
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
8606—
2015
(ISO 334:2013)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы. Метод Эшка

(ISO 334:2013, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь Киргизия Россия Украина	BY KG RU UA	Госстандарт Республики Беларусь Кыргызстандарт Росстандарт Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 марта 2016 г. № 196-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8606—2015 (ISO 334:2013) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 334:2013 Solid mineral fuels — Determination of total sulfur — Eschka method (Твердые минеральные топлива. Определение общей серы. Метод Эшка). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Международный стандарт ISO 334:2013 разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива», подкомитетом SC 5 «Методы анализа».

Перевод с английского языка (en).

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 8606—93

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

В Российской Федерации 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

Сера содержится во всех видах твердого топлива, входя в состав различных органических и неорганических соединений. Суммарное содержание серы в органической и минеральной массах твердых топлив называют серой общей и обозначают символом .

Сера — нежелательная и даже вредная часть твердых горючих ископаемых. При сжигании топлива сера выделяется в виде оксидов, загрязняя и отравляя окружающую среду, вызывает коррозию металлических поверхностей, уменьшает теплоту сгорания топлив, а при коксовании переходит в кокс, ухудшая его свойства и качество выплавляемого металла.

Выбор путей использования углей часто зависит от содержания в них общей серы. Именно поэтому общая сера является важнейшим показателем качества твердого топлива.

Метод определения общей серы, регламентированный в настоящем стандарте, классический метод Эшка, широко распространен в мире и признан арбитражным.

В настоящее время для экспресс-определения общей серы в твердых топливах применяют инструментальные методы анализа. Приборы-анализаторы градуируют по государственным стандартным образцам углей и коксов, содержание общей серы в которых определяют методом Эшка. При разработке и оценке инструментальных методов их прецизионность сравнивают с прецизионностью результатов определения общей серы методом Эшка.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем *ISO 334*:

- в область распространения включены дополнительные виды твердого топлива;
- обозначения и индексы показателей приведены в соответствии с требованиями *ГОСТ 27313*;
- помимо растворения избытка смеси Эшка в соляной кислоте по *ISO 334*, затрудняющего дальнейшее количественное осаждение сульфата бария, приведен альтернативный способ растворения сульфат-ионов в горячей воде, широко распространенный в углехимических лабораториях мира (*ASTM D 3177-02*);
- значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в зависимости от массовой доли общей серы в топливе (раздел 9).

Структура настоящего стандарта аналогична структуре международного стандарта. Нумерация структурных элементов сохранена. Указанные дополнительные требования выделены курсивом.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы. Метод Эшка

Solid mineral fuel. Determination of total sulfur. Eschka method

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, лигниты, *антрациты, горючие сланцы, кокс, торф, брикеты, твердые продукты обогащения и переработки (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод определения общей серы спеканием навески топлива со смесью Эшка, переводением сульфат-ионов в раствор и гравиметрическим определением их в виде BaSO_4 .

Приведены два альтернативных способа растворения сульфатов, образующихся при спекании со смесью Эшка: в горячей воде и соляной кислоте.

Настоящий метод является арбитражным и используется при возникновении разногласий в результатах определения общей серы в твердых минеральных топливах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ ISO 687—2012 Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа¹⁾

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Бария хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магния оксид. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

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

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ 27589—91 (ISO 687:1974) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

ГОСТ 6709—72 *Вода дистиллированная. 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 11303—2013 *Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб*
ГОСТ 11305—2013 *Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги*
ГОСТ 13867—68 *Продукты химические. Обозначение чистоты*
ГОСТ 17070—2014 *Угли. Термины и определения*
ГОСТ 19908—90 *Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия*
ГОСТ 23083—95 *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—2015 *Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива*
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) *Топливо твердое минеральное. Методы 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 ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется 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 том, что навеску аналитической пробы твердого топлива спекают со смесью оксида магния и безводного карбоната натрия (смесь Эшка) в окислительной атмосфере (при свободном доступе воздуха) при температуре $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$. В этих условиях происходит сгорание органической массы топлива и превращение всех форм серы в сульфаты натрия и магния.

Образовавшиеся сульфаты натрия и магния растворяют в горячей воде или соляной кислоте (альтернативные способы). В растворе сульфат-ионы определяют гравиметрическим методом, осаждая их в солянокислой среде хлористым барием в виде сульфата бария. Массовую долю общей серы в навеске аналитической пробы твердого топлива рассчитывают, исходя из массы осадка сульфата бария.

5 Реактивы

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч. д. а. по ГОСТ 13867.

5.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2 Магния оксид безводный MgO по ГОСТ 4526.

5.3 Натрий углекислый (карбонат) безводный Na_2CO_3 по ГОСТ 83.

5.4 Смесь Эшка

Смешивают две части (по массе) светлого, прокаленного оксида магния (5.2) и одну часть (по массе) безводного карбоната натрия (5.3). Смесь должна полностью проходить через сито с размером отверстий 212 мкм. Допускается измельчение смеси Эшка до прохождения через сито с размером отверстий 200 мкм.

Смесь Эшка изготавливают промышленным способом и продают через торговые сети.

5.5 Кислота соляная HCl концентрированная, плотностью $\rho_{20} = 1,18 \text{ г/см}^3$ по ГОСТ 3118.

5.6 Кислота соляная, раствор 1:1: смешивают один объем концентрированной соляной кислоты (5.5) с одним объемом дистиллированной воды (5.1).

5.7 Бария хлорид двухводный $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4108.

5.8 Бария хлорид, раствор концентрацией приблизительно 85 г/дм^3 : 100 г хлорида бария (5.7) растворяют в воде (5.1) и разбавляют водой до объема 1 дм^3 . Перед использованием раствор фильтруют через плотный фильтр, дважды промытый водой (5.1), содержащей две-три капли соляной кислоты (5.6).

5.9 Калия сульфат K_2SO_4 по ГОСТ 4145.

5.10 Раствор сульфата калия

Приблизительно 2 г высушенного при температуре от 105°C до 110°C сульфата калия (5.9) взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1 \text{ мг}$ и растворяют в воде (5.1). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой (5.1) до метки.

5.11 Серебра нитрат AgNO_3 по ГОСТ 1277.

5.12 Раствор нитрата серебра концентрацией приблизительно 1,7 % (масс.): 1,7 г нитрата серебра (5.11) растворяют в 100 см^3 воды (5.1). Раствор подкисляют азотной кислотой и хранят в посуде из темного стекла.

5.13 Аммония гидроксид (аммиак) NH_4OH по ГОСТ 3760. Концентрированный раствор аммиака концентрацией не менее 25 % (масс.).

5.14 Водные растворы индикаторов концентрацией 0,1 % по ГОСТ 4919. 1:

- метиловый красный водорастворимый (натриевая соль 4-диметиламиноазобензол 2-карбоновой кислоты);

- метиловый оранжевый (натриевая соль 4-(4-аминофенилазо)сульфобензойной кислоты).

5.15 Фильтры безольные плотные (с синей лентой) и средней плотности (с белой лентой).

6 Аппаратура

6.1 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1:

- с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1 \text{ мг}$;

- с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01 \text{ г}$.

Допускается использовать другие весы при условии их соответствия требованиям настоящего стандарта.

6.2 Печь муфельная электрическая с терморегулятором для поддержания температуры $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ и приблизительно пятикратным обменом воздуха в минуту.

6.3 Тигли фарфоровые глазурованные для спекания навески со смесью Эшка высотой примерно 40 мм и верхним наружным диаметром 35 мм (тигель высокий 3 по ГОСТ 9147).

6.4 Тигли для прокаливания сульфата бария вместимостью примерно 25 см^3 , прокаленные:

- из фарфора — тигель низкий 2 или 4 по ГОСТ 9147;

- кварца — тигель Н-20 по ГОСТ 19908;

- платины — изделие 107-2 или 107-3 по ГОСТ 6563.

6.5 Пластина ровная из огнеупорного материала толщиной примерно 6 мм. Размеры пластины должны быть такими, чтобы она могла служить подставкой для тиглей в рабочем пространстве муфельной печи (6.2).

6.6 Шкаф сушильный с зоной постоянной температуры $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$.

6.7 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.

6.8 Баня водяная или песчаная.

6.9 Плита нагревательная электрическая.

6.10 Тигель фильтрующий типа Гуча из глазурованного фарфора с сетчатым дном для фильтрования под вакуумом.

7 Приготовление пробы

Проба для определения общей серы представляет собой аналитическую пробу, приготовленную по ГОСТ 10742, ГОСТ 11303 или ГОСТ 23083.

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 пробы и влажностью окружающей атмосферы.

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

Одновременно со взятием навески для определения общей серы отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по *ГОСТ ISO 687*, *ГОСТ 11305* или *ГОСТ 33503*.

8 Проведение испытания

8.1 Величина навески твердого топлива

8.1.1 В зависимости от предполагаемого содержания общей серы в твердом топливе, кроме кокса, взвешивают навеску в соответствии с таблицей 1.

Т а б л и ц а 1 — Величина навески твердого топлива (кроме кокса) для определения общей серы методом Эшка

Предполагаемая массовая доля общей серы, %	Масса навески, г
Менее 5	1,0
От 5 до 10	0,5
Более 10	0,25

8.1.2 Навеска кокса независимо от ожидаемого содержания общей серы составляет 1 г.

П р и м е ч а н и е — Навески твердого топлива всех видов взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

8.2 Наполнение тигля

8.2.1 Общие положения

Спекание навески твердого топлива со смесью Эшка проводят в высоких тиглях (6.3) с верхним наружным диаметром не более 35 мм.

Тигель наполняют таким образом, чтобы в процессе спекания происходило количественное улавливание оксидов серы смесью Эшка. Для этого навеску топлива тщательно перемешивают с избытком смеси Эшка и сверху полностью покрывают другой порцией смеси Эшка. Спекание ведут в условиях свободного доступа воздуха. При этом все формы серы превращаются в сульфаты магния и натрия.

8.2.2 Процедура наполнения тигля

На дно тигля (6.3) ровным слоем помещают 0,5 г взвешенной смеси Эшка (5.4).

В отдельном сосуде взвешенную навеску топлива (8.1) тщательно перемешивают с 2,5 г взвешенной смеси Эшка. Переносят смесь в тигель. Разравнивают содержимое тигля осторожным постукиванием тигля о твердую поверхность и засыпают ровным слоем смеси Эшка, взятой в количестве 1 г. Общая масса смеси Эшка составляет 4 г.

При анализе высокосернистых бурых углей, лигнитов и торфов увеличивают верхний слой смеси Эшка, заполняя тигель почти доверху. Общая масса смеси Эшка может составить до 6 г.

П р и м е ч а н и я

- 1 Взвешивания смеси Эшка проводят на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,01$ г.
- 2 Для ускорения анализа и при массовых определениях допускается однократное взвешивание общего количества смеси Эшка, необходимой для одного определения. В этом случае порции 0,5 и 1 г (или другие) для нижнего и верхнего слоев смеси Эшка отбирают с помощью заранее отградуированной стеклянной пробирки без взвешивания.
- 3 Нижний слой смеси Эшка уменьшает воздействие продуктов сгорания топлива на фарфоровую поверхность дна тигля, поэтому извлечение сульфатов после спекания происходит полностью даже при видимых повреждениях поверхности дна тигля.

8.3 Спекание навески

8.3.1 Твердое топливо (кроме кокса)

Заполненный по 8.2.2 тигель (тигли) помещают в холодную муфельную печь (6.2) и в течение 1 ч поднимают температуру в печи до (800 ± 25) °С. Эту температуру поддерживают в течение последующих 1,5—2 ч.

Вынимают тигель(тигли) из печи и дают ему остыть.

П р и м е ч а н и е — Для того, чтобы предотвратить растрескивание фарфоровых тиглей после извлечения из муфельной печи, следует охлаждать их медленно, поместив на подставку из легкого огнеупорного материала.

8.3.2 Кокс

Тигель(тигли) с навеской кокса, заполненный по 8.2.2, помещают на холодную пластину (6.5) и вставляют в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$. Эту температуру поддерживают в течение 1,5 ч, после чего вынимают тигель(тигли) из печи и дают ему остыть (см. примечание к 8.3.1).

8.4 Переведение сульфатов в раствор

8.4.1 Подготовка к растворению сульфатов

После охлаждения содержимое тигля разрыхляют стеклянной палочкой и переносят в химический стакан вместимостью 400 см³.

П р и м е ч а н и е — Для предотвращения распыления осадка при пересыпании разрешается предварительно налить в стакан 25—30 см³ дистиллированной воды (5.1).

Если в содержимом тигля обнаруживают несгоревшие частицы топлива, опыт бракуют и определение повторяют с новой навеской топлива, увеличив время спекания на 1 ч.

Тигель тщательно промывают приблизительно 50—70 см³ горячей дистиллированной воды (5.1), собирая промывные воды в тот же химический стакан.

Дальнейшее приготовление раствора сульфатов проводят одним из альтернативных способов по 8.4.2 или 8.4.3. При растворении сульфатов по 8.4.2 общий объем суспензии в стакане доводят водой до 130—150 см³.

8.4.2 Растворение сульфатов в горячей воде

Стакан с суспензией помещают на электроплиту и нагревают, не доводя до кипения. Нагрев при температуре от 70 °С до 80 °С продолжают в течение 1 ч, после чего фильтруют содержимое через фильтр средней плотности в химический стакан вместимостью 600 см³, стараясь при этом не переносить остаток на фильтр.

Остаток в стакане (400 см³) трижды обрабатывают порциями горячей дистиллированной воды (5.1) по 20—25 см³, каждый раз взмучивая его стеклянной палочкой, дают отстояться и фильтруют верхний осветленный слой через тот же фильтр. При последнем фильтровании остаток переносят на фильтр, тщательно обмывая стенки стакана горячей дистиллированной водой. Остаток на фильтре не менее пяти раз промывают горячей дистиллированной водой, взмучивая его струей из промывалки. Все порции фильтрата и промывные воды собирают в один стакан вместимостью 600 см³. Общий объем фильтрата должен быть не более 300 см³.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного (5.14) и при постоянном перемешивании небольшими порциями приливают соляную кислоту (5.5) до перехода окраски индикатора от желтой к розовой. После этого к раствору добавляют еще 1 см³ соляной кислоты (5.5) в избыток.

П р и м е ч а н и е — Допускается применять индикатор метиловый оранжевый (5.14) и раствор соляной кислоты 1:1 (5.6).

Раствор кипятят приблизительно 5 мин для удаления углекислого газа и после прекращения выделения пузырьков газа снижают температуру до прекращения кипения.

8.4.3 Растворение сульфатов в соляной кислоте

Стакан с суспензией, полученной по 8.4.1, накрывают часовым стеклом, а затем, чуть его сдвинув, осторожно добавляют соляную кислоту (5.5) и подогревают, чтобы ускорить процесс растворения. Для растворения остатка обычно бывает достаточно 17 см³ кислоты.

Содержимое стакана кипятят в течение 5 мин для удаления диоксида углерода, а затем фильтруют, собирая фильтрат в стакан вместимостью 600 см³. Фильтрование осуществляют одним из двух способов:

- свободное фильтрование под действием силы тяжести через фильтр средней плотности, дважды промытый соляной кислотой;
- фильтрование через фильтровальную подушку.

П р и м е ч а н и е — Для приготовления фильтровальной подушки дважды промытую кислотой фильтровальную бумагу, порезанную на кусочки размером около 1 см², встряхивают в сосуде с водой до полного ее разрушения. Помещают фарфоровый конус для фильтрования диаметром 25 мм в воронку диаметром 75 мм, закрывают стебель воронки пальцем и приливают воду так, чтобы она покрыла конус и заполнила стебель воронки. В фильтро-

важный конус помещают бумажную массу в количестве, достаточном для того, чтобы образовалась подушка толщиной 5 мм. Поверхность подушки разравнивают стеклянной палочкой с расплюснутым концом. Убирают палец и дают избытку воды стечь, затем фильтровальную подушку слегка отжимают по краям с помощью стеклянной палочки. Фильтр еще раз промывают водой, после чего он готов к работе.

Фильтр (фильтровальную подушку) промывают пятью порциями горячей воды (5.1) по 20 см³, объединяя промывные воды с фильтратом.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного (5.14) и при постоянном перемешивании осторожно небольшими порциями приливают раствор гидроксида аммония (5.13) до изменения окраски индикатора и появления осадка. Небольшими порциями добавляют соляную кислоту (5.5) до растворения появившегося осадка и еще 1 см³ в избыток.

Раствор при необходимости разбавляют водой (5.1) до объема приблизительно 200 см³, нагревают до закипания, а затем уменьшают нагрев до прекращения кипения.

8.5 Осаждение сульфата бария и отделение осадка

В горячий раствор, полученный по 8.4.2 или 8.4.3, с помощью пипетки медленно (в течение приблизительно 20 с) приливают по каплям 10 см³ холодного раствора хлорида бария (5.8) в центр стакана при постоянном перемешивании.

Выдерживают раствор при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. *Предпочтительно после этого оставить раствор отстаиваться 12 ч. При необходимости сразу приступить к фильтрованию, желательно перед этим выдержать раствор при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 2 ч.*

Осадок сульфата бария отделяют от раствора фильтрованием одним из перечисленных ниже способов:

а) Свободное фильтрование под действием силы тяжести через обеззоленный плотный фильтр (синяя лента) диаметром 100—125 мм. Фильтр аккуратно складывают и помещают в химическую воронку с длинным стеблем, раскрытую под углом 60°, таким образом, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки. Для удобства фильтр смачивают дистиллированной водой, а перед фильтрованием дважды промывают соляной кислотой. Стебель воронки во время фильтрования должен быть заполнен жидкостью.

б) Свободное фильтрование под действием силы тяжести через фильтровальную подушку, приготовленную из обеззоленной, дважды промытой соляной кислотой фильтровальной бумаги (см. 8.4.3, примечание).

с) Фильтрование под вакуумом через прокладку из минерального волокна, помещенную в тигель Гуча (6.10). Прокладкой может служить, например, асбестовый фильтр из волокон разного размера. Перед фильтрованием тигель Гуча вместе с прокладкой высушивают в течение 1 ч при температуре $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$ и взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

Для обеспечения количественного перенесения осадка на фильтр стенки стакана, в котором проводили осаждение, тщательно протирают кусочком обеззоленного фильтра, слегка смоченного водой, который затем помещают в фильтр с осадком. После этого стенки стакана дважды обмывают водой. Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления ионов хлора по реакции с раствором нитрата серебра (5.12). Порция промывной воды при добавлении одной-двух капель раствора нитрата серебра должна давать лишь незначительную опалесценцию.

8.6 Прокаливание и взвешивание сульфата бария

Если фильтрование осадка сульфата бария проведено способом а) или б) (8.5), переносят сложенный влажный фильтр или фильтровальную подушку в предварительно прокаленный и взвешенный тигель (6.4). При фильтровании способом б) после переноса фильтровальной подушки фарфоровый конус протирают последовательно двумя половинками обеззоленного фильтра и помещают их в тигель вместе с подушкой.

Тигель помещают на электроплиту и, постепенно повышая температуру нагрева, сначала высушивают, а затем обугливают фильтр или фильтровальную подушку. Степень нагрева электроплиты следует контролировать, не допуская воспламенения фильтра.

Тигель с обугленным фильтром переносят на пластину (6.5), которую вставляют в муфельную печь, нагретую до температуры $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$. Прокаливают осадок в течение 15—20 мин.

Извлекают тигель из муфельной печи и охлаждают сначала на воздухе, а затем в эксикаторе, после чего взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

Если фильтрование осадка сульфата бария проведено способом с), то тигель Гуча вместе с прокладкой сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу (6.6) при температуре $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$ и взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

8.7 Холостой опыт

Для контроля степени загрязнения используемых реактивов соединениями серы проводят два-три холостых опыта. Холостые опыты обычно проводят отдельно от анализа проб и повторяют при замене хотя бы одного реактива.

При проведении холостых опытов выполняют все процедуры по 8.2—8.6, но без навески топлива. В фильтраты, полученные по 8.4.2 или 8.4.3, перед добавлением раствора индикатора (5.14) приливают с помощью пипетки с одной меткой 25,0 см³ раствора сульфата калия (5.10).

П р и м е ч а н и е — Допускается проводить холостые опыты без добавления сульфата калия.

9 Обработка результатов

Если холостые опыты проводят с добавлением раствора сульфата калия, то массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива S_t^a , выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$S_t^a = \frac{13,74 \cdot (m_2 - m_3 + 0,03348 \cdot c)}{m_1}, \quad (1)$$

где m_2 — масса сульфата бария, полученная при анализе топлива, г;

m_3 — масса сульфата бария, полученная в холостом опыте, г;

c — концентрация раствора сульфата калия (5.10), г/дм³;

m_1 — масса навески топлива, взятой для анализа, г.

П р и м е ч а н и е — Расчет коэффициентов, входящих в формулу, приведен в приложении А.

Если холостые опыты проводят без добавления раствора сульфата калия, то массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива S_t^a , выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$S_t^a = \frac{13,74 \cdot (m_2 - m_3)}{m_1}, \quad (2)$$

где m_1, m_2, m_3 — см. пояснения к формуле (1).

