ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59013— 2020

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания хлора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Топливо твердое минеральное»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 сентября 2020 г. № 618-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Аппаратура и материалы . . . 2
6 Реактивы . . . 3
7 Подготовка пробы . . . 3
8 Подготовка к проведению испытания . . . 4
9 Проведение испытания . . . 5
10 Обработка результатов . . . 7
11 Прецизионность метода . . . 8
12 Контроль качества результатов измерений . . . 8
Библиография . . . 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания хлора

Solid mineral fuel. Determination of chlorine content

Дата введения — 2020—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лигниты, торф, бурые и каменные угли, антрациты, кокс, топливные брикеты, отходы добычи и обогащения углей, а также твердые остатки сжигания углей и материалы на их основе (далее — топливо, твердое минеральное топливо) и устанавливает метод определения массовой доли хлора в топливе в диапазоне от 0,01 % до 2 % сжиганием навески топлива со смесью Эшка, экстрагированием образовавшихся хлоридов раствором азотной кислоты с последующим титрованием полученного раствора по Фольгарду.

Предлагаемый метод является арбитражным по отношению к методам определения массовой доли хлора в твердом минеральном топливе по ГОСТ 9326, ГОСТ 29087 и ГОСТ 33502 в указанном диапазоне массовой доли хлора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9326 (ИСО 587—97) Топливо твердое минеральное. Методы определения хлора

ГОСТ 9815 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

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

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

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

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 27589 (ИСО 687—74) Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ 29087 (ИСО 352—81) Топливо твердое минеральное. Метод определения хлора сжиганием при высокой температуре

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 33502 Топливо твердое минеральное. Определение содержания общего хлора сжиганием в калориметрической бомбе с последующим определением в растворе с помощью ион-селективного электрода

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

ГОСТ 33654 Угли бурые, каменные и антрацит. Общие требования к методам анализа

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

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 54332 Торф. Методы отбора проб

ГОСТ Р 57011 Отходы добычи и обогащения углей. Классификация

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 13909-6 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 6. Кокс. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ Р ИСО 18283 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070 и ГОСТ Р 57011.

4 Сущность метода

Метод основан на сжигании навески топлива со смесью Эшка в окислительной среде до полного удаления сгораемых веществ и связывания выделившегося хлора в хлориды щелочных металлов. Хлориды экстрагируют раствором азотной кислоты и осаждают известным количеством азотнокислого серебра, взятого в избытке. Количество непрореагировавшего с хлором избытка азотнокислого серебра определяют титрованием раствором роданистого калия в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора — метод обратного титрования по Фольгарду.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Весы неавтоматического действия I класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления шкалы 0,1 мг.

5.2 Шкаф сушильный с электронагревом, терморегулятором и регулируемой вентиляцией, с максимальной температурой нагрева 350 °С, обеспечивающий устойчивость температур нагрева в диапазоне от 105 °С до 210 °С.

5.3 Печь муфельная с вентиляцией, обеспечивающей воздухообмен в камере, достаточный для окисления топлива, электрообогревом, терморегулятором, с максимальной температурой нагрева 900 °С, поддерживающая устойчивую температуру нагрева (675 ± 25) °С.

5.4 Пластина толщиной 6 мм из кварца или другого огнеупорного материала, свободно помещающаяся в муфельной печи.

5.5 Электронагреватель с закрытой спиралью.

5.6 Баня водяная.

5.7 Тигли фарфоровые № 4 низкие с крышками по ГОСТ 9147.

5.8 Цилиндры стеклянные 1—5—2, 1—10—2, 1—20—2, 1—25—2 по ГОСТ 1770 или из полипропилена, имеющие аналогичные параметры.

5.9 Колбы мерные 2—100—2, 2—200—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—200—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

5.10 Колбы конические Кн-2—250—40 ТХС по ГОСТ 25336.

5.11 Стаканы В-1—250 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.12 Пипетки с одной меткой 2—2—10, 2—2—20 по ГОСТ 29169.

5.13 Бюретки вместимостью 25, 50 $см^3$ по ГОСТ 29252.

5.14 Капельницы 2—50 ХС или 1—50 ХС по ГОСТ 25336.

5.15 Воронка В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

5.16 Эксикаторы исполнения 1 по ГОСТ 25336 с осушающим веществом.

5.17 Штативы для пипеток горизонтальные из полипропилена.

5.18 Промывалки из полипропилена или полиэтилена.

5.19 Бумага фильтровальная ФБ—II и ФС—I по ГОСТ 12026.

5.20 Банки и контейнеры из полипропилена с плотно закрывающимися крышками различной вместимости.

5.21 Банки из темного стекла вместимостью 250, 500, 1000 $см^3$ с притертыми пробками.

5.22 Сито с сеткой № 02 по ГОСТ 6613.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены, испытательное оборудование — аттестовано.

6 Реактивы

6.1 Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные), квалификации ч. д. а. или ч. по [1].

6.2 Калий роданистый по ГОСТ 4139.

6.3 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

6.4 Кислота азотная по ГОСТ 4461.

6.5 Кислота азотная по ГОСТ 11125.

6.6 Оксид магния по ГОСТ 4526.

6.7 Натрий углекислый по ГОСТ 83.

6.8 1-Гексанол (гексиловый спирт) ч. по [2].

6.9 Вода 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

Применяемые реактивы должны быть по квалификации не ниже указанных.

Допускается применение реактивов по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортных, технические характеристики которых не хуже указанных в нормативных документах раздела 2.

7 Подготовка пробы

Отбор проб осуществляют по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ 9815, ГОСТ 23083, ГОСТ Р ИСО 18283 или ГОСТ Р 54332.

Подготовку пробы для анализа проводят по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283, ГОСТ 11303 или ГОСТ 23083. Проба должна быть измельчена до прохождения через сито с размером

отверстий 212 мкм. Допускается использовать пробу, проходящую через сито с размером отверстий 200 мкм. Измельченная 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 окружающей атмосферы.

До начала определения измельченную воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин. Одновременно с навеской пробы для определения массовой доли хлора отбирают навеску пробы для определения в ней массовой доли влаги. Определение массовой доли влаги в аналитической пробе угля, торфа, кокса проводят в соответствии с ГОСТ 33503, ГОСТ 27589 или ГОСТ 11305.

Определение влаги в пробах отходов переработки и сжигания углей, а также в материалах на их основе, измельченных до размера менее 212 (200) мкм и доведенных до воздушно-сухого состояния, проводят высушиванием навески пробы отходов в сушильном шкафу в воздушной среде при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы. Массовую долю влаги в пробе рассчитывают по потере массы навески и выражают в процентах.

Отбор и подготовку проб допускается проводить в соответствии с иными нормативными и (или) техническими документами, действующими на предприятии.

8 Подготовка к проведению испытания

8.1 Подготовка посуды

Перед использованием всю посуду тщательно моют.

Посуду из полипропилена выдерживают в растворе азотной кислоты 1:10 (см. 8.2.2) в течение 24 ч. Затем тщательно моют проточной водой и ополаскивают 2—3 раза водой по 6.9.

Вымытые и пронумерованные фарфоровые тигли (см. 5.7) прокаливают в муфельной печи при температуре не менее 700 °С в течение 2—3 ч. Остужают на воздухе 5—7 мин и помещают в эксикатор.

8.2 Приготовление реактивов для проведения испытаний

8.2.1 Приготовление смеси Эшка

Прокаленный при температуре 700 °С оксид магния (см. 6.6) смешивают с высушенным при температуре 105 °С углекислым натрием (см. 6.7) в отношении 2:1 по массе. Смесь тщательно перемешивают и хранят в герметично закрытой банке при комнатной температуре.

Смесь должна полностью проходить через сито по 5.22.

8.2.2 Раствор азотной кислоты, разбавленный в соотношении 1:10 (по объему)

В химический термостойкий стакан вместимостью 1000 $см^3$ наливают 900 $см^3$ воды (см. 6.9) и помещают стакан в водяную баню с холодной водой. Небольшими порциями медленно и осторожно, при перемешивании, приливают в воду 90 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (см. 6.4), не допуская перегрева раствора. Когда раствор остынет, его переливают в емкость из полипропилена с плотно закрывающейся крышкой.

8.2.3 Раствор индикатора

В качестве индикатора используют насыщенный раствор железоаммонийных квасцов (см. 6.1), который приготавливают в соответствии с общими указаниями ГОСТ 4919.1.

Доводят до кипения 100 $см^3$ воды (см. 6.9). В кипящей воде растворяют 125 г железоаммонийных квасцов (см. 6.1). Раствор охлаждают и фильтруют. В фильтрат по каплям добавляют концентрированную азотную кислоту (см. 6.4). Раствор постепенно светлеет, приобретая светло-бурую окраску. Добавление азотной кислоты продолжают до прекращения изменения окраски раствора.

8.2.4 Серебро азотнокислое ($AgNO_3$), раствор концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,025 моль-экв/$дм^3$

Измельченное кристаллическое азотнокислое серебро (см. 6.3) высушивают при температуре 105 °С в течение 1 ч. Затем навеску азотнокислого серебра массой (4,247 ± 0,001) г растворяют в воде (см. 6.9) и разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ (см. 5.9).

Раствор тщательно перемешивают и переливают в склянку из темного стекла с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой. Раствор годен в течение 3 мес.

8.2.5 Серебро азотнокислое ($AgNO_3$), раствор концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,01 моль-экв/$дм^3$

Измельченное кристаллическое азотнокислое серебро (см. 6.3) высушивают при температуре 105 °С в течение 1 ч. Затем навеску азотнокислого серебра массой (1,699 ± 0,001) г растворяют в воде (см. 6.9) и разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ (см. 5.9).

Раствор тщательно перемешивают и переливают в сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой. Раствор годен в течение 1 мес.

Раствор азотнокислого серебра концентрацией 0,01 моль-экв/дм^3 допускается приготовить точным разбавлением в 2,5 раза раствора по 8.2.4.

8.2.6 Калий роданистый (KCNS), раствор для титрования концентрации *c*(KCNS) = 0,025 моль-экв/дм^3

Навеску роданистого калия (см. 6.2) массой (2,430 ± 0,001) г растворяют в воде (см. 6.9) в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 (см. 5.9) до полного растворения и доводят водой до метки. Раствор тщательно перемешивают и переливают в сухую банку из полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой. Раствор годен в течение 6 мес.

8.2.7 Калий роданистый (KCNS), раствор для титрования концентрации *c*(KCNS) = 0,005 моль-экв/дм^3

Навеску роданистого калия массой (0,486 ± 0,001) г растворяют в воде (см. 6.9) в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 (см. 5.9) до полного растворения и доводят водой до метки. Раствор тщательно перемешивают и переливают в сухую банку из полипропилена с плотно завинчивающейся крышкой. Раствор годен в течение 3 мес.

Раствор роданистого калия концентрацией 0,005 моль-экв/дм^3 допускается приготовить точным разбавлением в пять раз раствора по 8.2.6.

8.2.8 Определение поправочного коэффициента к концентрации раствора роданистого калия

Точную концентрацию раствора роданистого калия (KCNS) устанавливают по раствору азотнокислого серебра в присутствии железоаммонийных квасцов в соответствии с рекомендациями ГОСТ 25794.1.

Примечание — Для установления точной концентрации раствора роданистого калия *c*(KCNS) = 0,025 моль-экв/дм^3 используют раствор азотнокислого серебра *c*($AgNO_3$) = 0,025 моль-экв/дм^3. Для установления точной концентрации раствора роданистого калия *c*(KCNS) = 0,005 моль-экв/дм^3 используют раствор азотнокислого серебра *c*($AgNO_3$) = 0,01 моль-экв/дм^3.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 (см. 5.10) помещают 25—30 см^3 воды (см. 6.9), 20 см^3 раствора азотнокислого серебра, несколько капель концентрированной азотной кислоты (см. 6.4), 8—10 капель индикатора (см. 8.2.3) и титруют из бюретки раствором роданистого калия до появления слабой розово-оранжевой окраски, не исчезающей в течение 5 с.

Величину поправочного коэффициента *K* вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_{AgNO_3} \cdot c(AgNO_3)}{V_{KCNS} \cdot c(KCNS)}, \quad (1)$$

где V_{AgNO_3} — объем раствора азотнокислого серебра, взятый для установления поправочного коэффициента, равный 20 см^3;

$c(AgNO_3)$ — концентрация раствора азотнокислого серебра, моль-экв/дм^3;

V_{KCNS} — объем раствора роданистого калия, пошедший на титрование, см^3;

$c(KCNS)$ — заданная (при приготовлении) концентрация раствора роданистого калия, моль-экв/дм^3.

Процедуру титрования выполняют три раза. За результат определения поправочного коэффициента принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений.

8.3 Подготовка оборудования

В муфельной печи устанавливают программу температурного режима таким образом, чтобы в течение часа температура в печи поднималась до (675 ± 25) °С (в этом случае нагрев должен происходить со скоростью 10 °С/мин — 11 °С/мин). Продолжительность поддержания температуры (675 ± 25) °С устанавливают равной 8 ч.

9 Проведение испытания

9.1 Сжигание навески топлива со смесью Эшка

9.1.1 Тигель (см. 5.7), подготовленный по 8.1, взвешивают на весах (см. 5.1). В тигель помещают 0,5 г смеси Эшка (см. 8.2.1).

Взвешивают в подходящем по размеру и материалу стаканчике для взвешивания навеску топлива в соответствии с таблицей 1. Записывают массу навески с точностью до 0,1 мг.

Таблица 1 — Масса навески пробы твердого топлива в зависимости от предполагаемой массовой доли хлора

Предполагаемая массовая доля хлора в твердом топливе, %	Масса навески, г
От 0,1	1
Менее 0,1	2

В стаканчик помещают 2,5 г смеси Эшка и тщательно перемешивают с навеской топлива.

Количественно переносят полученную смесь в тигель, содержащий 0,5 г смеси Эшка. Разравнивают содержимое осторожным постукиванием тигля о твердую поверхность, сверху насыпают еще 1 г смеси Эшка, разравнивая ее таким же способом.

Одновременно от одной и той же пробы топлива отбирают две навески для проведения двух параллельных испытаний.

9.1.2 При испытании угля, торфа и отходов тигли с навесками помещают в холодную муфельную печь и поднимают температуру печи до (675 ± 25) °С в течение 1 ч. Эту температуру поддерживают в течение 8 ч.

Время выдержки в муфельной печи допускается уменьшить, если сжигание конкретного вида топлива проходит полностью за более короткое время, или увеличить, если времени для сжигания недостаточно.

Затем тигли вынимают из печи, охлаждают в течение 5—7 мин на воздухе, накрывают крышками и помещают в эксикатор до проведения дальнейших операций.

Примечание — Чтобы предотвратить растрескивание фарфоровых тиглей во время охлаждения, следует поместить их на подставку из огнеупорного материала (см. 5.4).

9.1.3 При испытании кокса тигли с навесками помещают на холодную пластину (см. 5.4) и вносят на ней в муфельную печь, нагретую до температуры (675 ± 25) °С. Эту температуру поддерживают в течение 6 ч. После этого тигли вынимают из печи, охлаждают в течение 5—7 мин на воздухе, накрывают крышками и помещают в эксикатор.

9.1.4 Тигли с пробами, прошедшими сжигание по 9.1.2 или 9.1.3, могут находиться в эксикаторе до их дальнейшей обработки не более 7 сут.

9.2 Растворение содержимого тигля после сжигания

9.2.1 Содержимое тигля разрыхляют стеклянной палочкой и количественно переносят в химический термостойкий стакан (см. 5.11) вместимостью 250—300 см^3. Тигель обмывают пятью-шестью порциями горячей воды (см. 6.9), собирая промывные воды в тот же стакан. Общий объем промывных вод должен быть не более 65 см^3. Если смесь содержит несгоревшие частицы топлива, испытание прекращают и анализ повторяют, увеличив время сжигания навески со смесью Эшка.

9.2.2 В стакан небольшими порциями медленно и осторожно приливают 20 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 6.5) и накрывают его часовым стеклом до окончания процесса растворения. При необходимости содержимое перемешивают вращательным движением стакана или той же стеклянной палочкой, которой разрыхляли содержимое тигля. При этом не допускают потери раствора.

9.2.3 Фильтр (см. 5.19) помещают в воронку (см. 5.15) и промывают раствором азотной кислоты 1:10 (см. 8.2.2). Когда вся кислота стечет, воронку с промытым фильтром устанавливают в чистую сухую коническую колбу (см. 5.10) и фильтруют в нее содержимое стаканов, полученное по 9.2.2.

Фильтр с остатком золы промывают тремя-четырьмя порциями горячей воды (см. 6.9) по 5—10 см^3 каждая, присоединяя промывные воды к фильтрату.

При проведении испытания 1 г малозольного топлива (зольность менее 5 %) содержимое стакана допускается не фильтровать.

9.2.4 Содержимое конической колбы охлаждают до комнатной температуры.

9.3 Титрование по Фольгарду

Концентрацию растворов азотнокислого серебра и роданистого калия, используемых для титрования, выбирают в зависимости от предполагаемого содержания хлора в топливе.

Если ожидаемое значение массовой доли хлора в топливе составляет менее 0,02 %, то применяют раствор роданистого калия концентрации c(KCNS) = 0,005 моль-экв/дм^3 (см. 8.2.7) и раствор азотнокислого серебра концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,01 моль-экв/дм^3 (см. 8.2.5).

Если ожидаемое содержание хлора составляет более 0,02 %, то используют раствор роданистого калия концентрации c(KCNS) = 0,025 моль-экв/дм^3 (см. 8.2.6) и раствор азотнокислого серебра концентрации $c(AgNO_3)$ = 0,025 моль-экв/дм^3 (см. 8.2.4).

К растворам в колбах (см. 9.2.4) пипеткой (см. 5.12) приливают 20 см^3 раствора азотнокислого серебра (см. 8.2.4 или 8.2.5) и тщательно перемешивают.

Сразу добавляют 5 см^3 1-гексанола (см. 6.8) и энергично встряхивают раствор в течение 1 мин для коагуляции осадка.

Добавляют 8—10 капель индикатора (см. 8.2.3), перемешивают.

Избыток азотнокислого серебра ($AgNO_3$) титруют раствором роданистого калия (KCNS) (см. 8.2.6 или 8.2.7 соответственно) до появления слабой, но устойчивой розово-оранжевой окраски, не исчезающей в течение 10—15 с. Титрование проводят медленно. Под конец титрования паузы между каплями увеличивают.

9.4 Проведение холостого опыта

Одновременно с серией анализов топлива проводят холостой опыт, для чего проводят все операции по 9.1—9.3, но без навески топлива, помещая в тигель для сжигания только 4 г смеси Эшка.

Холостой опыт позволяет учесть загрязнение хлором реактивов и воздуха лаборатории. Холостой опыт повторяют при использовании новой партии хотя бы одного из реактивов или при проведении новой серии анализов.

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю хлора в аналитической пробе топлива Cl^a, %, вычисляют по формуле

$$Cl^a = \frac{\left[\left(V_1 \cdot C_1 - V_3 \cdot C_2\right) - \left(V_1 \cdot C_1 - V_2 \cdot C_2\right)\right] \cdot 35{,}45}{1000} \cdot \frac{100}{m} = \frac{\left(V_2 - V_3\right) \cdot C_2 \cdot 3{,}545}{m}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра ($AgNO_3$), добавленного в избыток при проведении испытания по 9.3 и в холостом опыте по 9.4, равный 20 см^3;

C_1 — концентрация раствора азотнокислого серебра ($AgNO_3$), моль-экв/дм^3;

V_2 — объем раствора роданистого калия (KCNS), израсходованный на титрование в холостом опыте по 9.4, см^3;

C_2 — заданная при приготовлении концентрация раствора роданистого калия (KCNS), умноженная на поправочный коэффициент, установленный по 8.2.8, моль-экв/дм^3;

V_3 — объем раствора роданистого калия (KCNS), израсходованный на титрование при проведении испытания по 9.3, см^3;

m — масса навески пробы, г;

35,45 — относительная атомная масса хлора.

10.2 Полученные значения массовой доли хлора в аналитической пробе при необходимости пересчитывают на сухое состояние топлива Cl^d, %, в соответствии с ГОСТ 27313 по формуле

$$Cl^d = \frac{Cl^a \cdot 100}{100 - W^a}, \quad (3)$$

где W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе, %.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений при условии, что расхождение между этими результатами не превышает пределов повторяемости r, приведенных в таблице 2.

При превышении пределов повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата испытаний по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (см. подраздел 5.2).

10.3 Результат испытания вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

11 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

11.1 Предел повторяемости

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в пределах короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предела повторяемости *r*, указанного в таблице 2.

11.2 Предел воспроизводимости

Расхождение двух результатов, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, полученных в двух разных лабораториях на дубликатах одной и той же аналитической пробы, пересчитанных на сухое состояние топлива, не должно превышать предела воспроизводимости *R*, указанного в таблице 2.

Таблица 2 — Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения массовой доли хлора в топливе при доверительной вероятности *P* = 95 %

Диапазон массовой доли хлора в топливе, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, рассчитанными	
	на аналитическое состояние топлива	на сухое состояние топлива
	Предел повторяемости *r*	Предел воспроизводимости *R*
От 0,010 до 0,100 включ.	0,007 % абс.	0,014 % абс.
От 0,101 до 2,000 включ.	7 % отн.	14 % отн.

12 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов анализа проводят в соответствии с указаниями ГОСТ Р ИСО 5725-6 и ГОСТ 33654.

При отсутствии стандартных образцов (СО) или их ограниченного количества в качестве средств контроля могут быть использованы рабочие пробы стабильного состава или стандартный образец предприятия (СОП). Оперативный контроль рекомендуется проводить методом варьирования навесок по ГОСТ 33654 и [3].

Библиография

[1] ТУ 6-09-5359-88 Аммоний железо (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные) чистый для анализа, чистый

[2] ТУ 6-09-3499-87 1-Гексанол (гексиловый спирт) чистый

[3] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 662.62:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, хлор, метод испытания

БЗ 10—2020/41

Редактор *Е.В. Зубарева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 04.09.2020. Подписано в печать 02.10.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.

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 gost.e-ecolog.ru

ОКС 75.160.10

Изменение № 1 ГОСТ Р 59013—2020 Топливо твердое минеральное. Определение содержания хлора

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 06.03.2026 № 200-ст

Дата введения — 2026—08—01

Раздел 2. Заменить ссылки:

«ГОСТ 9815» на «ГОСТ Р 59252»;

«ГОСТ 10742» на «ГОСТ Р 59248»;

«ГОСТ 27589 (ИСО 687—74)» на «ГОСТ 27589 (ISO 687:2010)»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ ISO 13909-4 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ Р ИСО 13909-5 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 5. Кокс. Отбор проб из движущихся потоков».

Раздел 7. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Отбор проб осуществляют по ГОСТ 23083, ГОСТ ISO 13909-4, ГОСТ Р 54332, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р ИСО 13909-5, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283»;

второй абзац. Заменить ссылки: «по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283, ГОСТ 11303 или ГОСТ 23083» на «по ГОСТ 11303, ГОСТ 23083, ГОСТ ISO 13909-4, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283».

Пункт 8.2.1 дополнить примечанием:

«Примечание — Допускается использование готового товарного реактива «смесь Эшка», если при его применении будут достигаться показатели прецизионности результатов определений, установленные в разделе 11, и удовлетворительные результаты контроля качества результатов измерений, проведенного в соответствии с разделом 12».

(ИУС № 6 2026 г.)

gost.e-ecolog.ru