,5 – 2 мм, расположенной в задней стенке печи ниже отверстия для термопары и выступающей над корпусом муфельной печи на 30 мм.

5.3 Преобразователь термоэлектрический (термопара) типа ТПП или ТХА по ГОСТ 6616 для контроля температуры в рабочей зоне муфельной печи с измерительным устройством.

5.4 Тигли, лодочки или лотки для сжигания навески топлива из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908, фарфора по ГОСТ 9147 или платины по ГОСТ 6563.

Размеры тиглей, лодочек или лотков должны быть такими, чтобы толщина слоя равномерно распределенной в них навески топлива не превышала $0,15 \text{ г/см}^2$ для угля и $0,10 \text{ г/см}^2$ для кокса. Глубина лодочки или лотка должна быть от 8 до 15 мм.

Примечание — Тигли, лодочки или лотки должны быть пронумерованы и прокалены до постоянной массы при $(815 \pm 10) ^\circ\text{C}$. Они должны всегда храниться в эксикаторе с осушающим веществом.

5.5 Пластина толщиной 6 мм, изготовленная из кварца или термостойкой стали, размер которой позволяет легко вставлять ее в муфельную печь.

5.6 Эксикаторы по ГОСТ 25336 или другие подходящие контейнеры, предназначенные для следующих целей:

- с осушающим веществом для хранения прокаленных тиглей, лодочек или лотков между испытаниями;
- без осушающего вещества для охлаждения тиглей, лодочек или лотков с золой перед взвешиванием.

6 Приготовление пробы

Отбор и приготовление пробы по ГОСТ 10742 или ГОСТ 23083.

Проба для определения зольности представляет собой аналитическую пробу, измельченную до максимального размера частиц 212 мкм. *Допускается степень измельчения аналитической пробы — 0,2 мм.*

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 атмосферы лаборатории.

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

Одновременно со взятием навески для определения зольности отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ Р 52917 или ГОСТ 27589.

7 Проведение испытания

7.1 Метод определения зольности твердого топлива с медленным озолением (арбитражный метод)

Чистый сухой тигель (подочку или лоток) (5.4) взвешивают с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг, равномерно распределяют в нем приблизительно 1 г пробы (см. раздел 6) и снова взвешивают.

Примечание — Кварцевые или фарфоровые тигли (подочки или лотки), хранившиеся длительное время без употребления, помещают на 15 мин в муфельную печь, предварительно нагретую до $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$, а затем охлаждают и взвешивают также, как при проведении испытания.

Тигли (подочки или лотки) с навесками помещают в муфельную печь (5.2) при комнатной температуре. Равномерно в течение 60 мин нагревают муфельную печь до температуры 500°C . Выдерживают навески при этой температуре в течение 30 мин. Навески бурых углей и лигнитов выдерживают при 500°C в течение 60 мин.

Продолжают нагрев муфельной печи до $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ или, при использовании двух печей (см. 5.2), переносят тигли (подочки или лотки) во вторую, уже нагретую до этой температуры печь. Выдерживают навески при температуре $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ не менее 60 мин.

При определении зольности кокса тигли (подочки или лотки) с навесками кокса помещают на пластину (5.5), которую вставляют непосредственно в муфельную печь, нагретую до температуры $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$, и выдерживают при этой температуре не менее 60 мин.

После окончания сжигания навесок топлива и прокаливания зольных остатков тигли (подочки или лотки) вынимают из муфельной печи и помещают для охлаждения сначала на толстую металлическую плиту на 10 мин, а затем в эксикатор без осушителя (5.6). После охлаждения до комнатной температуры тигли (подочки или лотки) взвешивают с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

Примечание — Во избежание поглощения золой влаги эксикатор, в котором происходит охлаждение, можно продувать сухим газом. В этом случае тигли (подочки или лотки) с золой следует накрыть крышками.

Проводят контрольные прокаливания при температуре $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ продолжительностью 15 мин каждое. Контрольные прокаливания прекращают, когда изменение массы зольного остатка после очередного прокаливания станет менее 1 мг.

Примечания

1 Если при контрольном прокаливании масса золы увеличивается вследствие перехода закисных форм железа в окисные, испытание прекращают и за окончательный его результат принимают наименьшую массу золы.

2 Не рекомендуется помещать в муфельную печь одновременно тигли (подочки или лотки) с навесками для основного озоления и контрольных прокаливаний.

7.2 Метод определения зольности твердого топлива с ускоренным озолением

Муфельную печь нагревают до температуры $(865 \pm 10)^\circ\text{C}$ при испытании горючих сланцев или до $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ при испытании других видов твердого минерального топлива.

Чистые сухие тигли (подочки или лотки) (5.4) взвешивают с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг, помещают в них распределенные ровным слоем навески пробы приблизительно 1 г и снова взвешивают. При этом необходимо соблюдать требование настоящего стандарта не превышать толщину слоя топлива $0,15\text{ г/см}^2$.

Тигли (подочки или лотки) ставят на пластину (5.5). Открывают дверцу нагретой муфельной печи и устанавливают пластину с тиглями (подочками или лотками) у края рабочего про-

странства печи в зоне пониженной температуры. В таком положении при открытой дверце печи пластину выдерживают 3 мин при озолении углей или 5 мин при озолении сланцев. Затем пластину с тиглями (подочками или лотками) продвигают в рабочую зону муфельной печи со скоростью 2 см/мин и закрывают дверцу печи.

Момент достижения в рабочей зоне муфельной печи температуры прокаливания считают началом прокаливания зольного остатка. Продолжительность прокаливания составляет:

- 25 — 35 мин для каменных углей и антрацитов;
- 20 — 25 мин для бурых углей и горючих сланцев.

По окончании прокаливания зольных остатков пластину с тиглями (подочками или лотками) извлекают из муфельной печи и сначала помещают для охлаждения на толстую металлическую плиту, а затем тигли (подочки или лотки) переносят в эксикатор без осушителя. После охлаждения до комнатной температуры тигли (подочки или лотки) с золой взвешивают с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

Контрольные прокаливания, продолжительностью по 15 мин, проводят до достижения постоянной массы золы, т. е. до тех пор, пока разность между результатами двух последовательных взвешиваний станет менее 1 мг.

8 Обработка результатов

Зольность аналитической пробы твердого топлива A^a , выраженную в процентах, вычисляют по формуле:

$$A^a = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса пустого тигля (подочки или лотка), г;
 m_2 — масса тигля (подочки или лотка) с навеской топлива, г;
 m_3 — масса тигля (подочки или лотка) с золой, г.

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

Результаты, полученные настоящим методом, выражены на аналитическое состояние топлива. Пересчет результатов на другие состояния топлива производят по ГОСТ 27313.

9 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

9.1 Повторяемость

Результаты двух определений, проведенных в течение короткого промежутка времени, но не одновременно, в одной лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы твердого топлива, не должны отличаться друг от друга более, чем на величину предела повторяемости r , приведенную в таблице 1.

9.2 Воспроизводимость

Результаты, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должны отличаться друг от друга более, чем на величину предела воспроизводимости R , приведенную в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения зольности

| Зольность, % | Максимально допускаемые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковую массовую долю влаги в топливе) | |
|-----------------|--|-------------------------------|
| | Предел повторяемости, r | Предел воспроизводимости, R |
| До 10 | 0,2 % абсолютных | 0,3 % абсолютных |
| 10 и более | 2,0 % от среднего результата | 3,0 % от среднего результата |

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) идентификацию пробы;
- в) дату испытания;
- г) результаты испытания с указанием, к какому состоянию топлива они относятся.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии международных стандартов, использованных в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, межгосударственным и национальным стандартам

Т а б л и ц а ДА.1

| Обозначение и наименование международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование национального, межгосударственного стандарта |
|---|----------------------|--|
| ИСО 687:2010 Твердое минеральное топливо. Кокс. Определение влаги в аналитической пробе | MOD | ГОСТ 27589—91 Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе |
| ИСО 1213-2:1992 Твердое минеральное топливо. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к отбору, испытанию и анализу проб | NEQ | ГОСТ 17070—87 Угли. Термины и определения |
| ИСО 5068-2:2007 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе | MOD | ГОСТ Р 52917—2008 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе |
| ИСО 11722:1999 Топливо твердое минеральное. Каменный уголь. Определение влаги в аналитической пробе высушиванием в токе азота | MOD | ГОСТ Р 52917—2008 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе |
| <p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - NEQ — не эквивалентные стандарты - MOD — модифицированные стандарты | | |

УДК 622.62:543.822:006.354

ОКС 75.160.10

ОКП 03 2000

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

Подписано в печать 01.10.2014. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 51 экз. Зак. 3933

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru