ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59161— 2020

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Метод определения фосфора

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 10 ноября 2020 г. № 1037-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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Метод определения фосфора

Solid mineral fuels. Method for determination of phosphorus

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лигнит, бурые и каменные угли, антрацит, кокс, брикеты, а также твердые остатки сжигания углей и материалы на их основе (далее — топливо, твердое минеральное топливо) и устанавливает фотоколориметрический метод определения фосфора в золе, полученной после их сжигания.

Диапазон определения массовой доли фосфора в твердом минеральном топливе от 0,01 % до 0,15 %.

Настоящий стандарт рекомендуется применять при возникновении разногласий в содержании фосфора в топливе, определенном другими методами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 5841 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 11014 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренные методы определения влаги

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

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

ГОСТ Р 55661 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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.

4 Сущность метода

Метод основан на озолении навески топлива, обработке золы смесью серной и азотной кислот, отделении кремнезема фильтрованием и определении в фильтрате массовой доли фосфора путем измерения оптической плотности полученного синего молибденовофосфорного раствора.

5 Аппаратура

5.1 Сушильный шкаф с электронагревом, терморегулятором и регулируемой вентиляцией, обеспечивающий устойчивые температуры нагрева во всем диапазоне применяемых температур.

5.2 Муфельная печь по ГОСТ Р 55661.

5.3 Весы ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления 0,1 мг.

5.4 Фотоколориметр или спектрофотометр.

5.5 Тигли фарфоровые № 4 низкие с крышками или фарфоровые лодочки Л3 3 по ГОСТ 9147.

5.6 Стаканы В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.7 Цилиндры 1-100-1 по ГОСТ 1770 стеклянные или аналогичные из полипропилена.

5.8 Пипетки 1-2-1-5, 1-2-1-10 по ГОСТ 29227.

5.9 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 1-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 или 2а-50-2, 2а-100-2, 2а-250-2, 2а-500-2, 2а-1000-2 по ГОСТ 1770.

5.10 Бюретки 1-2-10-0,05 и 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

5.11 Воронка В-56-80 ХС и В-75-110 по ГОСТ 25336.

5.12 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

5.13 Колба с тубусом для фильтрования в вакууме 1-1000 по ГОСТ 25336.

5.14 Банки и контейнеры из полипропилена с плотно закрывающимися крышками различного объема.

5.15 Бумага фильтровальная плотная марок ФМ и ФБ по ГОСТ 12026 или фильтры типов «синяя лента» и «белая лента».

5.16 Баня водяная.

5.17 Электронагреватель с закрытой спиралью и регулируемым нагревом.

5.18 Промывалки из полипропилена или полиэтилена.

5.19 Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

5.20 Эксикаторы исполнения 1 по ГОСТ 25336.

5.21 Штативы для пипеток горизонтальные из полипропилена.

5.22 Ареометры по ГОСТ 18481.

Примечание — Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6 Реактивы

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

6.2 Молибдат аммония по ГОСТ 3765.

6.3 Сульфат гидразина по ГОСТ 5841, ч.д.а.

6.4 Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83 г/см^3.

6.5 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

6.6 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328.

6.7 Фенолфталеин (см. [1]).

6.8 Калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат калия) по ГОСТ 4198.

6.9 Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

6.10 Спирт этиловый по ГОСТ Р 55878.

6.11 Метиловый оранжевый (см. [2]).

Все применяемые реактивы должны иметь квалификацию «х.ч.» или «ч.д.а.».

Примечание — Допускается применение других реактивов, по качеству не ниже указанных.

7 Отбор проб топлива

Отбор и подготовку проб для лабораторных испытаний угля проводят по ГОСТ 10742, кокса — по ГОСТ 23083. Отбор и подготовку проб допускается проводить в соответствии с иными нормативными и (или) техническими документами, действующими на предприятии.

8 Подготовка к анализу

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Серная кислота концентрацией 6 моль-экв/дм^3

Раствор серной кислоты концентрацией 6 моль-экв/дм^3 готовят следующим образом. В стакан из термически и химически стойкого стекла вместимостью 1000 см^3 (5.6) приливают 600—700 см^3 воды (6.1) и помещают в водяную баню (5.16) с холодной водой. Маленькими порциями медленно и осторожно при перемешивании, не допуская перегрева раствора, приливают в воду 172 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 г/см^3 (6.4).

Примечание — Если концентрированная серная кислота имеет плотность, отличную от 1,83 г/см^3, объем кислоты, необходимый для приготовления раствора концентрации 6 моль-экв/дм^3, пересчитывают по формуле (А.1), приложение А.

Когда раствор остынет, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 (5.9) и доливают до метки водой, тщательно перемешивают. Раствор переливают в емкость из полипропилена с плотно закрывающейся крышкой (5.14).

Концентрацию раствора проверяют титрованием раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора метилового оранжевого (6.11) по ГОСТ 25794.1.

8.1.2 Водный раствор сульфата гидразина массовой концентрацией 0,001 г/см^3

0,10 г сульфата гидразина (6.3) взвешивают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (5.9). Растворяют в воде (6.1) и доводят водой до метки. Тщательно перемешивают. Раствор переливают в непрозрачную полимерную тару и хранят в темноте. Раствор годен не более месяца со дня приготовления.

8.1.3 Смесь концентрированных азотной и серной кислот в соотношении 1:2 (по объему)

Смесь кислот готовят при постоянном перемешивании и охлаждении сосуда в водяной бане с холодной водой (5.16). Серную кислоту (6.4) приливают к азотной (6.5).

8.1.4 Водный раствор молибдата аммония концентрацией 0,01 г/см^3

Перед приготовлением раствора проводят перекристаллизацию молибдата аммония следующим образом: 200 г молибдата аммония (6.2) при нагревании растворяют в 300 см^3 воды (6.1). Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр (5.15) на воронке В-75-110 (5.11), к фильтрату добавляют 1/3 по объему этилового спирта (6.10). Раствор охлаждают. Выпавший мелкокристаллический осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера (5.12) в колбе (5.13) под вакуумом (5.19). Осадок трижды промывают небольшими порциями спирта под вакуумом, затем высушивают между листами фильтровальной бумаги на воздухе. Полученный реактив помещают в сухую полимерную тару с плотно закрывающейся крышкой (5.14). Тару помещают в эксикатор (5.20). Перекристаллизованный реактив годен к употреблению не более 3 мес.

Из перекристаллизованного молибдата аммония готовят раствор концентрацией 0,01 г/см^3, для чего 1 г вещества количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (5.9), приливают воду для растворения вещества и доводят раствор водой до метки. Тщательно перемешивают и переливают в непрозрачную полимерную тару с плотно завинчивающейся крышкой. Хранят в темном месте. Раствор годен не более двух недель. В зависимости от предполагаемой потребности можно приготовить большее количество раствора.

8.1.5 Натрия гидроксид, раствор молярной концентрацией 5 моль-экв/дм^3

В химическом стакане вместимостью 250 см^3 (5.6) растворяют 50 г натрия гидроксида (6.6) примерно в 200 см^3 предварительно прокипяченной и охлажденной воды (6.1). Охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 (5.9) и доводят водой до метки. Тщательно перемешивают. Раствор хранят в полипропиленовой емкости (5.14).

8.1.6 Фенолфталеин (индикатор) (6.7) спиртовой (6.10), раствор концентрацией 0,005 г/см^3

Раствор готовят по ГОСТ 4919.1.

8.1.7 Аммоний сернокислый, раствор массовой концентрацией 0,1 г/см^3

Готовят растворением 50 г аммония сернокислого (6.9) в 300—400 см^3 воды (6.1) в мерной колбе вместимостью 500 см^3 (5.9). Доводят раствор водой до метки.

8.1.8 Стандартный раствор с содержанием фосфора 0,00004 г/см^3

Перед приготовлением стандартного раствора дигидрофосфат калия (6.8) перекристаллизовывают. Для этого от 70 до 80 г дигидрофосфата калия растворяют в 100 см^3 горячей воды (6.1) при температуре от 80 °С до 85 °С. В воронку (5.11) помещают складчатый бумажный фильтр «белая лента» или ФБ (5.15), предварительно промытый 70 см^3 горячей воды (6.1), и фильтруют горячий раствор дигидрофосфата калия. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 250 см^3 (5.6), затем охлаждают в холодной воде с температурой не выше 5 °С. Выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом через воронку (5.12) с фильтром ФМ (5.15), промывают 20 см^3 холодной воды (6.1) и как можно полнее отсасывают воду. При необходимости перекристаллизацию повторяют. Отфильтрованные кристаллы сушат в сушильном шкафу (5.1) при температуре 120 °С до постоянной массы. Хранят перекристаллизованный дигидрофосфат калия в плотно закрытом бюксе в течение 3 мес. Выход препарата приблизительно 50 г.

Стандартный рабочий раствор фосфора готовят следующим образом: с погрешностью не более 0,0002 г взвешивают 0,1756 г перекристаллизованного и высушенного дигидрофосфата калия, растворяют навеску в воде (6.1) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 (5.9), доводят объем водой до метки, тщательно перемешивают.

8.2 Построение градуировочного графика

8.2.1 Для построения градуировочного графика в десять мерных колб (5.9), вместимостью 100 см^3 каждая, помещают стандартный раствор (8.1.8) в количествах, указанных в таблице 1, доводят водой (6.1) до метки и перемешивают. Массовая доля фосфора (%) в полученных растворах условно относится к 1 г топлива.

Таблица 1

Номер раствора	Количество стандартного рабочего раствора с содержанием фосфора 0,00004 г/см^3, помещенного в колбу, см^3	Массовая доля фосфора в растворах, условно отнесенная к 1 г топлива, %
I	0	0
II	1	0,004
III	2	0,008
IV	3	0,012
V	5	0,020
VI	7	0,028
VII	10	0,040
VIII	12	0,048
IX	15	0,060
X	20	0,080

8.2.2 Из мерных колб (8.2.1) отбирают пипеткой (5.8) по 10 см^3 растворов № I—X таблицы 1 и переносят соответственно в десять мерных колб (5.9) вместимостью по 50 см^3.

8.2.3 В каждую колбу вместимостью 50 см^3 из бюреток (5.10) или пипетками (5.8) добавляют:

- по 6 см^3 раствора серной кислоты (8.1.1) для создания необходимой кислотности;
- по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония (8.1.4);
- разбавляют содержимое колб водой (6.1) примерно до 35 см^3, тщательно перемешивают;
- далее добавляют по 5 см^3 раствора сернокислого гидразина (8.1.2) и вновь перемешивают.

8.2.4 Колбы с растворами помещают в баню (5.16) с кипящей водой, следя за тем, чтобы уровень воды в бане был выше уровня раствора в колбах. После того, как вода в бане вновь закипит, в ней выдерживают колбы с растворами 6 мин. Затем колбы вынимают, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. Получают ряд градуировочных растворов № 1—10.

8.2.5 При определении оптической плотности градуировочных растворов в качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор № 1, проведенный через все процедуры 8.2.1—8.2.4, но не содержащий дигидрофосфата калия.

8.2.6 Оптическую плотность градуировочных растворов 2—10 относительно градуировочного раствора 1 измеряют на фотоколориметре (5.4) с красным светофильтром (700 нм) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10—30 мм.

8.2.7 По полученным девяти результатам измерения оптической плотности градуировочных растворов № 2—10 строят градуировочный график, отмечая на оси абсцисс массовую долю фосфора в процентах, а на оси ординат соответствующие им значения оптической плотности. По графику можно рассчитать уравнение зависимости массовой доли фосфора от оптической плотности растворов и пользоваться этим уравнением.

8.2.8 Если в качестве прибора для определения оптической плотности растворов используют не фотоколориметр, а спектрофотометр, предпочтительно в качестве раствора сравнения использовать воду по 6.1. В этом случае относительно воды измеряют оптические плотности всех растворов для градуировки, включая раствор № 1, не содержащий стандартного раствора «Р».

Градуировочный график строят аналогично графику 8.2.7, но для градуировочных растворов № 1—10.

8.2.9 Для определения каждой точки градуировочных графиков рассчитывают среднее значение оптической плотности из трех параллельных определений.

8.2.10 Построение градуировочного графика следует осуществлять один раз в 5 мес, а также в случае изменения реактивов или приборов.

8.3 Подготовка аналитической пробы золы

8.3.1 Из тщательно перемешанной воздушно-сухой аналитической пробы, подготовленной по разделу 7 в фарфоровые тигли или лодочки (5.5) отбирают навески массой (1 ± 0,0002) г угля или

(0,5 ± 0,0002) г кокса для определения содержания фосфора. Навески остальных видов топлива берут в зависимости от ожидаемого содержания фосфора. Навеску разравнивают по дну лодочки равномерным слоем толщиной 0,10—0,15 г на 1 $см^2$ площади при массе навески 1 г. Одновременно отбирают навески для определения аналитической влаги проб. Используют весы по 5.3.

8.3.2 Аналитическую влагу определяют для углей по ГОСТ 33503 или ГОСТ 11014, для кокса — по ГОСТ 27589.

8.3.3 Определение содержания влаги в брикетах, в пробах твердых остатков 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 в сушильном шкафу (5.1) 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.

8.3.4 Приготовленную пробу топлива озоляют по ГОСТ Р 55661 в муфельной печи (5.2). При массовой доле фосфора в топливе менее 0,005 % берут навеску массой около 1 г.

9 Проведение испытания

9.1 Для приготовления раствора золы лодочку с зольным остатком топлива (8.3.4) охлаждают и золу количественно переносят в химический стакан вместимостью 100 $см^3$ (5.6), тщательно смывают остатки золы смесью азотной и серной кислот (8.1.3) в количестве около 12 $см^3$.

9.2 Раствор подогревают на электроплите с закрытой спиралью (5.17). При этом регулятором нагрева на плите устанавливают такой режим, чтобы бурной реакции в стаканах не происходило. Нагревание проводят, осторожно перемешивая растворы, для чего край стакана придерживают щипцами и вращательными движениями перемещают стакан по плоскости нагревательного элемента электроплиты. Нагревание продолжают до осветления раствора и при появлении белых паров серного ангидрида продолжают нагревать еще в течение 10—15 мин. За это время белые пары становятся густыми и «тяжелыми».

9.3 Стакан с раствором осторожно охлаждают и постепенно при постоянном помешивании приливают 10 $см^3$ раствора сернокислого аммония (8.1.7).

9.4 Стакан с раствором вновь нагревают и проводят нагревание до появления густых белых, «тяжелых» паров, заполняющих весь объем стакана. Снимают стакан с плиты и осторожно охлаждают.

9.5 Приливают 20 $см^3$ воды (6.1) и упаривают, пока цвет из серо-белого не станет серо-зеленым. Упаривание производят не менее 5 мин. Содержимое стакана должно быть упарено примерно наполовину.

9.6 Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры и осторожно приливают 20 $см^3$ горячей воды (6.1).

9.7 Далее для отделения кремнезема содержимое стакана фильтруют через плотный фильтр ФМ (5.15), помещенный в воронку В-56-80 (5.11). Фильтр с осадком промывают три - четыре раза теплой водой (6.1).

9.8 Фильтрат вместе с промывными водами собирают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ (5.9), охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

9.9 В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ (5.9) наливают 5 — 10 $см^3$ воды (6.1), отбирают пипеткой (5.8) 10 $см^3$ испытуемого раствора (9.8) и переносят в эту же мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Затем добавляют одну каплю раствора фенолфталеина (8.1.6), стараясь, чтобы эта капля не осталась на стенке колбы, и нейтрализуют содержимое колбы раствором гидроксида натрия (8.1.5) до появления устойчивой бледно-розовой окраски.

9.10 Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры.

9.11 К раствору в мерной колбе постепенно добавляют раствор серной кислоты концентрации 6 моль-экв/$дм^3$ (8.1.1) до обесцвечивания раствора и после этого прибавляют еще 6 $см^3$ этой же кислоты. Затем из бюретки (5.10) или пипеткой (5.8) приливают 5 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония (8.1.4), разбавляют водой (6.1) примерно до 35 $см^3$, тщательно перемешивая, добавляют 5 $см^3$ раствора сернокислого гидразина (8.1.2) и вновь перемешивают. Колбу с раствором помещают в водяную баню (5.16) с кипящей водой таким образом, чтобы уровень воды в бане был выше, чем уровень раствора в колбе. После того, как вода в бане вновь закипит, выдерживают в ней колбы с растворами 6 мин. По истечении 6 мин колбу вынимают, охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

9.12 Одновременно готовят раствор контрольного опыта, который приготавливают так же, как и растворы по 9.1—9.11, но без навески топлива.

9.13 Определение оптической плотности растворов испытуемой пробы проводят аналогично измерению оптической плотности градуировочных растворов по 8.2.7, используя в качестве раствора сравнения раствор контрольного опыта.

Раствор сравнения (фон) не должен иметь голубого оттенка.

9.14 Если в качестве прибора для определения оптической плотности растворов используют не фотоколориметр, а спектрофотометр предпочтительнее в качестве раствора сравнения использовать воду по 6.1. В этом случае оптические плотности растворов испытуемой пробы и раствора контрольного опыта измеряют, используя в качестве раствора сравнения воду, аналогично измерению оптической плотности градуировочных растворов по 8.2.8.

Примечание — Если после добавления в испытуемый раствор молибденовокислого аммония образуется настолько интенсивная окраска, что найденное значение оптической плотности и соответствующая ему процентная массовая доля фосфора превышают максимальное значение градуировочного графика, поступают следующим образом: отбирают 5 см^3 исходного раствора, который остался в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 воды, перемешивают и продолжают определение, как указано выше.

В этом случае найденную по градуировочному графику массовую долю фосфора следует увеличить вдвое.

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю фосфора в пробе на аналитическое состояние (P^a), % при определении оптической плотности растворов пробы относительно контрольного опыта (9.13) находят по градуировочному графику, построенному по 8.2.7.

10.2 При определении оптической плотности растворов пробы и контрольного опыта относительно воды (9.14), массовую долю фосфора в пробе на аналитическое состояние P^a, %, вычисляют по формуле

$$P^a = P - P^к, \quad (1)$$

где P — массовая доля фосфора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, построенному по 8.2.8;

$P^к$ — массовая доля фосфора в растворе контрольного опыта, учитывающего содержание следов фосфора в реактивах, определенная по градуировочному графику, построенному по 8.2.8.

10.3 При навеске топлива менее одного грамма полученный результат P^a умножают на коэффициент:

$$K = 1/m, \quad (2)$$

где m — масса навески топлива, г.

10.4 Массовую долю фосфора определяют параллельно в двух навесках. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений.

Результаты выражают с точностью до 0,001 %.

10.5 Массовую долю фосфора на сухое состояние пробы P^d, %, пересчитывают по формуле (ГОСТ 27313):

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

где W^a — влага пробы топлива по 8.3.2 или 8.3.3, %.

10.6 Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значения r, указанного в таблице 2.

Если полученные результаты будут иметь расхождения более допускаемых, проводят третье определение и за окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений, за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

10.7 Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать значения R, указанного в таблице 2.

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 содержания фосфора при доверительной вероятности P = 95 %

Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, рассчитанными, %	
на аналитическое состояние	на сухое состояние
Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
10 % отн.	15 % отн.

Приложение А
(справочное)

Процедура определения плотности и концентрации серной кислоты

Плотность концентрированной серной кислоты устанавливают с помощью набора ареометров (5.22). Для определения плотности серную кислоту наливают в стеклянный цилиндр (5.7). Осторожно погружая в кислоту поочередно ареометры, подбирая такой из них, при котором уровень жидкости находится в пределах его шкалы. При этом ареометр не должен касаться стенок цилиндра. Показание шкалы ареометра на уровне поверхности жидкости отвечает плотности этой кислоты.

Объем серной кислоты V, см^3, необходимый для приготовления раствора концентрацией 6 моль-экв/дм^3, рассчитывают по формуле

$$V = \frac{C' \cdot V'}{2 \cdot C}, \quad (A.1)$$

где C' — концентрация серной кислоты, которую необходимо приготовить, равная 6 моль-экв/дм^3;

V' — объем мерной колбы, применяемой для приготовления раствора, см^3;

C — молярная концентрация серной кислоты, установленная по значению плотности в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1 — Зависимость плотности серной кислоты от концентрации

Плотность, г/см^3	Концентрация H_2SO_4		Плотность, г/см^3	Концентрация H_2SO_4	
	Массовая концентрация W, %	Молярная концентрация C, моль/дм^3		Массовая концентрация W, %	Молярная концентрация C, моль/дм^3
1,800	87,69	16,09	1,826	92,51	17,22
1,805	88,43	16,27	1,827	92,77	17,28
1,810	89,23	16,47	1,828	93,03	17,34
1,815	90,12	16,68	1,829	93,33	17,40
1,820	91,11	16,91	1,830	93,64	17,47
1,821	91,33	16,96	1,831	93,94	17,54
1,822	91,56	17,01	1,832	94,32	17,62
1,823	91,78	17,06	1,833	94,72	17,70
1,824	92,00	17,11	1,834	95,12	17,79
1,825	92,25	17,17	1,835	95,72	17,91

Библиография

[1] ТУ 6-09-5360—87 Фенолфталеин, индикатор чистый для анализа

[2] ТУ 6-09-5171—84 Метиловый оранжевый индикатор (парадиметиламиноазо-бензолсульфокислый натрий) чистый для анализа

УДК 662.62:543.632.471:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, фосфор, фотоколориметрия

БЗ 12—2020

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 11.11.2020. Подписано в печать 19.11.2020. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40 Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru