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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33502— 2015

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общего хлора сжиганием в калориметрической бомбе с последующим определением в растворе с помощью ион-селективного электрода

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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 перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 29 сентября 2015 г. № 80-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	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 марта 2016 № 198-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33502—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D 4208-13 «Стандартный метод определения общего хлора в угле путем сжигания в бомбе в атмосфере кислорода и последующего определения методом с ион-селективным электродом» («Standard Test Method for Total Chlorine in Coal by the Oxygen Bomb Combustion/Ion Selective Electrode Method», MOD). Дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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

При проведении полного анализа твердых топлив определяют содержание общего хлора.

Массовая доля хлора в твердых горючих ископаемых колеблется от 0,003 % до 0,35 %. Значительно большее количество хлора содержится в так называемых соленых углях[1)] (до 1 %). Хлор входит в состав минеральной и органической массы углей. Часть хлора содержится в водорастворимой форме в виде NaCl, хотя зависимость между содержанием хлора и натрия во многих случаях не обнаружена.

Хлор относится к промышленно вредным элементам, вызывающим коррозию аппаратуры при энергетическом и технологическом использовании углей. При содержании хлора более 0,3 % сжигание угля затруднено. Отмечено отрицательное влияние хлора на процесс коксования и свойства кокса.

В настоящем стандарте для количественного извлечения общего хлора из топлив и перевода его в раствор регламентирован метод сжигания навески в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода в присутствии раствора углекислого натрия, поглощающего пары хлористого водорода. В поглотительном растворе хлорид-ионы определяют потенциометрическим методом с помощью хлорид-селективного электрода.

При точном соблюдении методики разложения твердых топлив, представленной в настоящем стандарте, достигается количественное извлечение хлора из твердых топлив.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем национального стандарта ASTM D 4208:

- в область распространения включены все виды твердого минерального топлива;
- обозначения показателей и индексы приведены в соответствие с требованиями ГОСТ 27313;
- процедура подготовки и измерения потенциала хлорид-селективного электрода выделены в раздел 9.

1) «Солеными» называют угли с повышенным содержанием щелочных металлов.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общего хлора сжиганием в калориметрической бомбе с последующим определением в растворе с помощью ион-селективного электрода

Solid mineral fuel. Determination of total chlorine by combustion in calorimeter bomb with subsequent determination in solution by means of ion selective electrode

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, *лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф, кокс, продукты обогащения и переработки, топливные брикеты, твердое биотопливо*[1] *(далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод определения содержания общего хлора путем сжигания навески топлива в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода, поглощения паров хлористого водорода раствором углекислого натрия и последующего определения хлорид-ионов с помощью хлорид-селективного электрода.

Регламентируемый метод гарантирует количественное извлечение хлора, поэтому результат испытания представляет собой массовую долю общего хлора в исследуемом твердом топливе.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 147—2013 (ISO 1928:2009) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

ГОСТ ISO 687[2] *Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа*

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

ГОСТ 4168 Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5583 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10742 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 11303 Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

[1] Настоящий стандарт распространяется на биотопливо только до разработки межгосударственного стандарта на метод определения хлора в твердом биотопливе.

[2] В Российской Федерации действует ГОСТ 27589—91 (ИСО 687—74) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

Издание официальное

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

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

ГОСТ 23083 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторное стеклянное. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27313 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива

ГОСТ 32975.3 (EN 14774-3:2009) Биотопливо твердое. Определение влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ 33255 (EN 14780:2011) Биотопливо твердое. Методы подготовки проб

ГОСТ 33503 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) Топливо твердое минеральное. Методы определение влаги в аналитической пробе

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 также обозначения показателей и индексов к ним — *по ГОСТ 27313*.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в сжигании навески аналитической пробы твердого топлива в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода в присутствии раствора углекислого натрия, поглощающего газообразный хлористый водород.

В растворе, полученном после смыва внутренних частей калориметрической бомбы, в присутствии реагента, поддерживающего ионную силу раствора, определяют содержание хлорид-ионов с помощью хлорид-селективного электрода методом стандартных добавок.

Примечание — Метод стандартных добавок заключается в измерении потенциала ион-селективного электрода до и после добавления в раствор аликвоты стандартного раствора определяемого иона. Содержание иона в анализируемом растворе рассчитывают по изменению электродного потенциала в результате добавки известного количества иона.

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*.

Дистиллированную воду перегоняют в аппаратуре из кварцевого стекла или подвергают деионизации.

5.2 Кислород газообразный в баллоне, не содержащий водорода, степень чистоты не менее 99,5 % *по ГОСТ 5583*.

Применение кислорода, полученного методом электролиза воды, не допускается.

5.3 Буферный раствор

Раствор натрия азотнокислого ($NaNO_3$) концентрацией 5 моль/дм^3: 42,5 г $NaNO_3$ *по ГОСТ 4168* растворяют в 100 см^3 воды (см. 5.1).

5.4 Поглотительный раствор

Раствор натрия углекислого (Na_2CO_3) концентрацией 2 % масс.: 2 г Na_2CO_3 *по ГОСТ 83* растворяют в 100 см^3 воды (см. 5.1).

Примечание — Перед приготовлением раствора Na_2CO_3 высушивают в сушильном шкафу (см. 6.9) в течение 1 ч при температуре 105 °С и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

5.5 Стандартные растворы хлорида

5.5.1 Исходный стандартный раствор хлорида

Исходным стандартным раствором хлорида могут служить:

а) раствор натрия хлористого (NaCl) с концентрацией хлорид-иона 1000 мкг/см^3: 1,6486 г NaCl *по ГОСТ 4233* растворяют в воде (см. 5.1) и разбавляют водой в мерной колбе до 1 дм^3.

Перед приготовлением раствора NaCl высушивают в сушильном шкафу (см. 6.9) в течение 1 ч при температуре 105 °С и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры;

б) государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора хлорид-ионов.

5.5.2 Разбавленный стандартный раствор хлорида (100 мкг/см^3)

Разбавленный стандартный раствор хлорида готовят одним из следующих способов:

- 10,0 см^3 исходного стандартного раствора хлорида [см. 5.5.1 а)] переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют водой (см. 5.1) до метки;

- *разбавлением ГСО состава раствора хлорид-иона* [см. 5.5.1 б)]. *Кратность разбавления зависит от концентрации имеющегося в наличии ГСО.*

Примечание — Стандартные растворы хлорид-иона пригодны к использованию не более месяца с момента их приготовления. Срок годности ГСО указан в паспорте.

6 Аппаратура

6.1 Весы лабораторные *по ГОСТ OIML R 76-1* с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

6.2 Калориметрическая бомба в сборе, используемая для определения теплоты сгорания *по ГОСТ 147—2013 (пункт 7.2.1), входящая в состав калориметрической установки*, изготовленная из некорродирующих металлических сплавов, не влияющих на процесс сжигания и на продукты сгорания. Конструкция бомбы должна быть такой, чтобы все жидкие продукты сгорания можно было легко извлечь при промывании внутренней поверхности бомбы.

При комнатной температуре бомба должна выдерживать гидростатическое давление до *10,8 МПа*.

Примечание — Калориметрическая бомба представляет собой сосуд высокого давления. При работе с бомбой необходимо соблюдать правила техники безопасности и требования инструкции по эксплуатации от изготовителя. Следует регулярно проверять части бомбы для обнаружения износа и коррозии. Особое внимание необходимо уделять состоянию резьбы на крышке и корпусе бомбы.

6.3 Тигли для сжигания пробы из кварцевого стекла *по ГОСТ 19908*, платины или подходящих металлических сплавов *по ГОСТ 147—2013 (подраздел 7.3)*.

Форма и размеры тиглей влияют на полноту сгорания навески топлива. Тигли должны быть плоскодонными с плавным, закругленным переходом от дна к стенкам. Для сжигания углей, не имеющих каких-либо особенностей, используют тигли следующих размеров: диаметр 25 мм, высота не более 20 мм, толщина стенок 1,5 мм для кварцевых тиглей или 0,5 мм для металлических тиглей.

6.4 Запал для зажигания навески *по ГОСТ 147—2013 (подраздел 6.2)*, представляющий собой платиновую или хромо-никелевую проволоку длиной приблизительно 100 мм, *которая может использоваться самостоятельно или в сочетании с хлопчатобумажной нитью из белой целлюлозы в зависимости от рекомендаций изготовителя калориметрической бомбы.*

6.5 Калориметр по ГОСТ 147—2013, удовлетворяющий функциональным требованиям. Пригодны жидкостные калориметры изотермического или адиабатического типов, в том числе автоматические по ГОСТ 147—2013 (подраздел 7.2). Работу на калориметре проводят в соответствии с инструкцией изготовителя.

6.6 Установка для измерения концентрации хлорид-ионов в растворе, составными частями которой являются:

- иономер, предназначенный для измерения потенциалов ион-селективных электродов, с ценой деления шкалы 0,1 мВ;

- комплект электродов, состоящий из хлорид-селективного электрода и подходящего электрода сравнения.

Установку комплектуют из серийно выпускаемых приборов, технические характеристики которых отвечают требованиям настоящего стандарта.

6.7 Магнитная мешалка, укомплектованная металлическими брусочками в политетрафторэтиленовой оболочке.

6.8 Стеклянная посуда, включая калиброванную мерную посуду (пипетки, бюретки, мерные колбы, стаканы и др.) *по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.*

6.9 Сушильный шкаф с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева в пределах 105 °С — 110 °С.

7 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу, приготовленную *по ГОСТ 10742, ГОСТ 11303, ГОСТ 23083 или ГОСТ 33255.*

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 атмосферы лаборатории.

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

Если результат необходимо рассчитать на другие состояния топлива, отличные от аналитического (воздушно-сухого), то одновременно со взятием навески для определения хлора отбирают навески для определения содержания аналитической влаги *по ГОСТ ISO 687, ГОСТ 11305, ГОСТ 32975.3 или ГОСТ 33503.*

8 Сжигание пробы в калориметрической бомбе

8.1 Все взвешивания проводят на весах с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

8.2 Процедура сжигания навески твердого топлива в калориметрической бомбе (см. 6.2), описанная ниже, соответствует процедуре по ГОСТ 147—2013.

Примечание — Отклонения от стандартной процедуры по ГОСТ 147, состоящие в исключении необязательных операций (взвешивание дистиллированной воды в калориметрическом сосуде, измерение температуры), связаны с тем, что цель настоящего метода — количественное извлечение хлора из минеральной и органической частей топлива и поглощение газообразного хлористого водорода поглотительным раствором, находящимся в бомбе.

8.3 В предварительно прокаленный и взвешенный тигель (см. 6.3) помещают приблизительно 1 г пробы и взвешивают.

Пробы торфа и биотоплива подвергают обязательному предварительному брикетированию.

Примечание — Подготовка к сжиганию навесок топлива, обладающего различными особенностями, подробно описана в ГОСТ 147—2013.

Для проб с содержанием хлора более 0,2 %, а также для проб с содержанием серы более 2 % массу навески следует уменьшить до 0,5 г, чтобы гарантировать количественное улавливание кислых газообразных продуктов сжигания поглотительным раствором.

8.4 Тигель с навеской помещают в держатель, вмонтированный в крышку калориметрической бомбы. Собирают систему поджога, состоящую из запальной проволоки или запальной проволоки и хлопчатобумажной нити (см. 6.4).

8.5 С помощью пипетки на дно бомбы наливают 5 $см^3$ раствора углекислого натрия (см. 5.4).

8.6 Бомбу собирают и медленно заполняют кислородом (см. 5.2) до давления 3,0 МПа.

8.7 Подготовленную бомбу помещают в калориметрический сосуд с дистиллированной водой (см. 5.1). Количество воды в калориметрическом сосуде должно быть таким, чтобы погруженная в воду

бомба была целиком, включая арматуру, вмонтированную в крышку бомбы, покрыта водой. Проверяют герметичность бомбы (по отсутствию выделяющихся из бомбы пузырьков газа).

Устанавливают калориметрический сосуд с бомбой в термостат калориметра и включают систему поджога пробы.

8.8 После сгорания навески бомбу оставляют в калориметрическом сосуде еще на 15 мин для гарантии полного поглощения продуктов сжигания поглотительным раствором, а затем вынимают и тщательно высушивают наружную поверхность бомбы бумажным полотенцем.

8.9 Удерживая бомбу в вертикальном положении, осторожно выпускают газы в течение не менее 2 мин с постоянной скоростью, после чего открывают крышку бомбы.

Если в бомбе обнаруживают несгоревшее топливо или отложения сажи, испытание прекращают.

8.10 Разбирают бомбу. Осторожно и тщательно обмывают внутреннюю поверхность бомбы, включая крышку, электроды и тигель, небольшими порциями дистиллированной воды (см. 5.1), собирая промывные воды в цилиндр или мензурку вместимостью 100 $см^3$. Объем промывных вод должен составлять не более 90 $см^3$.

Примечание — Твердый остаток от сжигания навески, перешедший в промывные воды, не мешает определению хлорид-ионов.

8.11 К раствору, полученному по 8.10, добавляют 2 $см^3$ буферного раствора (см. 5.3) для поддержания постоянной ионной силы и доводят общий объем раствора дистиллированной водой (см. 5.1) до 100 $см^3$. Содержимое цилиндра тщательно перемешивают и переносят в стакан вместимостью 250 $см^3$. Раствор готов для определения содержания хлорид-ионов с помощью ион-селективного электрода.

9 Процедура измерения потенциала хлорид-селективного электрода

9.1 Иономер, хлорид-селективный электрод и электрод сравнения (см. 6.6) подготавливают к работе и обслуживают в ходе эксплуатации в соответствии с инструкцией изготовителя.

9.2 Процедура и условия измерения потенциала хлорид-селективного электрода (температура и скорость перемешивания раствора) должны быть одинаковыми для анализируемых растворов и растворов холостого опыта.

9.3 Измерения с помощью ион-селективных электродов проводят при комнатной температуре (20 °С — 25 °С).

9.4 При проведении измерения потенциала хлорид-селективного электрода раствор перемешивают с постоянной скоростью с помощью магнитной мешалки (см. 6.7).

Примечание — При необходимости между стаканом и подставкой магнитной мешалки помещают термоизолирующую прокладку.

9.5 Проводят измерение потенциала хлорид-селективного электрода в дистиллированной воде. Эту величину в дальнейшем используют для контроля степени чистоты электродов, промытых дистиллированной водой между измерениями (см. 9.7).

9.6 Электроды вынимают из дистиллированной воды, высушивают с помощью фильтровальной бумаги и погружают в измеряемый раствор. Удаляют пузырьки воздуха с поверхности электродов перемешиванием раствора.

Раствор выдерживают 10 мин и измеряют потенциал хлорид-селективного электрода, записывая результат измерения с точностью до 0,1 мВ. Измерения повторяют через каждые 5 мин. Окончательное значение потенциала записывают после установления ионного равновесия, т. е. когда значение сигнала изменится не более чем на 0,2 мВ в течение следующих 5 мин.

9.7 Вынимают электроды из раствора, ополаскивают водой и погружают в стакан с дистиллированной водой. Оставляют на 10 мин для восстановления равновесия и измеряют потенциал хлорид-селективного электрода. Полученное значение потенциала сравнивают с первоначальным значением (см. 9.5).

Если расхождение сравниваемых значений составляет более 10 мВ, электроды оставляют в дистиллированной воде (см. 5.1) до восстановления первоначального потенциала (примерно на 10 мин).

9.8 Чистые электроды вынимают из воды, промокают фильтровальной бумагой, погружают в стакан со следующим раствором и продолжают измерения.

10 Определение константы хлорид-селективного электрода

10.1 В мерный стакан вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 1 см^3 стандартного раствора хлорида концентрацией 100 мкг/см^3 (см. 5.5.2), добавляют 2 см^3 буферного раствора (см. 5.3) для поддержания постоянной ионной силы раствора и доводят общий объем содержимого стакана дистиллированной водой (см. 5.1) до 100 см^3. Раствор перемешивают на магнитной мешалке и погружают в него электроды. После установления стабильного показания иономера записывают измеренный потенциал электрода E_1 и соответствующую ему концентрацию хлорида в измеряемом растворе C_1.

10.2 В мерный стакан вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 10 см^3 стандартного раствора хлорида концентрацией 100 мкг/см^3 (см. 5.8.2), добавляют 2 см^3 буферного раствора (см. 5.3) и доводят общий объем раствора дистиллированной водой (см. 5.1) до 100 см^3. Раствор перемешивают на магнитной мешалке и погружают в него электроды. После установления стабильного показания иономера записывают измеренный потенциал электрода E_2 и соответствующую ему концентрацию хлорида в измеряемом растворе C_2.

Предпочтительно соблюдать соотношение $C_2 = 10C_1$. В любом случае C_2 не должно быть меньше $2C_1$.

10.3 Константу электрода S, равную приблизительно 58 мВ при десятикратном увеличении концентрации хлорид-иона в растворе, вычисляют по формуле

$$S = \frac{E_1 - E_2}{\log C_1 - \log C_2}. \quad (1)$$

11 Определение концентрации хлорид-ионов в анализируемых растворах методом стандартных добавок

11.1 Концентрацию хлорид-ионов в анализируемом растворе (см. 8.11) рассчитывают по изменению потенциала хлорид-селективного электрода (ΔE) при добавлении известного количества стандартного раствора хлорида (см. 5.5.2).

11.2 В стакан с анализируемым раствором, приготовленным по 8.11, погружают электроды и после установления равновесия записывают потенциал хлорид-селективного электрода.

Не снимая стакан с магнитной мешалки и не вынимая электроды, при постоянном перемешивании раствора добавляют в стакан 10,0 см^3 стандартного раствора хлорида концентрацией 100 мкг/см^3 (см. 5.5.2). После установления равновесия записывают изменившееся значение потенциала. Рассчитывают разность потенциалов (ΔE).

11.3 Для внесения в результат измерений поправки на загрязнение реактивов хлоридами проводят холостой опыт без навески пробы. Раствор холостого опыта готовят параллельно с анализируемым раствором, используя те же реактивы в тех же количествах и проводя те же процедуры.

Концентрацию хлорид-ионов в растворе холостого опыта определяют методом стандартных добавок по процедуре, аналогичной 11.2.

Холостой опыт проводят после анализа каждых десяти проб и при замене реактивов.

12 Обработка результатов

12.1 Концентрацию хлорид-иона в анализируемом растворе C_s, мкг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_s = \frac{V_a \cdot C_a}{V_s\left[\left(\text{anti log}\left[\frac{\Delta E}{S}\right]\right)\left(\frac{V_a}{V_s}+1\right)-1\right]} - C_b, \quad (2)$$

где V_a — объем добавленного стандартного раствора хлорида, см^3;

C_a — концентрация хлорид-иона в стандартном растворе хлорида, мкг/см^3;

V_s — объем анализируемого раствора (в соответствии с 8.11 равный 100 см^3), см^3;

ΔE — разность потенциалов хлорид-селективного электрода, измеренных до и после добавления аликвоты стандартного раствора, мВ;

S — константа хлорид-селективного электрода, мВ;

C_b — концентрация хлорид-иона в растворе холостого опыта, мкг/см^3.

12.2 Массовую долю хлора в аналитической пробе топлива Cl^a, мкг/г (ppm), вычисляют по формуле

$$Cl^a = \frac{C_s \cdot V_s}{m}, \quad (3)$$

где m — масса навески топлива, г.

Массовую долю хлора в топливе можно выразить в %, умножив полученный результат (мкг/г) на 10^{-4}.

12.3 За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

12.4 Пересчет результатов на другие состояния топлива, отличные от аналитического, проводят *по ГОСТ 27313*.

13 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется пределами повторяемости и воспроизводимости полученных результатов.

13.1 Предел повторяемости

Результаты двух параллельных определений, рассчитанных на сухое состояние топлива, проведенных в течение короткого промежутка времени в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на величину предела повторяемости, приведенную в таблице 1.

13.2 Предел воспроизводимости

Результаты, каждый из которых представляет собой рассчитанное на сухое состояние топлива среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы, не должны отличаться более чем на величину предела воспроизводимости, приведенную в таблице 1.

Таблица 1 — Прецизионность метода определения хлора в твердом топливе

Массовая доля хлора в твердом топливе, %	Предел повторяемости, отн. %	Предел воспроизводимости, отн. %
От 0,005 до 0,015	12	26
Св. 0,015 до 0,08	6	20
Св. 0,08 до 0,35	5	10

13.3 Прецизионность метода установлена по результатам межлабораторных испытаний, проведенных ООО «ИНКОЛАБ СЕРВИСЕЗ РАША» (г. Санкт-Петербург). Проведен анализ проб углей с массовой долей хлора от 0,005 % до 0,35 %.

14 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:
- ссылку на настоящий стандарт;
- идентификацию анализируемой пробы;
- дату проведения анализа;
- результаты определения с указанием, к какому состоянию топлива они относятся;
- особенности, отмеченные в ходе определения.

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, содержание общего хлора, сжигание в калориметрической бомбе, ионометрия, хлор-селективный электрод, метод стандартных добавок

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Каболова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 28.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru