ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА

ГОСТ 9326—90
(ИСО 587—81, СТ СЭВ 6769—89, СТ СЭВ 3903—82)

Издание официальное

35 коп. БЗ 9—90/721

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.62 : 546.13.06 : 006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ.

Методы определения хлора

Solid mineral fuel. Methods for determination of chlorine

ГОСТ 9326—90

ИСО 587—81, СТ СЭВ 6769—89, СТ СЭВ 3903—82)

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, торф, кокс (далее — твердое минеральное топливо) и устанавливает методы определения хлора сжиганием в муфеле со смесью Эшка и в калориметрической бомбе, а также метод определения хлора по международному стандарту ИСО 587—81.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты ч. д. а.

1.2. Для приготовления растворов и выполнения анализа используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

1.3. При проведении анализов применяют калиброванные измерительные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы), а также стаканы, колбы, воронки по ГОСТ 1770, ГОСТ 20292, ГОСТ 25336.

1.4. Определение хлора проводят не менее чем из двух навесок топлива.

1.5. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт без навески топлива для внесения в результат определения поправки, учитывающей содержание хлора в используемых реактивах.

1.6. При использовании новой партии одного из применяемых реактивов контрольный опыт повторяют.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

2. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

2.1. Отбор и подготовка проб для испытаний — по ГОСТ 10742, ГОСТ 11303 и ГОСТ 23083.

2.2. Определение аналитической влаги — по ГОСТ 27314, ГОСТ 11305, ГОСТ 27589 и зольности — по ГОСТ 11022, ГОСТ 11306, ГОСТ 27564.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА СЖИГАНИЕМ В МУФЕЛЕ СО СМЕСЬЮ ЭШКА

Метод основан на полном сжигании навески топлива путем спекания со смесью Эшка в муфельной печи, извлечении хлоридов водой и определении их титрованием раствором нитрата ртути (II) в присутствии индикатора дифенилкарбазона в азотнокислой среде (меркуриметрическое титрование).

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Печь муфельная, электрическая с терморегулятором, обеспечивающим постоянную температуру нагрева не менее 700°С.

Тигли фарфоровые высокие № 3 по ГОСТ 9147.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 и 0,01 г.

Фильтры бумажные, плотные, круглые.

Магния оксид (MgO) по ГОСТ 4526.

Натрия карбонат безводный (Na_2CO_3) по ГОСТ 83.

Смесь Эшка, подготовленная из двух частей оксида магния и одной части карбоната натрия.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, водный раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³ и 0,05 г/см³.

Натрия хлорид (NaCl) по ГОСТ 4233; раствор $c(NaCl) = 0{,}02$ моль/дм³ готовят из стандарт-титра или 0,5845 г перекристаллизованного и высушенного при температуре 105°С реактива, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 0,5 дм³.

Серебра нитрат ($AgNO_3$) по ГОСТ 1277, водный раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³.

Бромфенолсиний по ГОСТ 4919.1, водный раствор с массовой концентрацией 0,005 г/см³.

Дифенилкарбазон по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор с массовой концентрацией 0,02 г/см³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Ртути (II) нитрат $Hg(NO_3)_2 \cdot 0{,}5\ H_2O$ по ГОСТ 4520, раствор с приблизительной молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³. Для приготовления раствора берут 3,5 - 4,0 г азотнокислой ртути, растворяют в 100 см³ раствора азотной кислоты с

массовой концентрацией 0,05 г/см³, фильтруют и доливают фильтрат дистиллированной водой до 1 дм³.

Концентрацию раствора нитрата ртути определяют по раствору хлорида натрия с точной молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³. Для этого отбирают 5 см³ раствора хлорида натрия, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ воды, 3—5 капель раствора индикатора бромфенолсинего, при этом раствор окрашивают в голубой цвет, добавляют из бюретки раствор азотной кислоты до перехода окраски в ярко-желтую (pH-3,5), приливают 5 капель индикатора дифенилкарбазона и медленно титруют при непрерывном перемешивании раствором нитрата ртути (II) до появления неисчезающей фиолетовой окраски.

Концентрацию раствора нитрата ртути $c\ {}^1/_2Hg(NO_3)_2$ моль/дм³ вычисляют по формуле

$$c\frac{1}{2}\cdot Hg(NO_3)_2 = c(NaCl)\frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора хлорида натрия, равный 5 см³;

V_1 — объем раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование 5 см³ раствора хлорида натрия, см³;

c (NaCl) = 0,02 моль/дм³

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Аналитическую пробу топлива тщательно перемешивают и отбирают навеску массой 1 г в стаканчик для взвешивания. Навеску переносят в фарфоровый тигель, в который предварительно помещают 3 г смеси Эшка. Тщательно перемешивают содержимое тигля, выравнивают поверхность осторожным постукиванием по тиглю, затем покрывают содержимое еще 2 г смеси Эшка.

Если массовая доля хлора менее 0,1%, массу навески увеличивают до 2 г.

Для бурых углей и торфов общая масса смеси Эшка может достигать 6 г.

Взвешивание навески топлива производят с погрешностью не более 0,0002 г, а смеси Эшка — с погрешностью не более 0,01 г.

3.2.2. Тигли с навесками помещают в холодную муфельную печь и в течение 2 ч поднимают температуру до (675±25)°С. Прокаливают пробы при этой температуре в течение 2 ч.

Одновременное сжигание в одном и том же муфеле навесок для определения хлора, зольности или серы не допускается.

3.2.3. После сжигания навески тигель вынимают из муфельной печи и охлаждают. Содержимое тигля разрыхляют стеклянной палочкой и переносят в стакан вместимостью 250—300 см³. Внутренние стенки тигля тщательно обмывают горячей дистиллированной

водой. Общий объем воды с осадком не должен быть более 150 см³.

Если во время растворения содержимого тигля будут обнаружены несгоревшие частицы черного цвета, то определение повторяют, увеличивая время спекания навески со смесью Эшка.

3.2.4. Содержимое стакана доводят до кипения. Раствор над осадком сливают, фильтруют через бумажный фильтр в стакан вместимостью 600 см³. Осадок три-четыре раза промывают горячей водой, фильтруя отстоявшуюся жидкость в тот же стакан. Затем осадок переносят на фильтр и тщательно промывают его струей горячей воды из промывалки до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с раствором нитрата серебра). Общий объем фильтрата не должен превышать 300 см³.

3.2.5. Фильтрат выпаривают до объема 50—80 см³, затем охлаждают, переносят в коническую колбу для титрования хлорид-ионов.

3.2.6. В фильтрат добавляют 3—5 капель раствора бромфенолсинего, при этом раствор окрашивается в голубой цвет. Фильтрат нейтрализуют раствором азотной кислоты до перехода окраски раствора в ярко-желтую (pH раствора в точке перехода окраски 3,6), приливают 5 капель раствора дифенилкарбазона и кипятят до удаления CO_2.

Раствор охлаждают, добавляют еще 5 капель дифенилкарбазона и медленно, при непрерывном перемешивании титруют раствором нитрата ртути (II) до появления неисчезающей фиолетовой окраски раствора.

3.3. Обработка результатов анализа

3.3.1. Массовую долю хлора в аналитической пробе (Cl^a) в процентах вычисляют по формуле

$$Cl^a = \frac{(V_2 - V_3) \cdot c\,1/2 \cdot Hg(NO_3)_2 \cdot 35{,}45}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где V_2 — объем раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование в опыте с навеской топлива, см³;

V_3 — объем раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

$c^1/_2 \cdot Hg(NO_3)_2$ — молярная концентрация раствора нитрата ртути, моль/дм³;

35,45 — молярная масса эквивалента хлора, г/моль;

m — масса навески топлива, г.

3.3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать указанных в таблице.

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения, % (абс.)	
	в одной лаборатории на аналитическое состояние	в разных лабораториях на сухое состояние
До 0,1	0,02	0,04
Св. 0,1	0,03	0,06

3.3.3. Если расхождения между результатами двух определений превышают значения, указанные в таблице, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких результатов определений в пределах допускаемых расхождений.

3.3.4. Результаты анализа, а также пересчет их на другие состояния вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

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

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА СЖИГАНИЕМ В КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОЙ БОМБЕ

Метод основан на полном сжигании навески топлива в калориметрической бомбе и определении хлоридов в промывных водах по методу Фольгарда или меркуриметрическим титрованием.

4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Калориметр сжигания с бомбой жидкостной по ГОСТ 147. Правила техники безопасной работы с калориметрической установкой — по ГОСТ 8.219.

Тигель (чашечка калориметрической бомбы) из жаропрочной стали, кварца или платины по ГОСТ 147 или высотой 20 мм и диаметром в верхней части 25 мм.

Проволока для запала (железная, никелевая, константановая или медная) диаметром от 0,1 до 0,2 мм.

Весы аналитические, фильтры бумажные, оксид магния, натрия карбонат безводный, смесь Эшка, азотная кислота, натрия хлорид, бромфеноловый синий, дифенилкарбазон, этиловый спирт, нитрат ртути (II) по п. 3.1.

Кислород по ГОСТ 5583, полученный методом глубокого охлаждения воздуха.

Примечание. Применять кислород, полученный электролизом воды, не допускается. При работе со сжатым кислородом необходимо соблюдать действующие правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

Аммоний карбонат $(NH_4)_2CO_3$ по ГОСТ 3770, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 1 г/см³.

Серебра нитрат ($AgNO_3$) по ГОСТ 1277, водный раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см³ и 0,025 моль/дм³. Для приготовления раствора концентрацией 0,025 моль/дм³ берут 4,2472 г кристаллического нитрата серебра, предварительно высушенного при температуре 125°С в течение 2—3 ч, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Калия роданид KSCN, водный раствор 0,025 моль/дм³. Для приготовления раствора берут 2,4296 г роданида калия, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

Железо (III) аммония сульфат (квасцы железоаммонийные) $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ по ГОСТ 4919.1. Для приготовления раствора берут 125 г железоаммонийных квасцов, растворяют в 100 см³ кипящей воды, охлаждают, фильтруют и прибавляют азотную кислоту до прекращения изменения окраски.

Бензол по ГОСТ 5955.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Аналитическую пробу топлива тщательно перемешивают и отбирают навеску массой 1 г в тигель калориметрической бомбы.

Допускается проводить сожжение навески со смесью Эшка. Для этого навеску вносят в тигель, в который предварительно помещают 1 г смеси Эшка, и тщательно перемешивают содержимое тигля.

Взвешивание навески топлива производят с погрешностью не более 0,0002 г, а смеси Эшка — с погрешностью не более 0,01 г.

4.2.2. Тигель с навеской помещают в крепление калориметрической бомбы. Запальную проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, среднюю часть запальной проволоки погружают в навеску топлива.

В корпус бомбы наливают 10 см³ раствора карбоната аммония.

Бомбу осторожно наполняют кислородом до давления 1 МПа, выпускают кислород, после чего бомбу повторно наполняют кислородом до давления 3 МПа.

4.2.3. Операции по проведению сожжения навески топлива в калориметрической бомбе проводят по ГОСТ 147, но без фиксации температуры.

4.2.4. После проведения сожжения навески бомбу выдерживают в калориметрическом сосуде 15 мин, затем вынимают из сосуда и в течение 4—5 мин выпускают газы. Осторожно открывают крышку бомбы.

4.2.5. Остатки после сжигания навески топлива, а также жидкость из бомбы количественно переносят в стакан вместимостью

300 см³. Тщательно обмывают горячей водой внутренние стенки бомбы, арматуру, крышку, электроды, тигель (внутри и снаружи), собирая промывные воды в тот же стакан. Общий объем промывных вод 150—200 см³.

4.2.6. При неполном сгорании топлива (сажистый налет на внутренней поверхности бомбы или несгоревшие частицы топлива в промывных водах) определение повторяют с брикетированной навеской или добавляют к навеске 0,2—0,5 г бензойной кислоты.

4.2.7. *Титрование хлоридов в промывных водах по методу Фольгарда*

К содержимому стакана по п. 4.2.5 добавляют при перемешивании и нагревании 35—40 см³ азотной кислоты. Раствор фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу. Фильтр промывают четыре раза горячей водой порциями по 10 см³ и промывные воды присоединяют к фильтрату.

К раствору в колбе добавляют 10 см³ раствора нитрата серебра молярной концентрации 0,025 моль/дм³ и оставляют стоять на 15 мин. К охлажденному до комнатной температуры раствору добавляют 5—10 см³ бензола и встряхивают колбу в течение 1 мин. Затем прибавляют 8—10 капель раствора железа (III) аммония сульфата и избыток нитрата серебра титруют раствором роданида калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 5 с.

4.2.8. *Меркуриметрическое титрование хлоридов в промывных водах*

Содержимое стакана по п. 4.2.5 доводят до кипения и фильтруют через бумажный фильтр в стакан вместимостью 300 см³. Осадок на фильтре тщательно, не менее пяти раз, промывают струей горячей воды из промывалки до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с раствором нитрата серебра с массовой концентрацией 0,01 г/см³).

Далее поступают, как указано в пп. 3.2.5 и 3.2.6.

4.3. Обработка результатов анализа

4.3.1. При меркуриметрическом титровании (п. 4.2.8) массовую долю хлора в аналитической пробе (Cl^a) вычисляют по п. 3.3.1.

4.3.2. При титровании по методу Фольгарда массовую долю хлора в аналитической пробе (Cl^a) в процентах вычисляют по формуле

$$Cl^a = \frac{(V_4 - V_5) \cdot c(KSCN) \cdot 35{,}45}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где V_4 — объем раствора роданида калия, израсходованный на титрование в холостом опыте, см³;

V_5 — объем раствора роданида калия, израсходованный на титрование в опыте с навеской топлива, см³;

c (KSCN) — молярная концентрация раствора роданида калия, равная 0,025 моль/дм³.

4.3.3. Допускаемые расхождения и пересчет результатов анализа на другие состояния — по пп. 3.3.2—3.3.5.

5. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА С ПРИМЕНЕНИЕМ СМЕСИ ЭШКА (ИСО 587—81)

5.1. **Назначение и область применения**

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения количества хлора во всех видах твердого минерального топлива с применением смеси Эшка. Альтернативный метод, включающий сжигание при высокой температуре, приведен в ИСО 352.

5.2. **Ссылки**

ИСО 352. Твердое минеральное топливо. Определение хлора. Метод высокотемпературного сжигания.

ИСО 1170. Уголь и кокс. Расчет данных анализов при различных состояниях образцов.

5.3. **Основы метода**

Пробу сжигают в тесном контакте со смесью Эшка в окислительной атмосфере для удаления горючего вещества и превращения хлора в хлориды щелочных металлов, которые извлекают азотной кислотой или водой и определяют титрованием по методам Фольгарда или Мора.

5.4. **Реактивы**

При проведении анализов применяют реактивы только квалификации «ч. д. а» и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.4.1. Смесь Эшка.

Смешивают две части (по массе) слабо прокаленной окиси магния с одной частью безводного карбоната натрия или калия. Смесь должна полностью проходить через контрольное сито 200 мкм.

5.4.2. Азотная кислота, свободная от хлора, $\rho = 1{,}42$ г/см³.

Для титрования по Фольгарду

5.4.3. Нитробензол.

Этот реактив хранят в бутылке из темного стекла.

5.4.4. Нитрат серебра, стандартный раствор, $c(AgNO_3) = 0{,}025$ моль/дм³.

Измельченный кристаллический нитрат серебра нагревают при 125°С 2—3 ч. Растворяют в воде 4,247 г и разбавляют до 1000 см³. Хранят в бутылке из темно-зеленого стекла.

5.4.5. Роданид калия, стандартный раствор для объемного определения, c(KSCN) = 0,025 моль/дм³.

3,5 г роданида калия растворяют в воде и разбавляют до 1000 см³. Устанавливают концентрацию титрованием раствором нитрата серебра (п. 4.4) и точно доводят до эквивалентной.

5.4.6. Насыщенный раствор железоаммиачных квасцов (индикатор). Сульфат железа (III) и аммония.

100 см³ воды насыщают приблизительно 125 г железоаммиачных квасцов [$(NH_4)_2SO_4 \cdot Fe_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$] и добавляют азотную кислоту до исчезновения коричневой окраски.

Для титрования по Мору

5.4.7. Нитрат серебра, стандартный раствор для объемного определения, $c(AgNO_3) = 0{,}050$ моль/дм³.

8,494 г нитрата серебра, высушенного, как указано в п. 4.4, растворяют в воде и разбавляют до 1000 см³.

5.4.8. Хромат калия, индикаторный раствор.

5 г хромата калия растворяют в 100 см³ воды.

5.5. **Аппаратура**

Обычная лабораторная аппаратура. Мерная посуда должна соответствовать требованиям международных стандартов, разработанных ИСО/ТК 48 «Лабораторная посуда и соответствующая аппаратура».

5.5.1. Муфельная печь с электрическим нагревом с зоной постоянной однородной температуры (675±25)°С и вентиляцией, обеспечивающей 4—6-кратный обмен воздуха в минуту.

Примечание. Необходимая скорость обмена воздуха может быть достигнута при использовании должным образом сконструированной муфельной печи и определена с помощью статистической трубки Пито.

5.5.2. Тигли из фарфора или кварца вместимостью около 25 см³.

5.5.3. Изолирующая пластина толщиной 6 мм из кварца или другого пригодного материала, легко входящая в печь.

5.5.4. Весы с погрешностью взвешивания 0,1 мг.

5.6. **Подготовка пробы**

Проба угля или кокса, используемая для определения хлора, является аналитической пробой, измельченной до прохождения через сито 200 мкм. Если необходимо, пробу выдерживают в тонком слое минимально необходимое время для установления приблизительного равновесия между содержанием влаги и атмосферой лаборатории.

Перед началом определения воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают, предпочтительно механическим способом.

5.7. **Проведение определения**

5.7.1. Разложение пробы

Около 1 г пробы (см. примечание 1) взвешивают на лотке с погрешностью 0,1 мг и переносят в тигель, содержащий 3 г смеси Эшка (п. 4.1). Перемешивают до однородности маленьким металлическим шпателем и покрывают еще 2 г смеси Эшка.

Тигель ставят на изолирующую подставку (п. 5.3), помещают в муфельную печь, нагретую до (675±25)°С (см. примечание 2), и выдерживают при этой температуре 2 ч (см. примечание 3). Тигель вынимают и дают остыть.

Заканчивают определение по методу Фольгарда или Мора (см. примечание 4).

Примечания:

1. Если массовая доля хлора меньше 0,1%, массу пробы следует увеличить до 2 г.

2. Определение зольности и массовой доли хлора нельзя проводить в одной печи одновременно.

3. Если необходимо, проба может быть помещена в холодную печь, которую затем нагревают до (675±25)°С и выдерживают при этой температуре 2 ч.

4. Если ожидаемая массовая доля хлора очень мала, то на этой стадии можно добавить известный объем стандартного раствора хлора и в окончательные вычисления внести соответствующую поправку.

5.7.2. Титрование по Фольгарду

Сожженную смесь переносят в стакан, тигель обмывают 125 см³ горячей воды и промывные воды сливают в стакан. Осторожно приливают 20 см³ азотной кислоты (п. 4.2) и накрывают стакан часовым стеклом. Если необходимо, содержимое перемешивают, чтобы добиться растворения.

Если необходимо (см. примечание), раствор фильтруют через неплотный складчатый фильтр, промытый кислотой, собирая фильтрат в коническую колбу. Фильтр промывают небольшим количеством горячей воды (например, четырьмя порциями по 5—10 см³) и в колбу приливают 20 см³ раствора нитрата серебра (п. 4.4), охлаждают до комнатной температуры.

Добавляют 5—10 см³ нитробензола (п. 4.3), раствор встряхивают 1 мин, приливают 8—10 капель индикаторного раствора квасцов (п. 4.6) и титруют раствором роданида калия (п. 4.5). Конечная точка достигается, когда раствор станет слабо оранжево-розового цвета.

Примечание. Фильтрование обычно не является необходимым, если используют пробы малозольного топлива массой 1 г, но оно необходимо, если используют пробы массой более 1 г (см. п. 7.1, примечание 1) или если угли имеют высокую зольность.

5.7.3. Титрование по Мору

Сожженную смесь переносят в стакан, тигель промывают горячей водой, собирая промывные воды в стакан, осадок в стакане измельчают стеклянной палочкой с плоским концом. Раствор нагревают до кипения и фильтруют через бумажную массу или неплотный фильтр, собирая фильтрат в коническую колбу. Остаток промывают пять раз горячей водой порциями по 5 см³, собирая промывные воды в колбу. Раствор нейтрализуют азотной кисло-

той (п. 4.2), добавляют 10 капель хромата калия в качестве индикатора и титруют раствором нитрата серебра (п. 4.7). Конечную точку устанавливают по первому появлению постоянной коричневой окраски.

5.7.4. Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят с 5 г смеси Эшка (п. 4.1), прокаленной в печи одновременно с пробой. Контрольную пробу обрабатывают далее точно так же и титруют до той же самой конечной точки, что и настоящую пробу*. Это позволяет оценить количество хлора, содержащегося в реактивах и поступающего из атмосферы лаборатории.

5.8. **Выражение результатов**

5.8.1. Титрование по Фольгарду

Массовую долю хлора (Cl) в анализируемой пробе ** в процентах по массе вычисляют по формуле

$$Cl = \frac{3{,}545 \cdot c \cdot (V_2 - V_1)}{m},$$

где c — молярная концентрация раствора роданида калия (п. 4.5), моль/дм^3;

V_1 — объем раствора роданида калия (п. 4.5), израсходованный на определение (п. 7.2), см^3;

V_2 — объем раствора роданида калия (п. 4.5), израсходованный на контрольный опыт (п. 7.4), см^3;

m — масса пробы, г.

5.8.2. Титрование по Мору

Массовую долю хлора (Cl) в анализируемой пробе в процентах вычисляют по формуле

$$Cl = \frac{3{,}545 \cdot c(V_3 - V_4)}{m},$$

где c — молярная концентрация раствора нитрата серебра (п. 4.7), моль/ дм^3;

V_3 — объем раствора нитрата серебра (п. 4.7), израсходованный на определение (п. 7.3), см^3;

V_4 — объем раствора нитрата серебра (п. 4.7), израсходованный на контрольный опыт (п. 7.4), см^3;

m — масса пробы, г.

Результат (предпочтительно среднее результатов параллельных определений, см. разд. 9) вычисляют до второго десятичного знака.

---

* Определение цвета в конечной точке облегчается при сравнении с ранее оттитрованной холостой пробой.

** Пересчет результатов для других состояний — по ГОСТ 27313.

5.9. Точность метода

Хлор	Максимальное допускаемое расхождение между результатами, вычисленными для одного и того же содержания влаги, % (абс.)	
	в одной лаборатории (сходимость)	в разных лабораториях (воспроизводимость)
	0,03	0,06

5.9.1. Сходимость

Результаты параллельных определений, выполненных в разное время в одной лаборатории одним лаборантом на одной и той же аппаратуре для одной и той же анализируемой пробы, не должны отличаться более чем на величину, указанную выше.

5.9.2. Воспроизводимость

Средние значения результатов параллельных определений, выполненных в каждой из двух различных лабораторий на представительных порциях, отобранных из одной и той же пробы после последней стадии ее подготовки, не должны отличаться более чем на величину, указанную выше.

5.10. **Протокол испытания**

Протокол должен включать следующие данные:

характеристику исследуемого продукта;

ссылку на используемый метод;

результаты и способ их выражения;

любые необычные явления, отмеченные при проведении определения;

любые операции, не включенные в настоящий международный стандарт или необязательные.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством угольной промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И. В. Авгушевич, канд. хим. наук; **Е. И. Сидорук**; **Л. А. Коган**, канд. техн. наук; **П. Н. Горелов**; **Р. И. Гориславцева**; **В. П. Ахметова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.12.90 № 3103
   Раздел 5 настоящего стандарта подготовлен на основе прямого применения международного стандарта ИСО 587—81 «Твердое минеральное топливо. Определение содержания хлора с применением смеси Эткa»

3. Срок первой проверки — 1995 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3903—82 и СТ СЭВ 6769—89

5. **ВЗАМЕН** ГОСТ 9326—77 и ГОСТ 25952—83

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.219—76	4.1
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 147—74	4.1; 4.2.3
ГОСТ 1277—75	3.1; 4.1
ГОСТ 1770—74	1.3
ГОСТ 3770—75	4.1
ГОСТ 4233—77	3.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4520—78	3.1
ГОСТ 4526—75	3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.1; 4.1
ГОСТ 5583—78	4.1
ГОСТ 5955—75	4.1
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9147—80	3.1
ГОСТ 10742—71	2.1
ГОСТ 11022—75	2.2

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 11303—75	2.1
ГОСТ 11305—83	2.2
ГОСТ 11306—83	2.2
ГОСТ 18300—87	3.1
ГОСТ 20292—74	1.3
ГОСТ 23083—78	2.1
ГОСТ 25336—82	1 3
ГОСТ 27313—89	3.3.5; 5.8.1
ГОСТ 27314—87	2.2
ГОСТ 27564—87	2 2
ГОСТ 27589—88	2.2

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 26.12.90 Подп. в печ. 08.12.91 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,90 уч.-изд. л. Тир. 4000 Цена 35 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2482

gost.e-ecolog.ru