Вычисление результата проводят с точностью до третьего десятичного знака, округляя окончательный результат до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Пересчет результатов анализа на сухое и рабочее состояния топлива проводят по ГОСТ 27313.

10 Прецизионность метода

10.1 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в разное время в одной лаборатории, одним исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры из навесок, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать значения предела повторяемости, указанного в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения общей серы в твердом топливе, % абс.

Массовая доля общей серы	Предел повторяемости в расчете на одинаковую массовую долю аналитической влаги	Предел воспроизводимости в расчете на сухое топливо
До 5,0 включ.	0,05	0,10
Более 5,0	0,10	0,20

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает предел повторяемости, указанный в таблице 2, проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух наиболее близких результатов, расхождение между которыми не превышает максимально допускаемого. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух преды-

дущих результатов, то за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений.

10.2 Предел воспроизводимости

Расхождение между результатами, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы на последней стадии ее приготовления, не должно превышать значения предела воспроизводимости, указанного в таблице 2.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) идентификация анализируемой пробы;
- b) ссылка на настоящий стандарт;
- c) дата проведения испытаний;
- d) результаты испытаний с указанием состояния топлива, на которое они представлены;
- e) особенности, замеченные во время испытаний.

Приложение А
(информационное)

Расчет коэффициентов, используемых в формуле (1) раздела 9

В настоящем приложении относительные атомные массы и относительные молекулярные массы представлены в виде химических формул и символов, заключенных в квадратные скобки. При расчетах использованы относительные атомные массы, приведенные в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Относительные атомные массы элементов

Элемент	Символ	Относительная атомная масса
Барий	Ba	137,33
Кислород	O	15,999
Калий	K	39,098
Сера	S	32,06

Массу сульфата бария, г, эквивалентную 25 см³ раствора сульфата калия, выражают формулой

$$\frac{[\text{BaSO}_4]}{[\text{K}_2\text{SO}_4]} \cdot \frac{25 \cdot c}{1000}, \quad (\text{A.1})$$

где 25 — аликвота раствора сульфата калия, добавленного в холостом опыте, см³;

c — концентрация раствора сульфата калия, г/дм³;

1000 — коэффициент перехода от кубических дециметров к кубическим сантиметрам.

Таким образом, массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива S_t^a , выраженную в процентах, рассчитывают по формуле

$$S_t^a = \frac{100}{m_1} \left\{ \frac{[\text{S}]}{[\text{BaSO}_4]} \cdot m_2 - \frac{[\text{S}]}{[\text{BaSO}_4]} \cdot \left(m_3 - \frac{[\text{BaSO}_4]}{[\text{K}_2\text{SO}_4]} \cdot \frac{25c}{1000} \right) \right\}, \quad (\text{A.2})$$

где m_1 — масса навески топлива, взятой для анализа, г;

m_2 — масса сульфата бария, полученная при анализе топлива, г;

m_3 — масса сульфата бария, полученная в холостом опыте, г.

Следовательно,

$$S_t^a = \frac{13,74 \cdot (m_2 - m_3 + 0,03348 \cdot c)}{m_1}. \quad (\text{A.3})$$

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов
международным стандартам**

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO 687—2012	IDT	ISO 687:2010 «Твердые минеральные топлива. Кокс. Определение влаги в аналитической пробе»
ГОСТ 10742—71	NEQ	ISO 5069-2:1983 «Бурые угли и лигниты. Принцип отбора проб. Часть 2. Подготовка проб для определения содержания влаги и для общего анализа»
ГОСТ 10742—71	NEQ	ISO 13909-4:2001 «Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Приготовление проб для анализа»
ГОСТ 27313—2015	NEQ	ISO 1170:2013 «Уголь и кокс. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива»
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007)	MOD	ISO 11722:2013 «Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе высушиванием в токе азота»
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007)	MOD	ISO 5068-2:2007 «Бурые угли и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе»
П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты; - MOD — модифицированные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 662.6:543.812:006.354МКС 73.040
75.160.10

MOD

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, метод определения, общая сера, метод Эшка, смесь Эшка, гравиметрическое определение сульфат-ионов

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 12.04.2016. Подписано в печать 20.04.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 40 экз. Зак. 1120.

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