ГОСТ 13455—91
(ИСО 925—97)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА КАРБОНАТОВ

Издание официальное

БЗ 3—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.62:543.06:006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Методы определения диоксида углерода карбонатов

ГОСТ 13455—91

(ИСО 925—97)

Solid mineral fuel.
Methods for the determination of carbon dioxide content of the carbonates

МКС 75.160.10
ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрацит, лигнит, горючие сланцы, продукты их обогащения, а также на породные прослойки, сопровождающие пласты угля и горючих сланцев (далее — твердое минеральное топливо), и устанавливает гравиметрический и ускоренный объемный методы определения содержания диоксида углерода карбонатов.

При разногласиях в оценке качества топлива и при наличии карбонатов в виде сидерита и магнезита определение содержания диоксида углерода карбонатов следует проводить только гравиметрическим методом.

1. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения диоксида углерода в минеральных карбонатах, присутствующих в твердом минеральном топливе.

Примечание. Полученный результат включает весь диоксид углерода, абсорбированный топливом.

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

1.2. Сущность метода

Пробу топлива обрабатывают соляной кислотой, которая вступает в реакцию с имеющимися карбонатами, выделяющими диоксид углерода. Диоксид углерода, выделенный в результате разложения карбонатов, поглощают и взвешивают.

1.3. Реактивы

Реактивы должны быть квалификации ч. д. а. Для анализа следует использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709 без диоксида углерода.

Примечание. Для очистки от диоксида углерода дистиллированную воду медленно кипятят в течение 15 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.1. Соляная кислота, раствор 3 моль/дм^3.

1.3.2. Поглотители сульфида водорода

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.2.1. Фосфат меди (II), гранулированный с размером частиц 0,7—1,2 мм

Гранулированный фосфат меди (II) готовят следующим образом. Смешивают порошкообразный фосфат меди (II) с 1 %-ным раствором крахмала до состояния густой пасты. Продавливают пасту через перфорированный лист металла с отверстиями диаметром 1 мм. Высушивают при температуре 110 °С. Просеивают материал для отделения частиц требуемого размера.

1.3.2.2. Сульфат меди (II) на пористой основе — гранулах пемзы

Поглотитель на основе сульфата меди (II) готовят следующим образом.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Измельчают пемзу и отделяют частицы размером от 0,7 до 2,8 мм. 60 г пемзы с указанным размером частиц помещают в выпарительную чашку, наливают насыщенный раствор сульфата меди (II) так, чтобы частицы пемзы были целиком погружены в раствор. Содержимое выпаривают досуха при постоянном перемешивании, а затем выдерживают при температуре от 150 до 160 °С в течение 3—4 ч. Далее поглотитель охлаждают в эксикаторе и хранят в стеклянной посуде со стеклянной крышкой.

1.3.2.3. Сульфат серебра, гранулированный

1.3.2.1—1.3.2.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1.3.3. Перхлорат магния, ангидрон, с размером частиц 0,7—1,2 мм.

Примечание. Не рекомендуется проводить регенерацию перхлората магния из-за взрывоопасности. После использования перхлорат магния вымывают потоком воды.

1.3.4. Гидроксид натрия на инертной основе, аскарит, с размером частиц 1,2—1,7 мм.

1.3.5. Смачивающий реагент, пригодный для использования в растворе кислоты, например, раствор этанола (96 % об.) концентрацией 100 $см^3/дм^3$.

1.3.3—1.3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3.6. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.3.7. Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 $г/см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.8. Реактивы для контрольного испытания

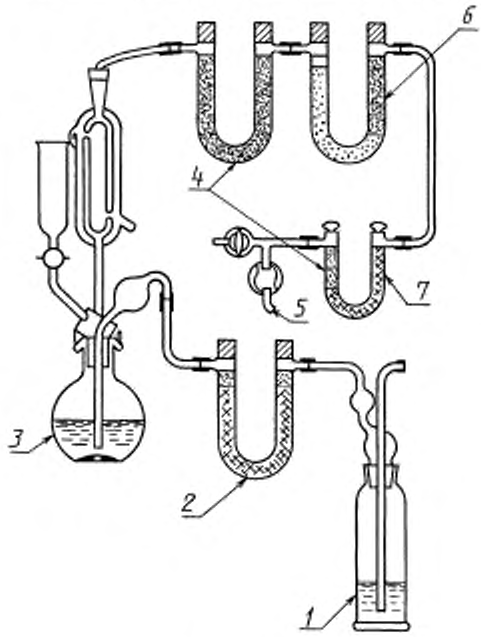
Для проведения контрольного испытания могут быть использованы безводный натрий углекислый по ГОСТ 83 или безводный кальций углекислый по ГОСТ 4530.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.4. Аппаратура

Система включает очистительную цепь аппаратов, реакционную колбу и поглотительную цепь аппаратов. Соответствующая аппаратура представлена на черт. 1.

Установка для определения диоксида углерода



1 — барботер с серной кислотой; *2* — поглотительная трубка с аскаритом (позиции 2 и 7), *3* — колба с капельной воронкой и двухповерхностным холодильником; *4* — поглотительная трубка с перхлоратом магния; *5* — патрубок, ведущий к насосу; *6* — поглотительная трубка с поглотителем сульфида водорода и слоем перхлората магния; *7* — поглотительная трубка с натронным асбестом и перхлоратом магния

Черт. 1

При сборке установки все соединения выполняют встык «стекло к стеклу» при помощи толстостенной эластичной резиновой трубки. Боковые отводы сосудов очистительной и поглотительной систем должны иметь одинаковый наружный диаметр.

1.4.1. Очистительная цепь аппаратов

Барботер (*1*) с серной кислотой (ρ = 1,84 г/см^3) и поглотительная трубка (*2*), заполненная аскаритом.

Допускается исключить из поглотительной цепи барботер с серной кислотой.

1.4.2. Прибор для проведения реакции

Круглодонная колба вместимостью 300 см^3, соединенная с капельной воронкой, двухповерхностным холодильником и трубкой с шаровым расширением (*3*).

Между U-образными трубками *6* и *7* должен быть помещен кран, перекрывающий систему.

1.4.3. Поглотительная цепь аппаратов

Три поглотительные трубки, наполненные:

перхлоратом магния (*4*), для сушки газа;

поглотителем сульфида водорода, за которым следует предохранительный слой перхлората магния;

аскаритом (*7*) для поглощения диоксида углерода, защитным слоем перхлората магния для поглощения воды, образующейся по реакции между диоксидом углерода и аскаритом.

В качестве трубки для поглощения CO_2 *7* обычно применяют стеклянную трубку типа ТХ-U-3—150 с кранами по ГОСТ 25336. Допускается использовать трубку ТХ-U-2—150 без кранов по ГОСТ 25336.

Для уверенности в полноте поглощения диоксида углерода допускается использовать две последовательно расположенные поглотительные трубки, наполненные аскаритом.

1.4—1.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.4.4. Весы с точностью до 0,1 мг

1.4.5. Насос для продувания установки воздухом со скоростью 50 см^3/мин. Насос присоединяют через измеритель потока к тройнику, один отвод которого снабжен запорным краном.

1.4.6. Нагреватель реакционной колбы подходящей формы электрический или газовая горелка.

1.4.5, 1.4.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1.5. Приготовление пробы

Аналитическую пробу топлива приготавливают по ГОСТ 10742.

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее выдерживают на воздухе в тонком слое минимальное время, необходимое для достижения приблизительного равновесия между влагой пробы и влажностью атмосферы в лаборатории.

Перед проведением испытания пробу тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин, желательно механическим способом.

Одновременно проводят определение аналитической влаги по ГОСТ 27314.

1.6. Проведение испытания

Тщательно взвешивают с точностью до 0,01 г около 5 г пробы (см. примечание) и помещают в реакционную колбу, добавляют 5 капель смачивающего вещества (п. 1.3.5) и 100 см^3 воды. Закрывают колбу резиновой пробкой и интенсивно встряхивают для смачивания пробы.

Удаляют пробку и смывают попавшие на нее частицы пробы в колбу. Собирают установку как показано на черт. 1, держа кран на выходе воздуха из установки закрытым, и с помощью насоса (п. 1.4.5) пропускают через нее воздух со скоростью 50 см^3/мин в течение 10 мин.

Прекращают продувку воздухом, закрывают кран между трубками *6* и *7* (п. 1.4.2), а также краны на обоих концах поглотительной трубки *7* и отсоединяют поглотительную трубку *7*. Если в качестве поглотительной используют U-образную трубку без кранов (п. 1.4.3), то на концы соединительных отростков трубки *7* надевают отрезки резиновых шлангов, закрытых с одной стороны оплавленными стеклянными палочками; перед взвешиванием отрезки шлангов снимают. Вытирают поглотительную трубку чистой сухой тканью, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Вновь присоединяют поглотительную трубку к прибору, открывают краны на обоих концах поглотительной трубки и пропускают воздух, как прежде. Наливают в воронку 25 см^3 соляной кислоты (п. 1.3.1), соединяют систему с атмосферой, открывая кран на выходе воздуха из установки, дают стечь кислоте в реакционную колбу, снова закрывают кран на выходе воздуха из установки и продолжают продувать ее со скоростью около 50 см^3/мин. Поднимают температуру жидкости в реакционной колбе с такой скоростью, чтобы она закипела через 15 мин. Продолжают кипячение в течение 30 мин; интенсивность кипения регулируют таким образом, чтобы пары полностью конденсировались в холодильни-

ке. Прекращают продувку воздухом, отсоединяют поглотительную трубку, охлаждают и взвешивают, как прежде.

Примечание. При анализе топлива, содержащего более 2 % диоксида углерода, массу пробы уменьшают, но не менее чем до 0,5 г.

1.5, 1.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.6а. Контрольное испытание

Для проверки герметичности установки и чистоты реактивов проводят контрольное испытание, как описано в п. 1.6, используя вместо навески пробы приблизительно 60 мг реактива для контрольного испытания (п. 1.3.8), взвешенного с точностью до 0,1 мг.

Рассчитывают теоретическую массу диоксида углерода (приложение 2, п. 2), который должен выделиться при разложении взятой навески реактива, и сравнивают ее с массой, полученной при проведении контрольного испытания. Результаты проверки считают удовлетворительными, если экспериментальная величина отличается от теоретической не более чем на 10 % отн. В противном случае тщательно проверяют аппаратуру для устранения возможных утечек и (или) заменяют реактивы. Контрольное испытание повторяют до тех пор, пока не будут получены удовлетворительные результаты.

Контрольные испытания проводят после сборки новой установки, после замены частей установки или реактивов, а также перед проведением определений.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.7. Обработка результатов

Результат может быть выражен в виде массовой доли диоксида углерода карбонатов и в виде массовой доли углерода карбонатов.

Массовую долю диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе CO_2^a, в процентах, вычисляют по формуле

$$CO_2^a = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1},$$

где m_2 — увеличение массы поглотительной трубки, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^a_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^a_{CO_2} = \frac{m_2 \cdot 0{,}2729 \cdot 100}{m_1},$$

где 0,2729 — коэффициент пересчета массы CO_2 на С (приложение 2, п. 3).

Результат, равный среднеарифметическому результатов параллельных определений, записывают с точностью до 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.8. Точность метода

1.8.1. Сходимость

Результаты двух определений, полученные в разное время в одной лаборатории, одним лаборантом на одном и том же приборе на двух представительных навесках, взятых от одной и той же пробы, не должны превышать значений, указанных в табл. 1 и 1а.

Таблица 1

Массовая доля диоксида углерода	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 1 % 1 % и более	0,05 % абс. 5 % отн.	0,10 % абс. 10 % отн.

Таблица 1а

Массовая доля углерода карбонатов	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,4 % 0,4 % и более	0,02 % абс. 5 % отн.	0,04 % абс. 10 % отн.

1.8.2. Воспроизводимость

Среднеарифметическое результатов двух определений, полученных в двух разных лабораториях на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы на последней стадии приготовления пробы, не должно превышать значений, указанных в табл. 1 и 1а.

1.8.1, 1.8.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.9. Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующие данные:

ссылку на используемый метод;

результаты и методы их выражения;

особенности, отмеченные в процессе определения;

любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными.

2. УСКОРЕННЫЙ ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА КАРБОНАТОВ

Метод основан на разложении карбонатов соляной кислотой и определении объема выделившегося при этом диоксида углерода.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка для определения содержания диоксида углерода карбонатов (черт. 2), в которую входят следующие элементы:

реакционная склянка;

фарфоровый тигель высокой формы № 3 по ГОСТ 9147;

спиральный прибор;

U-образная трубка;

металлический штатив;

трехходовой кран по ГОСТ 7995;

ртутный термометр с измерениями от 0 до 50 °С;

газоизмерительная бюретка вместимостью 100 $см^3$ из комплекта газоанализатора типа ГХП-2 или ГХП, изготовленная по образцу указанных типов;

стеклянный цилиндр (водяная рубашка, служащая для охлаждения бюретки);

уравнительная склянка вместимостью 300 $см^3$.

Барометр метеорологический.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания до 0,5 мг.

Трубки резиновые внутренним диаметром 3—5 мм и толщиной стенок не более 2 мм по ГОСТ 5496.

Трубки стеклянные диаметром 5—6 мм.

Пробки резиновые по ГОСТ 7338.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а. ρ 1,83 $г/см^3$, 10 %-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, х. ч. или ч. д. а.

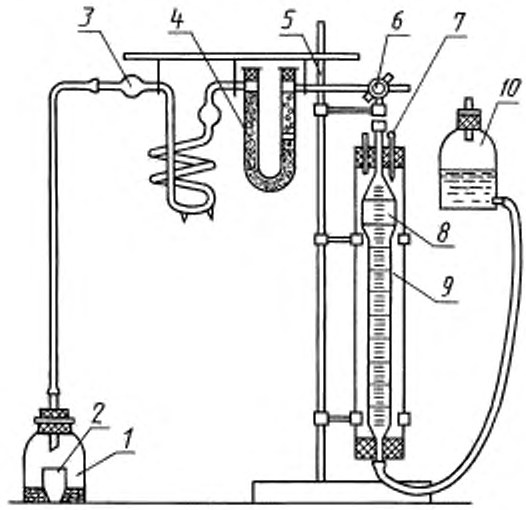
Пемза с размерами зерен 2—3 мм.

Кальций хлористый (двуводный) ч. д. а. или ч., свежеприготовленный, с размерами зерен 1—2 мм.

Метиловый оранжевый (индикатор) 0,5 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Установка для ускоренного метода определения диоксида углерода



1 — реакционная склянка; *2* — фарфоровый тигель; *3* — спиральный прибор; *4* — U-образная трубка; *5* — металлический штатив; *6* — трехходовой кран; *7* — ртутный термометр; *8* — газоизмерительная бюретка; *9* — цилиндр; *10* — уравнительная склянка

Черт. 2

Примечание. Взамен спирального прибора с серной кислотой для поглощения влаги допускается использовать U-образную трубку с ангидроном (п. 1.3.3). Взамен U-образной трубки с поглотителем сульфида водорода допускается добавлять сернокислую медь непосредственно в реакционную склянку к навеске.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Спиральный прибор заполняют на $^1/_3$ объема серной кислотой плотностью 1,83—1,84 г/см^3.

2.2.2. U-образную трубку наполняют пемзой, пропитанной насыщенным раствором сернокислой меди.

2.2.3. Порядок заполнения поглотительных аппаратов реактивами и их смена указаны в приложении.

2.2.4. Уравнительную склянку с тубусом и плотно пригнанной резиновой пробкой, в которую вставлена оплавленная с концов стеклянная трубка, заполняют 10 %-ным раствором серной кислоты (запирающая жидкость). В раствор добавляют 3—4 капли 0,5 %-ного раствора метилового оранжевого.

2.2.5. Водяную рубашку бюретки сверху закрывают резиновой пробкой с тремя отверстиями: в одно отверстие вставляют верхнюю отводящую трубку измерительной бюретки с трехходовым краном, в другое — термометр, третье отверстие служит для заполнения рубашки бюретки водой. Снизу водяную рубашку закрывают пробкой, насаженной на отводящую трубку измерительной бюретки.

Водяную рубашку заполняют дистиллированной водой.

Допускается не заполнять рубашку водой. Воздушная рубашка является достаточной для поддержания постоянной температуры во время испытания.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.6. К реакционной склянке подбирают плотно прилегающую резиновую пробку, в которую вставлена стеклянная трубка, оплавленная с концов, на наружный конец стеклянной трубки надевают резиновую трубку.

2.2.7. Собирают установку по схеме, приведенной на черт. 2. Всю аппаратуру соединяют встык резиновыми трубками.

2.2.8. Пробу топлива подготавливают, как указано в п. 1.5.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Берут навеску испытуемого топлива массой (1±0,1) г при массовой доле диоксида углерода до 15 % и (0,5±0,01) г при массовой доле — более 15 %. Навеску топлива переносят в реакционную склянку (точную массу взятой навески устанавливают по разности массы стаканчика до и после перенесения топлива в реакционную склянку). В ту же склянку с навеской пинцетом помещают тигель и через воронку наливают 10 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоты.

Примечание. Если в установке отсутствует U-образная трубка, наполненная пемзой с сернокислой медью, к навеске для поглощения сульфида водорода добавляют 1 г сернокислой меди.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Реакционную склянку закрывают пробкой со вставленной в нее трубкой. Трехходовой кран ставят в положение, при котором газоизмерительная бюретка соединяется только с атмосферой. Газоизмерительную бюретку наполняют запирающей жидкостью до нулевого деления, при этом поднимают и устанавливают уравнительную склянку так, чтобы запирающая жидкость в бюретке и уравнительной склянке была на одном уровне.

2.3.3. Трехходовой кран переводят в положение, при котором бюретка соединяется с реакционной склянкой, и установку проверяют на герметичность. Уравнительную склянку ставят на стол и наблюдают за уровнем запирающей жидкости в измерительной бюретке. Если уровень в течение 1 мин не изменится, то система герметична.

2.3.4. Убедившись в герметичности, фиксируют начальный уровень жидкости в газоизмерительной бюретке. Для этого, поднимая уравнительную склянку, устанавливают на одном уровне запирающую жидкость в газоизмерительной бюретке и уравнительной склянке. Отмечают температуру воды в рубашке холодильника и показание атмосферного давления.

2.3.5. Реакционную склянку осторожно наклоняют, чтобы соляная кислота выливалась из тигля и смачивала навеску топлива. Склянку несколько раз энергично взбалтывают круговым движением. При этом навеска топлива лучше смачивается и ускоряется разложение карбонатов с выделением диоксида углерода. Объем воздуха, равный объему образовавшегося диоксида углерода, вытесняется в бюретку. Полнота разложения карбонатов определяется прекращением прохождения пузырьков газа через спиральный прибор с серной кислотой.

Перед окончанием опыта склянку взбалтывают еще раз. Обычно реакция заканчивается через 5 мин.

2.3.6. Опуская и поднимая уравнительную склянку, устанавливают на одном уровне запирающую жидкость в газоизмерительной бюретке и уравнительной склянке и отсчитывают объем газа в бюретке.

Разность уровней жидкостей в газоизмерительной бюретке, отмеченных до и после опыта, принимают за объем выделившейся двуокиси углерода карбонатов.

2.3.7. Для проверки герметичности установки и правильности получаемых результатов проводят контрольное испытание по пп. 2.3.1—2.3.6, используя вместо навески пробы реактив для контрольного испытания (п. 1.6а).

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе топлива $(CO_2)^{a}_{м}$ в процентах вычисляют по формуле

$$(CO_2)^{a}_{м} = \frac{m_1 V_0 \cdot 100}{m \cdot 100},$$

где m_1 — масса 1 см^3 диоксида углерода в зависимости от температуры (см. табл. 2), мг;

m — масса навески испытуемого топлива, г;

V_0 — объем диоксида углерода, см^3, приведенный к нормальному давлению, определяют по формуле

$$V_0 = V\frac{P}{760},$$

где V — объем диоксида углерода в бюретке, см^3;

P — атмосферное давление, Па (мм рт. ст.).

Результат записывают с точностью до 0,01 %.

Таблица 2

Температура, °С	Масса 1 см^3 $(CO_2)^a$	Температура, °С	Масса 1 см3 $(CO_2)^a$
14	1,880	23	1,824
15	1,874	24	1,817
16	1,867	25	1,811
17	1,861	26	1,805
18	1,855	27	1,799
19	1,849	28	1,793
20	1,842	29	1,787
21	1,836	30	1,781
22	1,830		

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^a_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^a_{CO_2} = (CO_2)^a \cdot 0{,}2729.$$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Содержание диоксида углерода карбонатов определяют параллельно в двух навесках аналитической пробы испытуемого топлива.

За результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

2.5. Точность метода — по п. 1.8.

2.6. Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает допускаемое, производят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих определений, за результат принимают среднеарифметическое результатов трех определений.

2.7. Пересчет данных на другие состояния топлива — по ГОСТ 27313.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

1. ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ И ЗАПОЛНЕНИЯ U-ОБРАЗНЫХ ТРУБОК ПОГЛОТИТЕЛЯМИ

1.1. Заполнение U-образных трубок натронной известью, аскаритом или натронным асбестом

U-образные трубки предварительно промывают и на их соединительные отростки надевают резиновые трубки со вставленными в них стеклянными палочками. Внутри U-образных трубок перед соединительными отростками помещают небольшой слой ваты. После этого U-образные трубки заполняют не слишком плотно на $^2/_3$ их объема аскаритом или натронной известью, смешанной с индикатором щелочным голубым (на 100 г извести берут 0,25 г индикатора), а остальную часть трубок — хлористым кальцием или ангидроном. Между аскаритом или натронной известью и хлористым кальцием или ангидроном помещают слой ваты. Затем концы U-образных трубок закрывают слоем ваты и стеклянными пришлифованными или резиновыми пробками.

1.2. Заполнение U-образных трубок хлористым кальцием и ангидроном

Подготовку трубок, наполнение их хлористым кальцием или ангидроном производят, как указано в п. 1.1.

Для нейтрализации возможной щелочности хлористого кальция и ангидрона через трубки, наполненные указанными реактивами, пропускают в течение 3 ч сухой диоксид углерода. Закрывают соединительные отростки и оставляют трубки наполненными диоксидом углерода в течение суток. Затем через трубки в течение 6 ч пропускают сухой воздух.

1.3. Заполнение U-образных трубок пемзой, пропитанной насыщенным раствором сернокислой меди или фосфатом меди

Подготовку трубок, наполнение их пемзой производят, как указано в п. 1.1.

Пемзу измельчают до размера зерен 1,5 мм. Отсеивают класс размером 0—0,6 мм, а класс с размером зерен 0,6 и 1,5 мм кипятят в растворе соляной кислоты (1:1) для удаления щелочных соединений и промывают водой до отрицательной реакции на ионы хлора. После этого пемзу прокаливают в муфеле 1—1,5 ч при температуре от 700 до 800 °С. Прокаленную пемзу помещают в фарфоровый тигель или чашку, заливают насыщенным раствором сернокислой меди, нагревают до кипения и при постоянном перемешивании раствор осторожно выпаривают досуха, пемзу просушивают при температуре 150—160 °С в течение 2 ч и помещают в эксикатор.

Подготовку трубки *6* производят, как указано в п. 1.1. Заполняют трубку до половины обеих ветвей пемзой, насыщенной безводной сернокислой медью или гранулированной фосфорнокислой медью. Остальную часть заполняют ангидроном или хлористым кальцием.

Аппараты помещают в гнезда специальной коробки или подвешивают на планке, укрепленной на штативе.

1.4. Хранение U-образных трубок с поглотителями

U-образные трубки хранят до проведения опыта закрытыми пришлифованными стеклянными или резиновыми пробками или резиновой трубкой со стеклянными палочками (шариками).

О необходимости замены натронной извести и аскарита судят по изменению их цвета: коричневый цвет аскарита по мере отработки переходит в белый, натронная известь окрашивается в голубой цвет.

Ангидрон и хлористый кальций заменяют при их оплавлении.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Информационное

РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ФОРМУЛАХ НАСТОЯЩЕГО СТАНДАРТА

1. Общий

В настоящем стандарте 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.

Элемент	Символ	Относительная атомная масса
Водород	H	1,008
Углерод	C	12,011
Кислород	O	15,999
Натрий	Na	22,990
Кальций	Ca	40,078

2. Контрольное испытание

Теоретическую массу диоксида углерода m_{CO_2}, выделяющегося из навески карбоната натрия, равной m_{Na}, при проведении контрольного испытания вычисляют по формуле

$$m_{CO_2} = \frac{[CO_2]}{[Na_2CO_3]} m_{Na} = \frac{44,009}{105,998} m_{Na} = 0,4152 m_{Na}.$$

Теоретическую массу диоксида углерода m_{CO_2}, выделяющегося из навески карбоната кальция, равной m_{Ca}, при проведении контрольного испытания вычисляют по формуле

$$m_{CO_2} = \frac{[CO_2]}{[Ca_2CO_3]} m_{Ca} = \frac{44,009}{100,086} m_{Ca} = 0,4397 m_{Ca}.$$

3. Испытание пробы

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^{a}_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^{a}_{CO_2} = \frac{[C]\, m_2\, 100}{[CO_2]\, m_1} = \frac{27,29\, m_2}{m_1},$$

где m_1 — масса навески пробы, г;

m_2 — увеличение массы поглотительной трубки при проведении испытания, г.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 179 «Уголь и продукты его обогащения»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2149

Раздел «Гравиметрический метод» настоящего стандарта подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 925—80 «Твердое минеральное топливо. Определение содержания двуокиси углерода карбонатов» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 по переписке от 01.07.2002)

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13455—76

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	1.3.8
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 4204—77	1.3.7, 2.1
ГОСТ 4530—76	1.3.8
ГОСТ 5496—78	2.1
ГОСТ 6709—72	1.3, 2.1
ГОСТ 7338—90	2.1
ГОСТ 7995—80	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 10742—71	1.5
ГОСТ 25336—82	1.4.3
ГОСТ 27313—95	2.7
ГОСТ 27314—91	1.5

5. ИЗДАНИЕ (октябрь 2003 г.) с Изменением № 1, принятым в ноябре 2002 г. (ИУС 2—2003)

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.11.2003. Подписано в печать 08.12.2003. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95. Тираж 180 экз. С 12866. Зак. 1034.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://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

Изменение № 1 ГОСТ 13455—91 Топливо твердое минеральное. Методы определения диоксида углерода карбонатов

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 по переписке от 01.07.2002)

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: **(ИСО 925—80)** на **(ИСО 925—97)**.

Пункт 1.3. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Реактивы должны быть квалификации ч. д. а. Для анализа следует использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709 без диоксида углерода».

Пункт 1.3.2 изложить в новой редакции; дополнить подпунктами — 1.3.2.1—1.3.2.3:

«1.3.2. Поглотители сульфида водорода

1.3.2.1. Фосфат меди (II), гранулированный с размером частиц 0,7—1,2 мм

Гранулированный фосфат меди (II) готовят следующим образом. Смешивают порошкообразный фосфат меди (II) с 1%-ным раствором крахмала до состояния густой пасты. Продавливают пасту через перфорированный лист металла с отверстиями диаметром 1 мм. Высушивают при температуре 110 °С. Просеивают материал для отделения частиц требуемого размера.

1.3.2.2. Сульфат меди (II) на пористой основе — гранулах пемзы

Поглотитель на основе сульфата меди (II) готовят следующим образом.

Измельчают пемзу и отделяют частицы размером от 0,7 до 2,8 мм. 60 г пемзы с указанным размером частиц помещают в выпарительную чашку, наливают насыщенный раствор сульфата меди (II) так, чтобы частицы пемзы были целиком погружены в раствор. Содержимое выпаривают досуха при постоянном перемешивании, а затем выдерживают при тем-

(Продолжение см. с. 23)

пературе от 150 до 160 °С в течение 3—4 ч. Далее поглотитель охлаждают в эксикаторе и хранят в стеклянной посуде со стеклянной крышкой.

1.3.2.3. Сульфат серебра, гранулированный».

Пункт 1.3.3. Первый абзац. Заменить слова: «Перхлорат магния сухой» на «Перхлорат магния, ангидрон,»;

последний абзац исключить.

Пункты 1.3.4, 1.3.5 изложить в новой редакции:

«1.3.4. Гидроксид натрия на инертной основе, аскарит, с размером частиц 1,2—1,7 мм.

1.3.5. Смачивающий реагент, пригодный для использования в растворе кислоты, например, раствор этанола (96 % об.) концентрацией 100 $см^3/дм^3$».

Пункт 1.3.6 исключить.

Пункт 1.3.7 изложить в новой редакции:

«1.3.7. Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 $г/см^3$».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3.8:

«1.3.8. Реактивы для контрольного испытания

Для проведения контрольного испытания могут быть использованы безводный натрий углекислый по ГОСТ 83 или безводный кальций углекислый по ГОСТ 4530».

Пункт 1.4. Первый абзац исключить;

дополнить абзацем:

«При сборке установки все соединения выполняют встык «стекло к стеклу» при помощи толстостенной эластичной резиновой трубки. Боковые отводы сосудов очистительной и поглотительной систем должны иметь одинаковый наружный диаметр»;

чертеж 1. Подрисуночная подпись. Заменить слова: «с натронным асбестом» на «с аскаритом» (позиции 2 и 7); «с фосфорнокислой медью» на «с поглотителем сульфида водорода» (позиция 6).

Пункт 1.4.1. Заменить слова: «натронным асбестом» на «аскаритом»;

дополнить абзацем:

«Допускается исключить из поглотительной цепи барботер с серной кислотой».

Пункт 1.4.2. Заменить слово: «Плоскодонная» на «Круглодонная»;

дополнить абзацем:

«Между U-образными трубками *6* и *7* должен быть помещен кран, перекрывающий систему».

Пункт 1.4.3. Третий абзац. Заменить слова: «гранулированным фосфатом меди *6* для поглощения сероводорода» на «поглотителем сульфида водорода»;

(Продолжение см. с. 24)

четвертый абзац. Заменить слова: «натронным асбестом» на «аскаритом» (2 раза);

дополнить абзацами:

«В качестве трубки для поглощения CO_2 *7* обычно применяют стеклянную трубку типа ТХ-U-3—150 с кранами по ГОСТ 25336. Допускается использовать трубку ТХ-U-2—150 без кранов по ГОСТ 25336.

Для уверенности в полноте поглощения диоксида углерода допускается использовать две последовательно расположенные поглотительные трубки, наполненные аскаритом».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.4.5, 1.4.6:

«1.4.5. Насос для продувания установки воздухом со скоростью 50 $см^3$/мин. Насос присоединяют через измеритель потока к тройнику, один отвод которого снабжен запорным краном.

1.4.6. Нагреватель реакционной колбы подходящей формы электрический или газовая горелка».

Пункт 1.5 изложить в новой редакции:

«1.5. П р и г о т о в л е н и е п р о б ы

Аналитическую пробу топлива приготавливают по ГОСТ 10742.

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее выдерживают на воздухе в тонком слое минимальное время, необходимое для достижения приблизительного равновесия между влагой пробы и влажностью атмосферы в лаборатории.

Перед проведением испытания пробу тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин, желательно механическим способом.

Одновременно проводят определение аналитической влаги по ГОСТ 27314».

Пункт 1.6. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Удаляют пробку и смывают попавшие на нее частицы пробы в колбу. Собирают установку как показано на черт. 1, держа кран на выходе воздуха из установки закрытым, и с помощью насоса (п. 1.4.5) пропускают через нее воздух со скоростью 50 $см^3$/мин в течение 10 мин.

Прекращают продувку воздухом, закрывают кран между трубками *6* и *7* (п. 1.4.2), а также краны на обоих концах поглотительной трубки *7* и отсоединяют поглотительную трубку *7*. Если в качестве поглотительной используют U-образную трубку без кранов (п. 1.4.3), то на концы соединительных отростков трубки *7* надевают отрезки резиновых шлангов, закрытых с одной стороны оплавленными стеклянными палочками; перед взвешиванием отрезки шлангов снимают. Вытирают поглотительную трубку чистой сухой тканью, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Вновь присоединяют поглотительную трубку к прибору, открывают

(Продолжение см. с. 25)

краны на обоих концах поглотительной трубки и пропускают воздух, как прежде. Наливают в воронку 25 $см^3$ соляной кислоты (п. 1.3.1), соединяют систему с атмосферой, открывая кран на выходе воздуха из установки, дают стечь кислоте в реакционную колбу, снова закрывают кран на выходе воздуха из установки и продолжают продувать ее со скоростью около 50 $см^3$/мин. Поднимают температуру жидкости в реакционной колбе с такой скоростью, чтобы она закипела через 15 мин. Продолжают кипячение в течение 30 мин; интенсивность кипения регулируют таким образом, чтобы пары полностью конденсировались в холодильнике. Прекращают продувку воздухом, отсоединяют поглотительную трубку, охлаждают и взвешивают, как прежде»;

примечание дополнить словами: «но не менее, чем до 0,5 г».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.6а (после п. 1.6):

«1.6а. К о н т р о л ь н о е и с п ы т а н и е

Для проверки герметичности установки и чистоты реактивов проводят контрольное испытание, как описано в п. 1.6, используя вместо навески пробы приблизительно 60 мг реактива для контрольного испытания (п. 1.3.8), взвешенного с точностью до 0,1 мг.

Рассчитывают теоретическую массу диоксида углерода (приложение 2, п. 2), который должен выделиться при разложении взятой навески реактива, и сравнивают ее с массой, полученной при проведении контрольного испытания. Результаты проверки считают удовлетворительными, если экспериментальная величина отличается от теоретической не более чем на 10 % отн. В противном случае тщательно проверяют аппаратуру для устранения возможных утечек и (или) заменяют реактивы. Контрольное испытание повторяют до тех пор, пока не будут получены удовлетворительные результаты.

Контрольные испытания проводят после сборки новой установки, после замены частей установки или реактивов, а также перед проведением определений».

Пункт 1.7 изложить в новой редакции:

«1.7. О б р а б о т к а р е з у л ь т а т о в

Результат может быть выражен в виде массовой доли диоксида углерода карбонатов и в виде массовой доли углерода карбонатов.

Массовую долю диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе CO_2^a, в процентах, вычисляют по формуле

$$CO_2^a = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1},$$

(Продолжение см. с. 26)

где m_2 — увеличение массы поглотительной трубки, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^{a}_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^{a}_{CO_2} = \frac{m_2 \cdot 0{,}2729 \cdot 100}{m_1},$$

где 0,2729 — коэффициент пересчета массы CO_2 на С (приложение 2, п. 3).

Результат, равный среднему арифметическому результатов параллельных определений, записывают с точностью до 0,01 %».

Пункт 1.8.1. Заменить слова: «Повторяемость» на «Сходимость»; «в табл. 1» на «в табл. 1 и 1а»;

таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Массовая доля диоксида углерода	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 1 % 1 % и более	0,05 % абс. 5 % отн.	0,10 % абс. 10 % отн.

пункт дополнить таблицей — 1а:

Таблица 1а

Массовая доля углерода карбонатов	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,4 % 0,4 % и более	0,02 % абс. 5 % отн.	0,04 % абс. 10 % отн.

Пункт 1.8.2. Заменить слова: «в табл. 1» на «в табл. 1 и 1а».

Пункт 2.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«фарфоровый тигель высокой формы № 3 по ГОСТ 9147»;

(Продолжение см. с. 27)

дополнить абзацем (после третьего):

«спиральный прибор»;

дополнить примечанием:

«Примечание. Взамен спирального прибора с серной кислотой для поглощения влаги допускается использовать U-образную трубку с ангидроном (п. 1.3.3.). Взамен U-образной трубки с поглотителем сульфида водорода допускается добавлять сернокислую медь непосредственно в реакционную склянку к навеске».

Пункт 2.2.5 дополнить абзацем:

«Допускается не заполнять рубашку водой. Воздушная рубашка является достаточной для поддержания постоянной температуры во время испытания».

Пункт 2.3.1 дополнить примечанием:

«Примечание. Если в установке отсутствует U-образная трубка, наполненная пемзой с сернокислой медью, к навеске для поглощения сульфида водорода добавляют 1 г сернокислой меди».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.3.7:

«2.3.7. Для проверки герметичности установки и правильности получаемых результатов проводят контрольное испытание по пп. 2.3.1 — 2.3.6, используя вместо навески пробы реактив для контрольного испытания (п. 1.6а)».

Пункт 2.4.1. Таблица 2. Заменить обозначение: $(CO_2)^a_м$ на $(CO_2)^a$;

дополнить абзацем:

«Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^a_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^a_{CO_2} = (CO_2)^a \cdot 0{,}2729 \text{ ».}$$

Стандарт дополнить приложением — 2:

«ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Информационное

Расчет коэффициентов, используемых в формулах настоящего стандарта

1. Общий

В настоящем стандарте 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.

(Продолжение см. с. 28)

Элемент	Символ	Относительная атомная масса
Водород	H	1,008
Углерод	C	12,011
Кислород	O	15,999
Натрий	Na	22,990
Кальций	Ca	40,078

2. Контрольное испытание

Теоретическую массу диоксида углерода m_{CO_2}, выделяющегося из навески карбоната натрия, равной m_{Na}, при проведении контрольного испытания, вычисляют по формуле

$$m_{CO_2} = \frac{[CO_2]}{[Na_2CO_3]} m_{Na} = \frac{44,009}{105,998} m_{Na} = 0,4152\ m_{Na}.$$

Теоретическую массу диоксида углерода m_{CO_2}, выделяющегося из навески карбоната кальция, равной m_{Ca}, при проведении контрольного испытания, вычисляют по формуле

$$m_{CO_2} = \frac{[CO_2]}{[CaCO_3]} m_{Ca} = \frac{44,009}{100,086} m_{Ca} = 0,4397\ m_{Ca}.$$

3. Испытание пробы

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе $C^{a}_{CO_2}$, в процентах, вычисляют по формуле

$$C^{a}_{CO_2} = \frac{[C]\ m_2\ 100}{[CO_2]\ m_1} = \frac{27,29\ m_2}{m_1},$$

где m_1 — масса навески пробы, г;

m_2 — увеличение массы поглотительной трубки при проведении испытания, г».

(ИУС № 2 2003 г.)

gost.e-ecolog.ru