

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Е.П. Соби́на

2024 г.

**«ГСИ. Анализаторы конвейерные влажности и зольности твердого
топлива АГП-К-4. Методика поверки»**

МП 77-241-2023

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** с.н.с. лаборатории 241 Крашенинина М.П.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в феврале 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы конвейерные влажности и зольности твердого топлива АГП-К-4. Методика поверки	МП 77-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы конвейерные влажности и зольности твердого топлива АГП-К-4 (далее - анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы - килограмму» посредством применения поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622.

Передача единицы измерений зольности и массовой доли воды (влажности) осуществляется косвенным методом.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений зольности, %	от 3 до 50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений зольности, %, в поддиапазонах измерений:	
от 3 % до 10 % включ.	$\pm 1,0$
св. 10 % до 30 % включ.	$\pm 1,5$
св. 30 % до 50 %	$\pm 2,0$
Диапазон измерений массовой доли воды (влажности), %	от 2 до 25
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли воды (влажности), %, в поддиапазонах измерений:	
от 2 % до 10 % включ.	$\pm 1,0$
св. 10 % до 25 %	$\pm 1,5$

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России №903н от 15.12.2020 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 6563-2016 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6616-94 Преобразователи термоэлектрические. Общие технические условия

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

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

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

ГОСТ 33503-2015 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ Р 55661-2013 Топливо твердое минеральное. Определение зольности

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик	да	да	11
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме: для меньшего числа измеряемых величин и (или) на меньшем числе поддиапазонов измерений, с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

3.4 Способ поверки: статический или динамический режим – выбирается поверителем исходя из условий и режима эксплуатации анализатора на конкретном объекте. В случае возможности временной остановки конвейера для размещения проб топлива на конвейерной ленте – поверка проводится в статическом режиме, при невозможности остановки технологического процесса пробы отбираются непосредственно с конвейера в динамическом режиме.

Указания для использования необходимых алгоритмов в ходе первичной и периодической поверки проведены в таблице 3.

Таблица 3 – Указание к использованию необходимых алгоритмов поверки при определении зольности образцов топлива

Операции поверки	
Первичной поверки	Периодической поверке
Статический режим	Статический или динамический режим

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 4.

Таблица 4 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	диапазоны измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 5 °C до 40 °C, с пределами допускаемой погрешности измерений температуры не более ± 1 °C и относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с пределами допускаемой погрешности измерений относительной влажности воздуха ± 1 %	измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 3-Д, рег. № 71394-18

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Специально подготовленные пробы сортового угля (6-10) штук, каждая не менее 10 кг, равномерно распределенных по диапазону значений зольности в пробах от 3 % до 50 % и по диапазону измерений массовой доли воды (влажности) от 2 % до 25 %, проанализированные в соответствии с Приложениями А и Б. Средства измерений, устройства, реактивы и материалы в соответствии с Приложениями А, Б: Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1. Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающая нагрев до $(815 \pm 10) ^\circ\text{C}$. Преобразователь термоэлектрический (термопара) типа ТПП или ТХА по ГОСТ 6616. Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Сита лабораторные или металлической сетки с размером ячеек 212 мкм.	Весы лабораторные электронные LE225D, рег. № 28158-04 Электropечь лабораторная SNOL 8.2/1100 Преобразователь термоэлектрический ТП-0198/2 ХА(К), рег. № 80413-20 Шкаф сушильный FED-53 Сито лабораторное (200 мкм), рег. № 52265-12
	Вспомогательное оборудование: Тигли, лодочки или лотки для сжигания навески топлива из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908, фарфора по ГОСТ 9147 или платины по ГОСТ 6563 Стаканчики для взвешивания с крышками (бюксы) из стекла по ГОСТ 25336 низкие Эксикаторы по ГОСТ 25336 или другие подходящие контейнеры	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены.

6.3 Допускается использовать при поверке средства измерений, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 4.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее - РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Провести измерения зольности, массовой доли воды (влажности) в подготовленных пробах сортового угля в соответствии с Приложениями А и Б.

9.3 Опробование

Проводят контроль условий поверки с помощью измерителя влажности и температуры в соответствии с таблицей 4.

При проведении опробования применяют подготовленные пробы. Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения образца в соответствии с Руководством по эксплуатации ПНТВ.415311.005 РЭ, входящим в комплект поставки анализатора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерений выводятся на экран монитора с помощью ПО анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

В терминале в командной строке ввести команду /AGP_GUI -version и fitHist -version.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 5.

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	fitHist	AGP_GUI
Идентификационное наименование ПО		
Номер версии ПО, не ниже	1.0	1.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Методикой поверки предусмотрено определение метрологических характеристик следующими способами:

1) Статический режим - с использованием специально подготовленных рабочих проб угля, проанализированных в соответствии с приложениями А и Б;

2) Динамический режим - на конвейере, в потоке угля путем отбора точечных проб, их подготовки и измерения в соответствии с приложениями А и Б и сопоставления полученных результатов измерений с данными поверяемого анализатора.

Допускается комбинация способов для различных показателей.

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений зольности, абсолютной погрешности измерений массовой доли воды (влажности) с применением специально подготовленных проб угля в статическом режиме

11.2.1 В соответствии с рекомендациями производителя из одной партии сортового угля приготовить (6 - 10) лабораторных проб угля, каждая по 10 кг, диапазоном значений зольности в пробах от 3 % до 50 % и с диапазоном значений массовой доли воды (влажности) от 2 % до 25 %. Необходимо обеспечить наличие не менее двух проб в каждом поддиапазоне измерений для каждого показателя.

11.2.2 В каждой пробе провести измерение зольности и массовой доли воды (влажности) в соответствии с приложениями А, Б. Для этого от каждой пробы угля отбирают точечные пробы угля (не менее 16 проб). Пробы помещают в емкость, в которой формируется объединенная проба. Объединенную пробу обрабатывают в соответствии с приложениями А, Б, то есть, проводят операции дробления, сокращения, измельчения и деления пробы с целью ее подготовки до состояния, пригодного для выполнения аналитических измерений зольности и массовой доли воды (влажности).

11.2.3 Подготовленную аналитическую пробу разделить на 2 равные части. В каждой из подготовленных частей аналитической пробы провести измерения зольности и влажности в соответствии с приложениями А, Б. В результате выполнения измерений получить значения зольности: A_1^a , A_2^a и массовой доли воды (влажности): W_1^a , W_2^a .

11.2.4 Подготовленную пробу угля расположить над альфа-детекторами нейтронного модуля. Провести измерение зольности и массовой доли воды (влажности) в подготовленной пробе.

11.2.5 Повторить операции по п. 11.2.2 – 11.2.4 для всех подготовленных проб.

11.3 Определение абсолютной погрешности измерений зольности, абсолютной погрешности измерений массовой доли воды (влажности) в динамическом режиме

11.3.1 Проверка в динамическом режиме осуществляется путем отбора проб топлива с движущейся конвейерной ленты. При этом операции поверки могут быть совмещены с технологическими процессами предприятия (погрузка, разгрузка, перемещение топлива).

11.3.2 Перед проведением поверки параметры усреднения измерений зольности и массовой доли воды (влажности) устанавливают в соответствии со скоростью движения конвейерной ленты таким образом, чтобы за время усреднения отобрать не менее 6 точечных проб.

11.3.3 Из отобранных 6 проб формируют объединенную пробу. Объединенную пробу обрабатывают в соответствии с приложениями А, Б, то есть, проводят операции дробления, сокращения, измельчения и деления пробы с целью ее подготовки до состояния, пригодного для выполнения аналитических измерений зольности и массовой доли воды (влажности).

11.3.4 Подготовленную аналитическую пробу разделить на 2 равные части. В каждой из подготовленных частей аналитической пробы провести измерения зольности и влажности в соответствии с приложениями А, Б. В результате выполнения измерений получить значения зольности: A_1^a , A_2^a и массовой доли воды (влажности): W_1^a , W_2^a .

11.3.5 По окончании периода измерений получить результат измерений зольности на анализаторе: A^d и результат измерений массовой доли воды (влажности): W^d .

11.3.6 Повторить операции по п. 11.3.1 – 11.3.5 еще не менее пяти раз через равные промежутки времени.

11.4 Проверка диапазона измерений зольности и диапазона измерений массовой доли воды (влажности)

Проверку диапазонов измерений провести одновременно с определением характеристик погрешности измерений по 11.2.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 На основании данных, полученных по 11.2 и 11.3 рассчитать абсолютную погрешность измерений зольности и массовой доли воды (влажности) по формулам (1)–(4). Результаты измерений и расчетов представить по форме таблиц 6 и 7.

Таблица 6 – Форма представления результатов измерений зольности

Поддиапазоны измерений зольности, %	Номер пробы	Результаты измерений зольности, полученные по приложению А, %			Разность значений зольности, $d_i = A_1^a - A_2^a$, %	d_i^2	Результаты измерений зольности, полученные анализатором, A^d , %	Разность значений зольности, полученных по приложению А и анализатором, $d_i' = A^d - \bar{A}^a$, %	$d_i'^2$
		A_1^a	A_2^a	$\bar{A}^a$					
от 3 до 10 включ.	1								
	2								
	n								
св. 10 до 30 включ.	1								
	2								
	n								
св. 30 до 50 включ.	1								
	2								
	n								

Таблица 7 – Форма представления результатов измерений массовой доли воды (влажности)

Поддиапазоны измерений массовой доли воды (влажности), %	Номер пробы	Результаты измерений массовой доли воды (влажности), полученные по приложению А, %			Разность значений массовой доли воды (влажности), $d_i = W_{\text{г}}^a - W_{\text{г}}^a$, %	d_i^2	Разность значений массовой доли воды (влажности), полученных по приложению А и анализатором, d_i' , %	$d_i'^2$
		W_1^a	W_2^a	$\bar{W}^a$				
от 2 до 10 включ.	1							
	2							
	n							
св. 10 до 25 включ.	1							
	2							
	n							

Среднеквадратическое отклонение разности результатов измерений зольности, массовой доли воды (влажности) проб угля рассчитать по формуле

$$\sigma_{an} = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{2n}}, \quad (1)$$

где d_i - разность между результатами измерений зольности или массовой доли воды (влажности) проб угля по приложению А или Б, %;

n - количество проб.

Значения d_i , превышающие $3\sigma_{an}$, исключают и расчет проводят снова.

Среднеквадратическое отклонение разности между результатами измерений зольности или массовой доли воды (влажности), полученными по приложениям А или Б, и результатами измерений, полученными на анализаторе, рассчитать по формуле

$$\sigma_d = \sqrt{\frac{\sum d_i'^2}{n}}, \quad (2)$$

где d_i' - разность между результатами, полученными по приложению А или Б и при определении зольности или массовой доли воды (влажности) проб угля анализатором, %.

Значения расхождений d_i' , превышающие $3\sigma_d$, не учитывают и расчет проводят снова.

Среднеквадратическое отклонение измерений зольности или массовой доли воды (влажности) проб угля анализатором рассчитать по формуле

$$\sigma_{np} = \sqrt{\sigma_d^2 - \frac{\sigma_{an}^2}{2}} \quad (3)$$

Границы абсолютной погрешности измерений зольности или массовой доли воды (влажности) при доверительной вероятности $P=0,95$ (Δ_{np}) вычислить по формуле

$$\Delta_{np} = 2 \cdot \sigma_{np} \quad (4)$$

Полученные значения абсолютной погрешности измерений (Δ_{np}) зольности и массовой доли воды (влажности), а также диапазоны измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

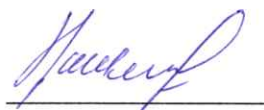
13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представляющего средства измерений на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки СИ.

с.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.П. Крашенинина

Приложение А **(обязательное)**

Методика измерений зольности проб твердого минерального топлива методом сжигания **(на основе ГОСТ Р 55661-2013)**

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений зольности проб твердого минерального топлива методом сжигания.

Границы абсолютной погрешности измерений зольности в диапазоне от 1 % до 10 % $\pm 0,2$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Границы относительной погрешности измерений зольности в диапазоне св. 10 % ± 2 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

А.1 Метод измерений

Метод основан на сжигании навески топлива (озолении) при свободном доступе воздуха и прокаливании зольного остатка до постоянной массы при температуре (815 ± 10) °С. Зольность пробы рассчитывают, исходя из массы образовавшейся золы.

А.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающая нагрев до (815 ± 10) °С.

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

Тигли, лодочки или лотки для сжигания навески топлива из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908, форфора 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 г/см² для угля и 0,10 г/см² для кокса. Глубина лодочки или лотка должна быть от 8 до 15 мм.

Тигли, лодочки или лотки должны быть пронумерованы и прокалены до постоянной массы при (815 ± 10) °С. Они должны всегда храниться в эксикаторе с осушающим веществом.

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

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

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

Примечание - Допускается применение других средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

А.3 Подготовка к выполнению измерений

А.3.1 Подготовка пробы

Проба для определения зольности представляет собой аналитическую пробу, измельченную до 212 мкм. Допускается степень измола 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 массовой доли влаги (влажности) в соответствии с приложением Б.

А.4 Порядок выполнения измерений

А.4.1 Чистый сухой тигель (лодочку или лоток) взвешивают, равномерно распределяют в нем приблизительно 1 г пробы и снова взвешивают.

Примечание - Кварцевые или фарфоровые тигли (лодочки или лотки), хранившиеся длительное время без употребления, помещают на 15 минут в муфельную печь, предварительно нагретую до $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$, а затем охлаждают и взвешивают.

А.4.2 Тигли (лодочки или лотки) с навесками помещают в муфельную печь при комнатной температуре. Равномерно в течение 60 минут нагревают муфельную печь до температуры 500°C . Выдерживают навески при этой температуре в течение 30 минут. Навески бурых углей и лигнитов выдерживают при 500°C в течение 60 минут.

Продолжают нагрев муфельной печи до $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$. Выдерживают навески при температуре $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ не менее 60 минут.

А.4.3 После сжигания навесок топлива и прокаливания зольных остатков тигли (лодочки или лотки) вынимают из муфельной печи и помещают для охлаждения сначала на лист асбеста на 10 минут, а затем в эксикатор без осушителя. После охлаждения до комнатной температуры тигли (лодочки или лотки) взвешивают.

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

А.4.4 Проводят контрольные прокаливания при температуре $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ продолжительностью 15 минут каждое. Контрольное прокаливание 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 оксидные, измерения прекращают и за окончательный его результат принимают наименьшую массу золы.

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

А.5 Обработка результатов

А.5.1 Зольность аналитической пробы твердого топлива A^a вычисляют по формуле

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

где m_1 - масса пустого тигля (лодочки или лотка), г;

m_2 - масса тигля (лодочки или лотка) с навеской топлива, г;

m_3 - масса тигля (лодочки или лотка) с золой, г.

А.5.2 Рассчитывают разность значений зольности 1-й и 2-й части аналитической пробы:

$$d = A_1^a - A_2^a, \quad (\text{A.2})$$

Максимально допустимое расхождение между значениями A_1^a , A_2^a не должно превышать величин, указанных в таблице А.1.

Таблица А.1 – Максимально допустимое расхождение между результатами определений зольности двух частей аналитической пробы

Зольность аналитической пробы, %	Максимально допустимое расхождение, %
до 10	0,2
св. 10	0,5

А.5.3 Зольность аналитической пробы топлива определяют, как среднее арифметическое значение зольности 1-й и 2-й части аналитической пробы:

$$\bar{A}^a = \frac{A_1^a + A_2^a}{2} \quad (\text{A.3})$$

Полученное значение $\bar{A}^a$ принимают за опорное значение зольности.

Доверительная погрешность опорного значения зольности топлива представлена в таблице А.2.

Таблица А.2 – Доверительная погрешность опорных значений зольности топлива

Зольность аналитической пробы, %	Доверительная погрешность, %
до 10	0,2
св. 10	0,5

А.6 Допускается использование других методик, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.

Приложение Б (обязательное)

Методика измерений массовой доли воды (влажности) (на основе ГОСТ 33503-2015)

Настоящая методика устанавливает процедуру измерений массовой доли воды (влажности) высушиванием на воздухе. Образцы должны быть устойчивы к окислению при температуре от 105 °С до 110 °С.

Границы абсолютной погрешности измерений влажности в диапазоне от 1 до 5 % $\pm 0,10$ %; в диапазоне св. 5 % $\pm 0,15$ % при доверительной вероятности $P=0,95$.

Б.1 Метод измерений

Метод основан на высушивании навески аналитической пробы топлива в сушильном шкафу при температуре от 105 °С до 110 °С на воздухе до постоянной массы. Массовую долю влаги в аналитической пробе рассчитывают по потере массы навески топлива.

Б.2 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

Весы неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления не более 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 $\pm$ 5) °С.

Стаканчики для взвешивания с крышками (бюксы) из стекла по ГОСТ 25336 низкие. Допускается использовать стаканчики для взвешивания из коррозионно-стойкого металла с хорошо подогнанными крышками. Размеры бюксов должны быть такими, чтобы слой топлива не превышал 0,2 г/см². При навеске топлива 1 г диаметр бюкса составляет не менее 4 см.

Эксикатор по ГОСТ 25336 с осушающим веществом для хранения бюксов. Для охлаждения бюксов допускается использовать эксикатор без осушающего вещества, снабженный металлической пластиной, предпочтительно алюминиевой или медной.

Сита лабораторные или металлической сетки с размером ячеек 212 мкм. Допускается применять сита лабораторные с сеткой проволочной по ГОСТ 6613, номер сетки 02.

Примечание - Допускается применение других средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

Б.3 Подготовка к выполнению измерений

Б.3.1 Подготовка бюкса

При подготовке к измерениям бюксы с крышками должны быть вымыты, пронумерованы, высушены до постоянной массы при температуре от 105 °С до 110 °С и взвешены. Бюксы хранят в эксикаторе с осушающим веществом. Перед каждым взятием навески массу бюксы уточняют.

Б.3.2 Подготовка пробы

Аналитическая проба должна быть измельчена до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм. Допускается использовать пробы, проходящие через сито с размером отверстий 200 мкм. Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, которое характеризуется установлением равновесия между влажностью пробы и влажностью окружающей среды.

До начала определения аналитическую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, желательно механическим способом.

Б.4 Порядок выполнения измерений

Взвешивают сухой, пустой, чистый бюкс с крышкой. Помещают в бюкс $(1,0 \pm 0,1)$ г пробы, распределяют её ровным слоем по дну бюкса. Взвешивают бюкс с крышкой и пробой.

Помещают открытый бюкс с пробой и отдельно крышку от него в сушильный шкаф, предварительной нагретый до температуры от $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $110\text{ }^{\circ}\text{C}$. Скорость обмена воздуха – до пяти раз в час. Началом сушки считают момент, когда температура в сушильном шкафу, понизившаяся при установлении бюксов с навесками, снова поднимется до температуры от $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $110\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Продолжительность основного периода сушки составляет не менее 60 минут для всех видов твердого топлива. Во время высушивания пробы дверцу сушильного шкафа не открывают.

После окончания сушки бюксы закрывают крышками (внутри сушильной камеры), вынимают их из сушильного шкафа, охлаждают на металлической пластине в течение 3-5 минут, а затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Проводят контрольное высушивание пробы в течение 30 минут.

Сушку считают оконченной, а массу пробы постоянной, если потеря массы пробы между двумя контрольными высушиваниями не превысит 0,001 г.

Примечания:

1 Разрешается закрывать бюксы крышками вне сушильного шкафа, если его размеры не позволяют сделать это внутри сушильной камеры. В этом случае необходимо закрыть бюксы крышками немедленно после извлечения бюксов из сушильного шкафа.

2 При определении влажности высушиванием на воздухе может обнаружиться, что масса пробы вначале уменьшается, но потом, после контрольных высушиваний, начинает увеличиваться в результате окисления топлива. В этом случае в расчет принимают наименьшую массу, полученную при сушке.

3 В случае если проба не поддается измельчению и прохождению через сито с размером отверстий 200 мкм, то это может указывать на высокое содержание влажности пробы. В таком случае необходимо провести измерений двухступенчатым способом:

первая ступень – высушивание всей или сокращенной объединенной пробы топлива на воздухе при температуре помещения или в сушильном шкафу при температуре не более $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до постоянной массы (определение внешней влаги). Массовую долю внешней влаги определяют по потере массы пробы;

- вторая ступень в соответствии с пунктами Б.3.2 и Б.4

Массовую долю влаги пробы определяют, как сумму значений, полученных по первой и второй ступени.

Б.5 Обработка результатов

Б.5.1 Массовую долю воды (влажности) W^a вычисляют по формуле

$$W^a = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100, \quad (\text{Б.1})$$

где m_2 - масса бюксы с крышкой и пробой до сушки, г;

m_3 - масса бюксы с крышкой и пробой после сушки, г;

m_1 - масса пустого бюкса с крышкой, г.

Рассчитывают разность значений массовой доли воды (влажности) 1-й и 2-й части аналитической пробы:

$$d = W_1^a - W_2^a, \quad (\text{Б.2})$$

Максимально допустимое расхождение между значениями W_1^a, W_2^a не должно превышать величин, указанных в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Максимально допустимое расхождение между результатами определений массовой доли воды (влажности) двух частей аналитической пробы

Массовая доля влаги, %	Максимально допустимое расхождение, %
до 5	0,10
св. 5	0,15

Б.5.2 Массовую долю воды (влажности) аналитической пробы топлива определяют, как среднее арифметическое значение 1-й и 2-й части аналитической пробы:

$$\bar{W}^a = \frac{W_1^a + W_2^a}{2} \quad (\text{Б.3})$$

Полученное значение W^a принимают за опорное значение массовой доли воды (влажности). Результат рассчитывают с точностью до 0,01 %, округляют до 0,1 %.

Доверительная погрешность опорного значения массовой доли воды (влажности) топлива представлена в таблице Б.2.

Таблица Б.2 – Доверительная погрешность опорных значений зольности топлива

Массовая доля воды (влажности), %	Доверительная погрешность, %
до 5	0,10
св. 5	0,15

Б.6 Допускается использование других методик, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.