12711-77

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ, АНТРАЦИТ И СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ГАЛЛИЯ

ГОСТ 12711—77

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН
Украинским научно-исследовательским институтом по обогащению и брикетированию углей «УкрНИИуглеобогащение»

Зам. директора **А. М. Коткин**
Руководитель темы **А. Ш. Кипнис**
Ответственный исполнитель **Л. А. Тимофеева**

Институтом горючих ископаемых «ИГИ»

Зам. директора **И. В. Еремин**
Руководитель темы **М. Я. Шпирт**
Ответственный исполнитель **Л. А. Зекель**

ВНЕСЕН Министерством угольной промышленности СССР

Зам. министра **Е. Н. Рожченко**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 августа 1977 г. № 2104

УДК 662.62 : 546.681.06 : 006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ, АНТРАЦИТ И СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

Метод определения массовой доли галлия

Brown coals, hard coals, anthracite and combustible shales. Method for the determination of mass fraction of gallium

ГОСТ 12711—77

Взамен ГОСТ 12711—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 августа 1977 г. № 2104 срок действия установлен

с 01.01.1979 г.
до 01.01.1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрацит и горючие сланцы и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли галлия.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного соединения — хлоргаллата родамина С, образующегося в солянокислой среде при взаимодействии хлоридного комплекса галлия с основным красителем — родамином С. Предварительно производят озоление пробы топлива при свободном доступе воздуха, сплавление зольного остатка с пиросульфатом калия, растворение сплава в соляной кислоте, отделение галлия от мешающих элементов.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для проведения анализа должны применяться:

электропечь муфельная с терморегулятором;

термометр термоэлектрический по ГОСТ 6616—74 с гальванометром, обеспечивающий измерение температуры до 900°С;

фотоэлектроколориметр;

весы аналитические;

лодочки фарфоровые прямоугольные № 2, 3, 4 по ГОСТ 9675—73;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—73;

чашки фарфоровые диаметром 100 мм по ГОСТ 9147—73;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1977

колбы мерные с притертыми пробками по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 и 100 мл;

делительные воронки вместимостью 25 и 50 мл;

пипетки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл;

микробюретки по ГОСТ 1770—74 вместимостью 5 или 10 мл;

колбы конические по ГОСТ 10394—72 вместимостью 100 мл;

воронки стеклянные по ГОСТ 8613—75;

фильтры;

часы песочные;

баня водяная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67 6 н. раствор;

калий пиросернокислый (пиросульфат калия) по ГОСТ 7172—76;

титан треххлористый по ГОСТ 311—70, раствор разбавленный концентрированной соляной кислотой 1 : 1;

родамин С, 0,5%-ный раствор в 6 н. растворе соляной кислоты;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

толуол по ГОСТ 5789—69;

бутилацетат;

смесь толуола с бутилацетатом; готовят смешением толуола с бутилацетатом в соотношении 2 : 1;

галлий металлический;

стандартные растворы галлия;

раствор А; готовят следующим образом: навеску галлия массой 0,1 г растворяют в 10 мл 6 н. раствора соляной кислоты при нагревании с добавлением нескольких капель пергидроля; полученный раствор выпаривают досуха.

Остаток снова растворяют в 6 н. растворе соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 6 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 1000 мкг галлия;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора А и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 6 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 100 мкг галлия;

раствор В; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора Б и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 6 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора В содержит 10 мкг галлия;

раствор Г; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 мл раствора В и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают 6 н. раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 мл раствора Г содержит 1 мкг галлия.

1.2. При проведении анализа и приготовлении растворов применяют реактивы квалификации не ниже ч. д. а.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Озоление

2.1.1. Из аналитической пробы, приготовленной по ГОСТ 16479—70, отбирают топливо в фарфоровые лодочки и равномерно распределяют по дну лодочек с таким расчетом, чтобы высота слоя была не более 3 мм.

2.1.2. Лодочки с топливом помещают в муфельную печь. Температуру муфельной печи постепенно в течение 1—1,5 ч повышают до 600°С и затем выдерживают 2 ч при температуре 600±20°С. Озоление проводят при открытой дверце муфельной печи. Затем лодочки вынимают из муфельной печи и охлаждают.

Примечание. Озоление топлива зольностью более 40% следует проводить при температуре 800±20°С.

2.2. Разложение зольного остатка

2.2.1. Навеску золы массой 0,2—0,3 г (при содержании галлия более 10 г в 1 т топлива) или 0,5—0,8 г (при содержании галлия до 10 г в 1 т топлива), взвешенную с погрешностью не более 0,2 мг, помещают в фарфоровый тигель, добавляют 3 г пиросульфата калия, перемешивают и покрывают еще 2 г пиросульфата калия. Тигель с содержимым помещают в холодную муфельную печь, температуру которой постепенно в течение 1—1,5 ч повышают до 600±20°С и сплавляют содержимое тигля в течение 10 мин. После этого тигель вынимают и охлаждают. Сплав вымывают в фарфоровую чашку горячим 6 н. раствором соляной кислоты. Содержимое чашки выпаривают досуха на водяной бане.

Сухой остаток в чашке растворяют в 6 н. растворе соляной кислоты при нагревании на водяной бане. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доливают 6 н. кислотой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор отстаивают, после чего фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Первые две-три капли фильтрата отбрасывают. Остальной фильтрат является анализируемым раствором.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В мерную колбу вместимостью 50 мл (или делительную воронку вместимостью 25 мл) отбирают 5 мл анализируемого раствора и прибавляют по каплям при помешивании 1 мл треххлористого титана. Через 5 мин в колбу (или воронку) прибавляют 0,4 мл 0,5%-ного раствора родамина С, перемешивают и выдерживают в течение 5 мин. Затем приливают 5 мл смеси толуола с бутилацетатом, закрывают колбу (или воронку) притертой пробкой и встряхивают 2 мин. После разделения слоев осторожно сливают в кювету (с расстоянием между рабочими гранями 5 мм)

верхний органический слой, окрашенный в красно-фиолетовый цвет, и закрывают кювету крышкой.

Нулевой раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 мл (или делительную воронку вместимостью 50 мл) наливают 10 мл 6 н. раствора соляной кислоты, приливают 2 мл треххлористого титана, 0,8 мл 0,5%-ного раствора родамина С, 10 мл смеси толуола с бутилацетатом, закрывают притертой пробкой колбу (или воронку) и встряхивают в течение 2 мин. После разделения органический слой сливают в кюветы для колориметрирования.

Колориметрирование производят на фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр с максимумом пропускания лучей света длиной волны 530—540 нм. Содержание галлия находят по градуировочному графику. Если интенсивность окрашивания (оптическая плотность) исследуемого раствора выше максимальной, предусмотренной градуировочным графиком, то перед колориметрированием производят разбавление раствора.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 мл (или делительные воронки вместимостью 25 мл) отбирают пипетками 1, 2, 3, 4 и 5 мл стандартного раствора Г, что соответствует содержанию галлия от 1 до 5 мкг.

Далее в колбы (или воронки) добавляют 6 н. раствор соляной кислоты в таком количестве, чтобы объем жидкости был равен 5 мл. Затем добавляют по 1 мл треххлористого титана, перемешивают, через 5 мин приливают по 0,4 мл 0,5%-ного раствора родамина С и выдерживают в течение 5 мин. После этого приливают по 5 мл смеси толуола с бутилацетатом, закрывают колбы (или воронки) притертыми пробками и встряхивают в течение 2 мин. После разделения органический слой осторожно сливают в кювету и закрывают крышкой.

Оптическую плотность измеряют для трех серий растворов с содержанием галлия от 1 до 5 мкг и рассчитывают среднее арифметическое результатов всех измерений оптических плотностей, полученных для данного содержания галлия.

По полученным средним значениям оптических плотностей растворов и соответствующим содержаниям галлия строят градуировочный график.

График проверяют не менее одного раза в месяц колориметрированием стандартных растворов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю галлия в золе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10000},$$

где m_1 — содержание галлия в аликвотной части анализируемого раствора, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — аликвотная часть анализируемого раствора, взятая для определения, мл;

m — масса навески золы, г.

4.2. Массовую долю галлия в сухом топливе (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot A^c}{100},$$

где A^c — зольность испытуемой пробы топлива, определенная по ГОСТ 11022—75.

4.3. Вычисление результатов анализа, а также пересчет результатов на сухое топливо производят до пятого десятичного знака. Окончательные результаты округляют до четвертого десятичного знака.

4.4. Для пересчета полученных результатов в граммы на 1 т анализируемого топлива или его золы умножают массовую долю галлия, выраженную в процентах, на 10000.

4.5. Определение массовой доли галлия в каждой пробе производят параллельно в двух навесках.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ относительно их среднего арифметического не должны превышать $\pm 10\%$.

При получении результатов с расхождением более указанных определение повторяют.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Т. А. Камнева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в печ. 21.10.77 0,5 п. л. 0,36 уч.-изд. л. Тир. 9140 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
«Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1195.