ГОСТ 28935—91
(ИСО 1952—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ И КАЛИЯ, РАСТВОРИМЫХ В РАЗБАВЛЕННОЙ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

Издание официальное

БЗ 5—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.62:543.822:006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Метод определения натрия и калия, растворимых в разбавленной соляной кислоте

ГОСТ 28935—91

(ИСО 1952—76)

Solid fuel. Method for the determination of sodium and potassium soluble in dilute hydrochloric acid

МКС 75.160.10
ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы и торф (далее — топливо) и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения в топливе натрия и калия, находящихся в виде неорганических солей или щелочных гуматов, растворимых в разбавленной соляной кислоте, а также метод экстракции по международному стандарту ИСО 1952—76 (см. приложение).

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в экстрагировании топлива кипящим разбавленным раствором соляной кислоты, отделении полученного экстракта от осадка и определении в растворе натрия и калия пламенно-фотометрическим методом. Пламенно-фотометрический метод основан на зависимости между концентрацией определяемого элемента в растворе и интенсивности его излучения, измеряемой с помощью пламенного фотометра.

2. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

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

2.2. Определение массовой доли влаги аналитической пробы — по ГОСТ 27314.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотометр пламенный в комплекте.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 2000 $мин^{-1}$. Пробирки или стаканчики стеклянные цилиндрические вместимостью 250 $см^3$, используемые в центрифуге.

Весы лабораторные общего назначения с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг по ГОСТ 24104*.

Сосуд полиэтиленовый с плотно закрывающейся крышкой минимальной вместимостью 250 и 1000 $см^3$.

Колба мерная калиброванная вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания типа СН или СВ по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные лабораторные из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

Фильтры бумажные, плотные, диаметром 11,0—12,5 см.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2005

Кислота соляная (стандарт-титр) 0,1 н. для приготовления раствора c (HCl) = 0,005 моль/дм^3.
Спирт этиловый по ГОСТ 18300, раствор 0,95 г/см^3.
Натрия хлорид по ГОСТ 4233.
Калия хлорид по ГОСТ 4234.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Все применяемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый для анализа».

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Стандартный раствор хлорида натрия

0,2542 г хлорида натрия, высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе соляной кислоты в стакане небольшой вместимости. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывают стакан над колбой раствором соляной кислоты и доводят до метки.

Стандартный раствор соответствует концентрации 100 мг/дм^3 натрия.

4.2. Стандартный раствор хлорида калия

0,1907 г хлорида калия, высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе соляной кислоты в стакане небольшой вместимости. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывают стакан над колбой раствором соляной кислоты и доводят до метки.

Стандартный раствор соответствует концентрации 100 мг/дм^3 калия.

4.3. Стандартные растворы хранят в полиэтиленовых сосудах.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Навеску топлива массой (1,5 ± 0,05) г, взятую из тщательно перемешанной аналитической пробы, доведенной до воздушно-сухого состояния, помещают в предварительно взвешенный стаканчик.

Одновременно определяют массовую долю влаги в аналитической пробе по ГОСТ 27314.

5.2. Навеску угля переносят в химический стакан вместимостью 250 см^3. Точную массу взятой навески устанавливают по разности массы стаканчика до и после перенесения угля в стакан. В стакан с навеской угля наливают 100 см^3 соляной кислоты c (HCl) = 0,005 моль/дм^3. Если испытуемая проба плохо смачивается, перед прибавлением соляной кислоты следует добавить 3 см^3 этилового спирта.

5.3. Экстрагирование натрия и калия разбавленной соляной кислотой

5.3.1. Содержимое стакана нагревают до кипения и кипятят 15 мин, не допуская бурного кипения. Стакан должен быть открытым, чтобы этиловый спирт мог свободно испаряться. Все частицы угля, прилипшие к стенке стакана при кипячении, следует смыть обратно осторожным наклоном или стеклянной палочкой.

5.3.2. Суспензию охлаждают и переносят количественно в сосуды центрифуги и центрифугируют в течение 5 мин с частотой вращения не менее 2000 мин$^{-1}$. Раствор над осадком сливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 по стеклянной палочке. Раствор может быть светло-желтого цвета вследствие присутствия в нем органических кислот, но на результаты определений это не влияет. Если экстракт соляной кислоты имеет гидрофобную пленку угля, его следует после центрифугирования отфильтровать через два фильтра.

5.3.3. Остаток в сосудах центрифуги количественно переносят в тот же химический стакан вместимостью 250 см^3 струей раствора соляной кислоты из промывалки в количестве 100 см^3 и вновь кипятят в течение 15 мин, центрифугируют в течение 5 мин и затем сливают или, в случае необходимости, отфильтровывают в ту же мерную колбу через два фильтра.

5.3.4. К остатку в сосуды центрифуги приливают теплый раствор соляной кислоты, вновь центрифугируют в течение 5 мин и переносят раствор в ту же мерную колбу. Фильтр промывают 2—3 раза небольшими порциями теплого раствора соляной кислоты и выбрасывают.

5.3.5. Фильтрат и промывной раствор в мерной колбе вместимостью 250 см^3 охлаждают до комнатной температуры и доводят объем до метки раствором соляной кислоты, перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

5.4. Экстрагирование натрия и калия кипячением

Экстрагирование натрия и калия допускается проводить кипячением навески угля с 200 см^3 раствора соляной кислоты в течение 1 ч с последующим фильтрованием через два фильтра в мерную

колбу вместимостью 250 см^3 и охлаждением до комнатной температуры. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

5.5. Пламенно-фотометрический метод определения натрия и калия, растворимых в разбавленной соляной кислоте

5.5.1. Приготовление контрольного раствора

Контрольный раствор готовят по пп. 5.2 и 5.3.1—5.3.5 или п. 5.4 без использования навески угля.

Для внесения в результат определения поправки, учитывающей содержание определяемых элементов в реактивах, одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт.

5.5.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая наливают 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 10 см^3 стандартного раствора хлорида натрия. Колбы доливают раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Концентрация приготовленных растворов соответствует 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10 мг/дм^3 натрия.

Проводят измерения интенсивности излучения натрия при длине волны 589 нм в каждом растворе и регистрируют значения показаний прибора. Градуировочный график строят по значениям показаний прибора (ось ординат) и концентрации натрия (в мг/дм^3) в растворе (ось абсцисс).

Если при определении интенсивности излучения раствора, содержащего только раствор соляной кислоты, в показаниях прибора возникает отклонение, указывающее на наличие натрия, то это значение учитывают при проведении определений остальных растворов. При построении градуировочного графика используют разность этих полученных значений.

Построение градуировочного графика для калия проводят на стандартных растворах хлорида калия, измеряя интенсивность излучения калия при длине волны 768 нм.

Для построения градуировочного графика каждая точка строится по среднеарифметическим значениям результатов трех определений. При построении графика на оси абсцисс откладывают концентрацию элементов в определенном объеме, а на оси ординат — измеряемую величину.

5.5.3. Для определения натрия и калия используют растворы, приготовленные по п. 5.3 или 5.4. Измеряют на пламенном фотометре интенсивность излучения раствора при длине волны 589 нм для натрия и при длине волны 768 нм для калия. Одновременно измеряют интенсивность излучения натрия и калия контрольных растворов. По разности значений, полученных при определении интенсивности излучения исследуемого и контрольного растворов, по градуировочным графикам определяют содержание натрия и калия в исследуемых растворах пробы. При смене растворов распыляющую систему пламенного фотометра промывают водой.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю элементов натрия (Na^a) и калия (K^a) в процентах вычисляют по формуле

$$Na^a\ (K^a) = \frac{250 \cdot C \cdot 100}{10^3 \cdot m} = \frac{25 \cdot C}{m},$$

где 250 — объем раствора исследуемой пробы, см^3;

C — массовая концентрация элементов натрия или калия исследуемого раствора, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3;

m — масса пробы угля в объеме исследуемого раствора, мг.

6.2. Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля натрия или калия, %	Максимально допускаемое расхождение, % (абс.)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,4	0,05	0,1
Св. 0,4 » 0,9	0,1	0,2
» 0,9	0,2	0,3

6.3. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений. Если расхождения между результатами двух определений превышают значения, указанные

в таблице, то проводят третье определение и за конечный результат принимают среднеарифметическое значение двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

6.4. Результат анализа, а также пересчет результатов на другие состояния вычисляют с точностью до 0,01 — при содержании натрия и калия до 0,5 % и до 0,1 — при содержании натрия и калия более 0,5 %.

6.5. Пересчет результатов определения натрия и калия на другие состояния топлива проводят по ГОСТ 27313.

6.6. Массовую долю оксида натрия (Na_2O) и оксида калия (K_2O) в угле в процентах вычисляют по формулам:

$$Na_2O = 1{,}3479 \cdot Na;$$

$$K_2O = 1{,}2047 \cdot K.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ

УГЛИ БУРЫЕ И ЛИГНИТЫ
ИСО 1952—76

Определение содержания натрия и калия, растворимых в разбавленной соляной кислоте, методом экстракции

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания натрия и калия в бурых углях и лигнитах, находящихся в виде неорганических солей или щелочных гуматов, растворимых в разбавленной соляной кислоте. Наличие щелочных форм может вызвать затруднения при сжигании некоторых видов бурых углей и лигнитов.

Настоящий международный стандарт устанавливает только процесс экстракции; определение содержания натрия и калия в экстракте проводят любым точным методом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 27314—91 (ИСО 589—81) Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Пробу бурого угля или лигнита подвергают экстрагированию в кипящей соляной кислоте 0,005 н. и полученный экстракт центрифугируют.

Содержание натрия и калия в растворе определяют любым точным аналитическим методом (например гравиметрическим или пламенно-фотометрическим методом).

4. РЕАКТИВЫ

При проведении анализа используют только реактивы квалификации не ниже ч. д. а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Соляная кислота, 0,005 н. раствор.

4.2. Этиловый спирт, 95 %-ный по объему.

5. ОБОРУДОВАНИЕ

Все калиброванные приборы должны быть максимально точными.

5.1. Мерная колба с одной отметкой объема вместимостью 250 $см^3$.

5.2. Лабораторная центрифуга со скоростью вращения 2000 об/мин.

5.3. Полиэтиленовая бутыль минимальной вместимостью 250 $см^3$.

5.4. Весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6. ПРОБА

Лабораторную пробу помещают на противень и доводят до воздушно-сухого состояния. Измельчают испытуемую пробу до размера частиц, проходящих через сито с размером квадратных ячеек 212 мкм. Приготовленную таким образом пробу для анализа хранят в закрытом пробкой сосуде, наполнив его более чем на 80 % его объема.

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Точно отвешивают (1,5 ± 0,05) г пробы и переносят в химический стакан вместимостью 250 $см^3$. Смачивают пробу 3 $см^3$ этилового спирта (п. 4.2), добавляют 100 $см^3$ соляной кислоты (п. 4.1) и медленно кипятят в течение 15 мин. Стакан должен быть открытым, чтобы этиловый спирт мог свободно испаряться. Суспензию охлаждают и переносят количественно в сосуды центрифуги и центрифугируют в течение 5 мин со скоростью вращения 2000 об/мин. Сливают раствор в мерную колбу (п. 5.1) (см. примечание). Остаток смывают в тот же химический стакан, используя 100 $см^3$ соляной кислоты, вновь кипятят в течение 15 мин и снова центрифугируют.

Переливают раствор в ту же мерную колбу, остаток в стакане промывают теплой соляной кислотой (п. 4.1), вновь центрифугируют и сливают промывную воду в ту же мерную колбу. Охлаждают содержимое колбы до комнатной температуры и доводят объем до метки соляной кислотой. Хранят в полиэтиленовой бутыли (п. 5.3).

Определяют содержание натрия и калия в растворе любым точным методом (например гравиметрическим методом или методом пламенной фотометрии).

Определяют содержание влаги в отдельной порции пробы методом, указанным в ГОСТ 27314.

Рассчитывают содержание натрия и калия на сухую массу по формулам, предназначенным для методов, принятых для данных испытаний.

Примечание. Раствор может быть светло-желтого цвета вследствие присутствия в нем органических кислот, но на результаты определений это не влияет.

8. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

Определяемый элемент	Максимально допускаемое расхождение между результатами, % (абс.)	
	Сходимость	Воспроизводимость
Натрий	0,04	0,05
Калий	0,02	0,03

8.1. Сходимость

Результаты двух параллельных определений, проведенных в разное время в одной и той же лаборатории одним и тем же лаборантом при использовании одного и того же аналитического метода на двух представительных пробах одного и того же образца, не должны отличаться более чем на вышеуказанную величину.

8.2. Воспроизводимость

Средние значения результатов двух определений, проведенных в двух различных лабораториях на представительных пробах, отобранных от одного и того же образца после его окончательного приготовления, не должны отличаться более чем на вышеуказанную величину.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством энергетики и электрификации СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.03.91 № 261**

   Приложение настоящего стандарта подготовлено методом прямого применения международного стандарта ИСО 1952—76 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания натрия и калия, растворимых в разбавленной соляной кислоте, методом экстракции»

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 1770—74	Разд. 3
ГОСТ 4233—77	Разд. 3
ГОСТ 4234—77	Разд. 3
ГОСТ 6709—72	Разд. 3
ГОСТ 10742—71	2.1
ГОСТ 18300—87	Разд. 3
ГОСТ 24104—88	Разд. 3
ГОСТ 25336—82	Разд. 3
ГОСТ 27313—95	6.5
ГОСТ 27314—91	2.2, 5.1, приложение

4. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2005 г.**

Редактор *В.Н. Ковысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 15.02.2005. Подписано в печать 05.03.2005. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 55 экз. С 532. Зак. 130.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru