ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59592— 2021

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Методы определения химического состава золы

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2021 г. № 650-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

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 . . . 3
4 Общие требования к проведению анализов . . . 3
5 Гравиметрический метод определения диоксида кремния и приготовление основного раствора для определения оксидов железа (III), алюминия, магния, кальция, серы (VI), титана (IV), фосфора (V) . . . 5
5.1 Сущность метода . . . 5
5.2 Аппаратура и материалы . . . 5
5.3 Реактивы . . . 5
5.4 Подготовка к проведению анализа . . . 6
5.5 Определение диоксида кремния и приготовление основного раствора . . . 6
5.6 Обработка результатов . . . 8
5.7 Прецизионность метода . . . 8
6 Комплексонометрический метод определения оксида железа (III) . . . 9
6.1 Сущность метода . . . 9
6.2 Аппаратура и материалы . . . 9
6.3 Реактивы . . . 9
6.4 Приготовление растворов . . . 9
6.5 Проведение анализа . . . 9
6.6 Обработка результатов . . . 10
6.7 Прецизионность метода . . . 10
7 Комплексонометрический метод определения оксида алюминия . . . 11
7.1 Сущность метода . . . 11
7.2 Аппаратура и материалы . . . 11
7.3 Реактивы . . . 11
7.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов . . . 11
7.5 Проведение анализа . . . 12
7.6 Обработка результатов . . . 12
7.7 Прецизионность метода . . . 12
8 Комплексонометрический метод определения оксида магния и оксида кальция . . . 13
8.1 Сущность метода . . . 13
8.2 Аппаратура и материалы . . . 13
8.3 Реактивы . . . 13
8.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов . . . 14
8.5 Проведение анализа . . . 14
8.6 Обработка результатов . . . 14
8.7 Прецизионность метода . . . 15
9 Гравиметрический метод определения триоксида серы . . . 16
9.1 Сущность метода . . . 16
9.2 Аппаратура и материалы . . . 16
9.3 Реактивы . . . 16
9.4 Приготовление растворов . . . 16

9.5 Проведение анализа ... 16
9.6 Обработка результатов ... 17
9.7 Прецизионность метода ... 17
10 Спектрофотометрический метод определения диоксида титана с применением градуировочного графика ... 17
10.1 Сущность метода ... 17
10.2 Аппаратура и материалы ... 17
10.3 Реактивы ... 18
10.4 Приготовление растворов ... 18
10.5 Построение градуировочного графика ... 18
10.6 Проведение анализа ... 19
10.7 Обработка результатов ... 19
10.8 Прецизионность метода ... 19
11 Спектрофотометрический метод определения оксида фосфора (V) с применением градуировочного графика ... 20
11.1 Сущность метода ... 20
11.2 Аппаратура и материалы ... 20
11.3 Реактивы ... 20
11.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов ... 21
11.5 Построение градуировочного графика ... 21
11.6 Проведение анализа ... 22
11.7 Обработка результатов ... 22
11.8 Прецизионность метода ... 22
12 Спектрофотометрический метод определения смешанного оксида марганца ... 23
12.1 Сущность метода ... 23
12.2 Аппаратура и материалы ... 23
12.3 Реактивы ... 23
12.4 Приготовление растворов ... 23
12.5 Проведение анализа ... 23
12.6 Обработка результатов ... 24
12.7 Прецизионность метода ... 25
13 Пламенно-фотометрический метод определения оксида натрия и оксида калия ... 25
13.1 Сущность метода ... 25
13.2 Аппаратура и материалы ... 25
13.3 Реактивы ... 25
13.4 Приготовление растворов ... 25
13.5 Построение градуировочных графиков ... 26
13.6 Проведение анализа ... 27
13.7 Обработка результатов ... 27
13.8 Прецизионность метода ... 28
Библиография ... 29

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Методы определения химического состава золы

Solid mineral fuel. Methods for determination of chemical composition of ash

Дата введения — 2022—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, торф и кокс (далее — топливо, твердое топливо), а также на отходы сжигания твердого топлива и устанавливает химические методы определения в золе топлива и отходах сжигания диоксида кремния (SiO_2), оксида железа (Fe_2O_3), оксида алюминия (Al_2O_3), оксида магния (MgO), оксида кальция (CaO), триоксида серы (SO_3), диоксида титана (TiO_2), оксида фосфора (P_2O_5), смешанного оксида марганца (Mn_3O_4), оксида натрия (Na_2O) и оксида калия (K_2O).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. 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 1932 (ИСО 622—81) Топливо твердое. Методы определения фосфора

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4332 Реактивы. Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9336 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия

ГОСТ 10398—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11293 Желатин. Технические условия

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

ГОСТ 11304 Торф и продукты его переработки. Методы приготовления сборных проб

ГОСТ 11306 Торф и продукты его переработки. Методы определения зольности

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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 33814 Угли и продукты их переработки. Отбор проб со склада

ГОСТ ISO 13909-2 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков

ГОСТ ISO 13909-3 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий

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

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 59248 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ Р 59252 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

ГОСТ Р 59253 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора эксплуатационных проб

ГОСТ Р 59254 Угли бурые и каменные. Метод отбора проб бурением скважин

ГОСТ Р 59257 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и брикеты. Метод приготовления сборных проб

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

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.

4 Общие требования к проведению анализов

4.1 Для анализа используют аналитические пробы топлива и отходов сжигания (с размером частиц менее 0.2 мм). Отбор проб и приготовление аналитических проб топлива проводят по ГОСТ 11303, ГОСТ 11304, ГОСТ 23083, ГОСТ 33814, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ Р 54332, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253, ГОСТ Р 59254, ГОСТ Р 59257, ГОСТ Р ИСО 13909-5, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283. Отбор проб отходов сжигания проводят в соответствии с нормативными или иными техническими документами, действующими на предприятии. Приготовление аналитических проб отходов сжигания проводят аналогично приготовлению аналитических проб топлива. Аналитические пробы топлива озоляют по ГОСТ Р 55661 или ГОСТ 11306. Для получения достаточного для анализа количества материала озоление проводят в лотках из термостойкого инертного материала.

4.2 При проведении анализов все взвешивания (навесок золы, навесок веществ для приготовления стандартных растворов, осадков) проводят на аналитических весах с ценой деления шкалы 0.0001 г.

4.3 Одновременно с анализом пробы золы через все стадии анализа проводят холостой опыт (без пробы) для внесения в результат определения поправки, учитывающей содержание определяемых элементов в реактивах.

4.4 Все применяемые реактивы, если не указано иное, должны иметь степень чистоты не ниже ч.д.а.

Допускается применение реактивов по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, технические характеристики которых не хуже указанных в нормативных документах раздела 2.

4.5 Для приготовления растворов и при выполнении анализа используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

4.6 Стеклянную лабораторную посуду, а также фарфоровые выпарительные чашки тщательно моют, при необходимости с применением специальных моющих составов для лабораторной посуды, споласкивают дистиллированной водой и высушивают на воздухе.

Платиновые тигли после использования кипятят в разбавленном растворе соляной кислоты, после чего тщательно моют, споласкивают дистиллированной водой и прокаливают при температуре 900 °С — 950 °С. Хранят в эксикаторе.

Пронумерованные и вымытые фарфоровые тигли прокаливают при температуре 800 °С — 825 °С до постоянной массы. Хранят в эксикаторе.

4.7 Определение содержания оксидов элементов проводят параллельно из двух навесок золы топлива. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, если расхождение между ними не превышает максимально допускаемого (предела повторяемости).

Если расхождение между результатами двух определений превышает максимально допускаемое расхождение, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое двух наиболее близких результатов определений, находящихся в пределах допускаемых расхождений. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемого расхождения по отношению к обоим результатам предыдущих определений, то за окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов трех определений.

4.8 Прецизионность метода характеризуется максимально допускаемым расхождением результатов определений в условиях повторяемости (пределом повторяемости) и в условиях воспроизводимости (пределом воспроизводимости).

Условия повторяемости означают проведение анализа одним исполнителем с использованием одного и того же оборудования и одних и тех же реактивов на навесках, отобранных от одной и той же пробы золы.

Условия воспроизводимости означают проведение анализа разными исполнителями с использованием разного оборудования и разных реактивов на дубликатах одной и той же пробы золы.

4.9 Для построения градуировочных графиков необходимо не менее пяти точек, равномерно распределенных по всему диапазону измерений. Каждая точка представляет собой среднеарифметическое значение результатов трех измерений, полученных для трех серий градуировочных растворов. При построении графика на оси абсцисс откладывают концентрацию или массу элемента в определенном объеме, а на оси ординат — измеряемую величину или функцию от нее.

4.10 Пересчет результата определения оксида элемента на бессульфатную массу $X_{бс}$ проводят по формуле

$$X_{бс} = \frac{X\Sigma_k}{\Sigma_k - SO_3}, \quad (1)$$

где $X_{бс}$ — массовая доля определяемого оксида элемента в золе, %,

Σ_k — сумма массовых долей всех определяемых оксидов элементов в золе, %;

SO_3 — массовая доля триоксида серы в золе, %.

4.11 Если массовые доли оксидов элементов в отходах сжигания при проведении анализа рассчитаны на прокаленную навеску пробы, то массовую долю оксида элемента в исходной пробе отхода сжигания X_0, %, вычисляют по формуле

$$X_0 = X\frac{m}{m_0}, \quad (2)$$

где X — массовая доля оксида элемента в прокаленной пробе отхода сжигания, %;

m — масса навески отхода сжигания, взятая для анализа, после прокаливания по 4.4.2, г;

m_0 — масса исходной навески отхода сжигания, взятая для анализа (до прокаливания), г.

4.12 Массовые доли элементов в золе, выраженные в процентах, вычисляют, используя коэффициенты пересчета оксидов на чистый элемент, следующим образом:

$Si = 0{,}4674 \cdot SiO_2$

$Fe = 0{,}6994 \cdot Fe_2O_3$

$Al = 0{,}5293 \cdot Al_2O_3$

$Mg = 0{,}6032 \cdot MgO$

$Ca = 0{,}7147 \cdot CaO$

$P = 0{,}4365 \cdot P_2O_5$

$S = 0{,}4005 \cdot SO_3$

$Ti = 0{,}5995 \cdot TiO_2$

$Mn = 0{,}7203 \cdot Mn_3O_4$

$Na = 0{,}7419\ Na_2O$

$K = 0{,}8301 \cdot K_2O$

4.13 При фотометрических определениях кюветы выбирают так, чтобы измерения проводились в оптимальной области оптической плотности для соответствующего окрашенного соединения.

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

5 Гравиметрический метод определения диоксида кремния и приготовление основного раствора для определения оксидов железа (III), алюминия, магния, кальция, серы (VI), титана (IV), фосфора (V)

5.1 Сущность метода

Метод основан на выделении осадка кремниевой кислоты из солянокислого раствора, полученного после сплавления навески золы со щелочными плавнями, путем многократного выпаривания раствора досуха и обработки остатка соляной кислотой или коагуляции желатином, прокаливании полученного осадка и определении диоксида кремния по разнице масс осадка до и после обработки фтористоводородной кислотой.

В качестве щелочных плавней применяют карбонат натрия или карбонат натрия-калия.

Примечание — При анализе золы торфа допускается применять в качестве плавня смесь тетрабората натрия и карбоната натрия (1:4 по массе).

5.2 Аппаратура и материалы

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

5.2.2 Печь муфельная с максимальной температурой нагрева 1100 °С, с естественной или принудительной вентиляцией, обеспечивающей воздухообмен 5—10 объемов камеры в минуту, терморегулятором с программируемым режимом нагрева, обеспечивающая устойчивые температуры нагрева во всех диапазонах применяемых температур.

5.2.3 Шкаф сушильный с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающий устойчивые температуры нагрева во всем диапазоне применяемых температур.

5.2.4 Баня водяная или песчаная с регулируемым нагревом.

5.2.5 Электронагреватель с закрытой спиралью.

5.2.6 Тигли конические из платины № 100-7 или № 100-8 с крышками № 101-8 или № 101-9 по ГОСТ 6563.

5.2.7 Колбы мерные 2—250—2 или 2а—250—2 по ГОСТ 1770.

5.2.8 Стаканы В-1—100 ТХС, В-1—150 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.2.9 Цилиндры мерные 1-5-2, 1—10—2, 1—50—2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

5.2.10 Емкость мерная из полипропилена для работы с фтористоводородной кислотой, имеющая отметку 5 $см^3$.

5.2.11 Пипетка с одной отметкой 2—2—5 по ГОСТ 29169.

5.2.12 Пипетки градуированные 2-2-2-2 по ГОСТ 29227.

5.2.13 Чашки выпарительные из фарфора № 6 по ГОСТ 9147.

5.2.14 Емкости из полипропилена с плотно закрывающимися крышками разной вместимости для хранения растворов.

5.2.15 Ступка с пестиком яшмовая или агатовая.

5.2.16 Воронка В-100-150 ХС, В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

5.2.17 Щипцы тигельные с платиновыми наконечниками.

5.2.18 Стеклянные палочки с расплющенным концом.

5.2.19 Бумага фильтровальная ФМ-I, ФБ-I по ГОСТ 12026 или фильтры «синяя лента» и «белая лента».

5.2.20 Эксикаторы исполнения 1 по ГОСТ 25336.

5.3 Реактивы

5.3.1 Тетраборат натрия 10-водный по ГОСТ 4199.

5.3.2 Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118 плотностью 1,15—1,19 г/$см^3$.

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

5.3.4 Кислота азотная по ГОСТ 4461.

5.3.5 Водорода пероксид по ГОСТ 10929, ч.д.а. (содержание перекиси 29—32 %).

5.3.6 Желатин пищевой по ГОСТ 11293.

5.3.7 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

5.3.8 Аммоний роданистый по ГОСТ 27067.

5.3.9 Натрия карбонат по ГОСТ 83.

5.3.10 Калия-натрия карбонат по ГОСТ 4332.

5.3.11 Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 плотностью 1,13 г/см^3.

5.4 Подготовка к проведению анализа

5.4.1 Подготовка реактивов и приготовление растворов

5.4.1.1 Тетраборат натрия (5.3.1) прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С. Хранят в эксикаторе в закрытой емкости.

5.4.1.2 Раствор соляной кислоты, разбавленный 1:1 (по объему)

В химический стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 500 см^3 воды и постепенно при постоянном перемешивании и охлаждении приливают 500 см^3 соляной кислоты (5.3.2). Раствор хранят в стеклянной или полипропиленовой емкости с плотно закрытой крышкой.

5.4.1.3 Раствор соляной кислоты 1 %-ный

Готовят из соляной кислоты (5.3.2) в соответствии с пунктом 4.89 ГОСТ 4517—2016. Раствор хранят в стеклянной или полипропиленовой емкости с плотно закрытой крышкой.

5.4.1.4 Раствор серной кислоты, разбавленный 1:1 (по объему)

В химический стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 500 см^3 воды и постепенно при постоянном перемешивании и охлаждении приливают 500 см^3 серной кислоты (5.3.3). Раствор хранят в стеклянной или полипропиленовой емкости с плотно закрытой крышкой.

5.4.1.5 Раствор желатина 1 %-ный

В градуированный стакан вместимостью 150 см^3 (5.2.8) помещают 60—70 см^3 воды, нагретой до 70 °С, растворяют в ней 1 г желатина (5.3.6), перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане 5—7 мин. Раствор охлаждают и разбавляют водой до объема 100 см^3.

5.4.1.6 Раствор азотнокислого серебра 1 %-ный

В градуированный химический стакан вместимостью 100 см^3 (5.2.8) помещают 25—30 см^3 воды, растворяют в ней 0,5 г азотнокислого серебра (5.3.7), приливают пипеткой (5.2.12) 0,5 см^3 азотной кислоты (5.3.4), воды до объема 50 см^3 и перемешивают. Раствор хранят в герметично закрытой склянке из темного стекла.

5.4.1.7 Раствор роданистого аммония 5 %-ный

В стакане вместимостью 150 см^3 5 г роданида аммония (5.3.8) растворяют в 95 см^3 воды.

5.4.2 Подготовка пробы золы к анализу

Полученную по 4.1 золу топлива (а для отходов сжигания — исходную аналитическую пробу) растирают в агатовой или яшмовой ступке до крупности не более 0,063 мм. Готовую золу хранят в закрытой стеклянной емкости.

В платиновый тигель (5.2.6) помещают навеску растертой золы топлива или пробы отходов сжигания массой приблизительно 1 г и взвешивают. Навеску в тигле прокаливают до постоянной массы при температуре (815 ± 10) °С согласно ГОСТ Р 55661 (кроме золы торфа). Золу торфа прокаливают в соответствии с ГОСТ 11306.

Для отходов сжигания устанавливают потерю массы при прокаливании, которую используют далее для пересчета содержания оксидов элементов в прокаленном зольном остатке на исходную пробу (см. 4.11).

5.5 Определение диоксида кремния и приготовление основного раствора

5.5.1 Разложение золы топлива

5.5.1.1 В тигель с навеской, подготовленный по 5.4.2, прибавляют 5—6 г плавня (5.3.9 или 5.3.10), тщательно перемешивают и покрывают смесь еще 1—2 г плавня. Тигель должен быть заполнен не более чем на 1/3.

5.5.1.2 Тигель с содержимым накрывают крышкой и помещают в холодную муфельную печь. Температуру печи постепенно повышают до 950 °С и сплавляют смесь при этой температуре в течение 25—30 мин до получения однородной прозрачной массы. Затем раскаленный тигель вынимают с помощью щипцов (5.2.17) и погружают в холодную воду так, чтобы смачивалась только его внешняя поверхность.

Примечание — Допускается для облегчения растворения плава охлаждать раскаленный тигель на воздухе, вращая его в наклонном положении и равномерно распределяя остывающий плав по стенкам тигля.

5.5.1.3 Остывший тигель обмывают снаружи дистиллированной водой и вместе с крышкой переносят в фарфоровую чашку (5.2.13). Приливают, отмеряя цилиндром, 50—100 см^3 раствора соляной

кислоты 1:1 (5.4.1.2), 2—3 капли раствора пероксида водорода (5.3.5) и помещают чашку на нагретую водяную или песчаную баню. Для предотвращения разбрызгивания раствора чашку покрывают перевернутой стеклянной воронкой (5.2.16).

Примечание — Во избежание разбрызгивания допускается приливать в выпарительную чашку с тиглем сначала 50—60 $см^3$ горячей воды, а затем, после того как тигель будет накрыт перевернутой воронкой, равный объем концентрированной соляной кислоты.

5.5.1.4 После полного растворения плава воронку снимают, обмывают ее над чашкой водой, извлекают щипцами тигель и крышку и тщательно ополаскивают их водой над фарфоровой чашкой.

Примечание — Если в фарфоровой чашке видны неразложившиеся частицы, то анализ прекращают и проводят новый анализ с уменьшенной навеской золы топлива.

5.5.1.5 Далее в полученном растворе выделяют кремниевую кислоту одним из предлагаемых ниже способов:

- путем многократного выпаривания раствора досуха (5.5.2) или
- коагуляцией желатином (5.5.3).

5.5.2 Выделение кремниевой кислоты выпариванием раствора

5.5.2.1 Раствор в чашке, полученный по 5.5.1.4, выпаривают на песчаной или водяной бане досуха, осторожно растирая стеклянной палочкой с расплющенным концом образующиеся комочки.

5.5.2.2 Остаток смачивают раствором соляной кислоты 1:1 (5.4.1.2) и вновь выпаривают досуха, растирая образующиеся комочки.

Сухой остаток в фарфоровой чашке подвергают дальнейшей сушке в сушильном шкафу при температуре 135 °С в течение 1 ч.

5.5.2.3 Остаток в чашке охлаждают, после чего приливают, отмеряя цилиндрами, сначала 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (5.3.2), а через несколько минут — 100—150 $см^3$ горячей воды (4.5) и слегка перемешивают раствор.

5.5.2.4 Содержимое выпарительной чашки фильтруют через фильтр ФБ-1 или «белая лента» (5.2.19) в стакан вместимостью 600 $см^3$. Приставшие к чашке частицы кремниевой кислоты переносят на фильтр при помощи увлажненных кусочков фильтра. Промывают чашку небольшим количеством воды, промывные воды также переносят на фильтр. Осадок кремниевой кислоты на фильтре промывают 50 $см^3$ горячего 1 %-ного раствора соляной кислоты (5.4.1.3) до отрицательной реакции на трехвалентное железо [реакция с раствором роданида аммония (5.4.1.7)]. Затем осадок на фильтре промывают 100—150 $см^3$ горячей воды до отрицательной реакции на ионы хлора [реакция с раствором нитрата серебра (5.4.1.6)].

5.5.2.5 Фильтрат с промывными водами выпаривают до 100—150 $см^3$ на электронагревателе (5.2.5), не допуская разбрызгивания раствора, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$.

5.5.2.6 Фильтр с осадком кремниевой кислоты переносят в платиновый тигель. Тигель помещают в нагретую муфельную печь, устанавливая его на край рабочей зоны с низкой температурой. При открытой дверце муфеля подсушивают и обугливают фильтр, медленно продвигая тигель в горячую зону муфеля, чтобы не допустить воспламенения фильтра.

Примечание — Допускается проводить высушивание и обугливание фильтра в платиновом тигле на электронагревателе, избегая воспламенения фильтра.

5.5.2.7 Затем закрывают дверцу муфельной печи и прокаливают остаток при температуре 1000 °С в течение 30 мин. После охлаждения тигель с остатком взвешивают с точностью до 0,1 мг. Контрольные прокаливания и взвешивания проводят до получения постоянной массы, т. е. до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний менее 1 мг.

5.5.2.8 Остаток в тигле смачивают несколькими каплями воды, добавляют 3—4 капли раствора серной кислоты 1:1 (5.4.1.4) и приливают 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты (5.3.11). Тигель нагревают на песчаной бане или электронагревателе, не допуская разбрызгивания, выпаривая содержимое досуха и до прекращения выделения паров серной кислоты. При этом кремний улетучивается в виде тетрафторида.

5.5.2.9 К остатку в тигле вновь приливают 2—3 капли раствора серной кислоты 1:1 (5.4.1.4) и 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты (5.3.11) и повторяют выпаривание по 5.5.2.8.

5.5.2.10 Тигель с остатком прокаливают в муфельной печи при температуре 1000 °С до постоянной массы. Взвешивание остывшего тигля проводят с точностью до 0,1 мг.

5.5.2.11 В тигель с остатком помещают 1 г плавня, вновь сплавляют смесь и переводят в раствор в соответствии с процедурами сплавления и растворения по 5.5.1.2 — 5.5.1.4, но применяя для растворения плава (по 5.5.1.3) 10—12 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1. Общее количество раствора в чашке после обмывания тигля водой не должно превышать 70—80 $см^3$.

5.5.2.12 Этот раствор объединяют с фильтратом в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$, полученным по 5.5.2.5, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ (основной раствор) используют для определения оксидов железа (III), алюминия, магния, кальция, серы, титана и фосфора.

5.5.3 Выделение кремниевой кислоты коагуляцией желатином

5.5.3.1 Раствор в чашке, полученный по 5.5.1.4, выпаривают на песчаной или водяной бане до получения влажных солей.

5.5.3.2 К содержимому чашки приливают 20—25 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (5.3.2), перемешивают. Нагревают чашку на водяной бане до 70 °С — 80 °С и приливают 10 $см^3$ горячего свежеприготовленного 1 %-ного раствора желатина (5.4.1.5).

5.5.3.3 Содержимое чашки тщательно перемешивают стеклянной палочкой и выдерживают при той же температуре на водяной бане в течение 5—10 мин.

5.5.3.4 К содержимому чашки приливают 100—150 $см^3$ горячей воды, смывая со стенок прилипшие частицы.

5.5.3.5 Фильтрование выпавшего осадка кремниевой кислоты, определение диоксида кремния и получение основного раствора проводят согласно процедурам по 5.5.2.4—5.5.2.12.

5.5.3.6 Основной раствор, полученный после выделения кремниевой кислоты коагуляцией желатином, также можно использовать для определения оксидов железа (III), алюминия, магния, кальция, серы (VI), титана (IV), фосфора (V).

5.6 Обработка результатов

Массовую долю диоксида кремния в золе топлива и отходов сжигания SiO_2, %, вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где m_1 — масса тигля с диоксидом кремния до обработки фтористоводородной кислотой (см. 5.5.2.7), г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой (см. 5.5.2.10), г;

m — масса навески золы топлива или отхода сжигания, взятая для анализа, прокаленная по 5.4.2, г.

5.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Прецизионность результатов определения массовой доли диоксида кремния в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон массовой доли диоксида кремния в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 10 включ.	0,3	0,5
Св. 10 до 20 включ.	0,4	0,8
Св. 20	0,5	1,0

6 Комплексонометрический метод определения оксида железа (III)

6.1 Сущность метода

Метод основан на образовании яркоокрашенного комплекса трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой в кислой среде, разрушении этого комплекса при титровании раствором ди-Na-ЭДТА с образованием слабоокрашенного комплексного соединения трехвалентного железа с ди-Na-ЭДТА. Массовую долю оксида железа (III) в золе устанавливают по количеству раствора ди-Na-ЭДТА, пошедшего на титрование.

6.2 Аппаратура и материалы

6.2.1 Весы по 5.2.1.

6.2.2 Колбы мерные 2—1000—2 или 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

6.2.3 Колбы конические Кн-2-500-40 *ТХС по* ГОСТ 25336.

6.2.4 Цилиндры мерные 1-5-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

6.2.5 Бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$ по ГОСТ 29251.

6.2.6 Баня водяная.

6.2.7 Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

6.2.8 Стаканы В-1—100 ТХС, В-1—150 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

6.2.9 Электронагреватель по 5.2.5.

6.2.10 Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измеряемых температур 0 °С — 100 °С по ГОСТ 28498.

6.2.11 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

6.3 Реактивы

6.3.1 Соляная кислота по 5.3.2.

6.3.2 Гидроксид аммония по ГОСТ 3760.

6.3.3 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (ди-Na-ЭДТА, трилон Б, комплексон-III) по ГОСТ 10652.

6.3.4 Стандарт-титр трилон Б по [1].

6.3.5 Сульфосалициловая кислота по ГОСТ 4478.

6.3.6 Индикаторная бумага «Рифан» по [2] для измерения pH в диапазоне от 1 до 2.

6.4 Приготовление растворов

6.4.1 Раствор соляной кислоты 1:1 готовят по 5.4.1.2.

6.4.2 Раствор гидроксида аммония 1:1 (по объему)

В химический стакан вместимостью 1000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ воды и постепенно при постоянном перемешивании приливают 500 $см^3$ гидроксида аммония (6.3.2). Раствор хранят в стеклянной или полипропиленовой емкости с плотно закрытой крышкой.

6.4.3 Раствор ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/$дм^3$

Раствор готовят из соли ди-Na-ЭДТА (6.3.3) и устанавливают поправочный коэффициент *K* для раствора ди-Na-ЭДТА концентрации 0,05 моль/$дм^3$ в соответствии с пунктом 6.1 ГОСТ 10398—2016.

Допускается готовить раствор из стандарт-титра (6.3.4). Поправочный коэффициент *K* для раствора ди-Na-ЭДТА с концентрацией 0,05 моль/$дм^3$, приготовленного из стандарт-титра, равен 1.

Растворы готовят в мерных колбах вместимостью 1000 $см^3$ (6.2.2).

6.4.4 Раствор сульфосалициловой кислоты 10 %-ный

Раствор готовят из сульфосалициловой кислоты (6.3.5) в соответствии с пунктом 4.84 ГОСТ 4517—2016.

6.5 Проведение анализа

6.5.1 Для проведения анализа с помощью пипетки (6.2.7) отбирают аликвоту основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, равную 10 $см^3$ или 20 $см^3$, в зависимости от ожидаемого содержания оксида железа.

6.5.2 Аликвоту переносят в коническую колбу (6.2.3) вместимостью 500 $см^3$ и доливают воду до общего объема раствора 100 $см^3$.

Раствор в колбе при постоянном перемешивании нейтрализуют раствором гидроксида аммония 1:1 (6.4.2) до появления устойчивого помутнения.

6.5.3 Добавляют по каплям при перемешивании раствор соляной кислоты 1:1 (6.4.1) до pH 1,4—1,8, контролируя pH с помощью индикаторной бумаги (6.3.6). Затем из цилиндра приливают 2—3 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты (6.4.4).

6.5.4 Раствор в конической колбе нагревают на электронагревателе до 60 °С — 80 °С, контролируя температуру с помощью термометра, и в горячем состоянии титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА (6.4.3), тщательно перемешивая раствор, до обесцвечивания красно-фиолетовой окраски или перехода ее в зеленовато-желтую, в зависимости от содержания железа.

6.6 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (III) в золе топлива и отходов сжигания Fe_2O_3, %, вычисляют по формуле

$$Fe_2O_3 = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}00399}{m_3} \cdot 100, \quad (4)$$

где V_1 — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование по 6.5.4, см^3;

K — поправочный коэффициент к концентрации раствора ди-Na-ЭДТА, установленный по 6.4.3;

0,00399 — масса оксида железа (III), эквивалентная массе ди-Na-ЭДТА, содержащейся в 1 см^3 раствора концентрацией 0,05 моль/дм^3, г/см^3;

m_3 — масса золы, соответствующая аликвоте основного раствора, отобранной для определения оксида железа, г, вычисленная по формуле

$$m_3 = \frac{m \cdot V_a}{V_o}, \quad (5)$$

где m — масса навески золы топлива или отхода сжигания, взятая для анализа, прокаленная по 5.4.2, г;

V_a — объем аликвоты основного раствора, отобранной для определения оксида железа, см^3;

V_o — общий объем основного раствора, равный 250 см^3.

6.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида железа (III) в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон массовой доли оксида железа (III) в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 5 включ.	0,1	0,2
Св. 5 до 10 включ.	0,2	0,4
Св. 10 до 20 включ.	0,3	0,5
Св. 20	0,5	1,0

7 Комплексонометрический метод определения оксида алюминия

7.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с ди-Na-ЭДТА, взятым в избытке, связывании избытка ди-Na-ЭДТА ацетатом цинка, избирательном разрушении комплекса алюминия фтористым натрием и титровании освободившегося при этом количества ди-Na-ЭДТА, эквивалентного количеству алюминия в растворе, раствором ацетата цинка.

7.2 Аппаратура и материалы

7.2.1 Весы по 5.2.1.
7.2.2 Колбы мерные 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
7.2.3 Колбы конические Кн-2-500-40 *ТХС по* ГОСТ 25336.
7.2.4 Стаканы В-1—400 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.
7.2.5 Цилиндры мерные 1-5-2, 1—50—2, 1—100—2 по ГОСТ 1770.
7.2.6 Бюретки вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$ по ГОСТ 29251.
7.2.7 Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169.
7.2.8 Баня водяная или песчаная с регулируемым нагревом.
7.2.9 Электронагреватель с закрытой спиралью.
7.2.10 Ступка с пестиком яшмовая или агатовая.
7.2.11 Шпатель.
7.2.12 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

7.3 Реактивы

7.3.1 Соляная кислота по 5.3.2.
7.3.2 Уксусная кислота по ГОСТ 61.
7.3.3 Гидроксид аммония по 6.3.2.
7.3.4 Фторид натрия по ГОСТ 4463.
7.3.5 Соль ди-Na-ЭДТА по 6.3.3.
7.3.6 Стандарт-титр трилон Б по 6.3.4.
7.3.7 Ацетат цинка по ГОСТ 5823.
7.3.8 Индикатор ксиленоловый оранжевый по [3].
7.3.9 Хлорид калия по ГОСТ 4234.
7.3.10 Ацетат натрия по ГОСТ 199.

7.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов

7.4.1 Раствор соляной кислоты 1:1 готовят по 5.4.1.2.

7.4.2 Раствор уксусной кислоты 1 моль-экв/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают 300—400 $см^3$ воды, 57 $см^3$ ледяной уксусной кислоты (7.3.2) и доливают водой до метки. Тщательно перемешивают.

7.4.3 Раствор гидроксида аммония 1:1 готовят по 6.4.2.

7.4.4 Насыщенный раствор фторида натрия

42 г фторида натрия (7.3.4) растворяют в 100 $см^3$ воды при комнатной температуре. Раствор хранят в полипропиленовой емкости.

7.4.5 Раствор ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/$дм^3$ готовят по 6.4.3.

7.4.6 Раствор ацетата цинка, 0,05 моль/$дм^3$

10,972 г ацетата цинка (7.3.7) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 2—3 $см^3$ уксусной кислоты (7.3.2) и доливают водой до метки.

Поправочный коэффициент K_1 к концентрации раствора ацетата цинка 0,05 моль/$дм^3$ устанавливают по раствору ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/$дм^3$ (6.4.3) в соответствии с ГОСТ 10398.

7.4.7 Индикатор ксиленоловый-оранжевый, 1 %-ный водный раствор или сухая смесь

Для приготовления сухой смеси ксиленоловый-оранжевый (7.3.8) и хлористый калий (7.3.9) смешивают в соотношении 1:100 (по массе) и растирают в яшмовой или агатовой ступке до однородной массы.

7.4.8 Ацетатный буферный раствор

275 г ацетата натрия (7.3.10) помещают в стакан и растворяют при нагревании в 250 см^3 воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Переливают содержимое колбы в стакан вместимостью 600—700 см^3 и добавляют 50 см^3 раствора уксусной кислоты (7.4.2). pH буферного раствора составляет (5,8 ± 0,2).

7.5 Проведение анализа

7.5.1 Для проведения анализа с помощью пипетки (7.2.7) отбирают аликвоту основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, равную 10 см^3 или 20 см^3, в зависимости от ожидаемого содержания оксида алюминия.

7.5.2 Аликвоту переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и добавляют от 10 до 50 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА (7.4.5). Объем раствора ди-Na-ЭДТА зависит от ожидаемого содержания оксида алюминия в аликвоте основного раствора для анализа.

Раствор кипятят 1—2 мин, затем охлаждают.

7.5.3 Прибавляют 1—2 капли раствора ксиленолового-оранжевого или сухую смесь (7.4.7) на кончике шпателя, перемешивают.

7.5.4 Добавляют по каплям раствор гидроксида аммония (7.4.3) до перехода окраски раствора из желтой в фиолетовую.

7.5.5 Далее прибавляют по каплям раствор соляной кислоты (7.4.1) до перехода окраски из фиолетовой в желтую (pH 5,8).

7.5.6 К раствору, используя цилиндр, приливают 5 см^3 буферного раствора (7.4.8), кипятят 2—3 мин, быстро охлаждают под струей проточной воды и титруют избыток ди-Na-ЭДТА раствором ацетата цинка (7.4.6) до перехода желтой окраски в фиолетовую.

7.5.7 К раствору приливают 30—40 см^3 раствора фторида натрия (7.4.4), кипятят 2—3 мин и быстро охлаждают в проточной воде. Окраска раствора вновь становится желтой.

7.5.8 Вытесненный из комплексного соединения ди-Na-ЭДТА, эквивалентный количеству алюминия в анализируемом растворе, титруют раствором ацетата цинка (7.4.6) до перехода окраски из желтой в фиолетовую.

7.6 Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия в золе топлива или отходов сжигания Al_2O_3, %, вычисляют по формуле

$$Al_2O_3 = \frac{V_2 \cdot K_1 \cdot 0{,}00255}{m_3} \cdot 100, \quad (6)$$

где V_2 — объем раствора ацетата цинка, израсходованный на титрование ди-Na-ЭДТА, вытесненного из комплекса фторидом натрия, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент к концентрации раствора ацетата цинка 0,05 моль/дм^3, установленный по 7.4.6;

0,00255 — масса оксида алюминия, эквивалентная массе ацетата цинка, содержащейся в 1 см^3 раствора концентрацией 0,05 моль/дм^3, г/см^3;

m_3 — масса золы, соответствующая аликвоте основного раствора, отобранной для определения оксида алюминия, вычисленная по формуле, аналогичной формуле (5), г.

7.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида алюминия в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон массовой доли оксида алюминия в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
Не более 3	0,15	0,3
Св. 3 до 7 включ.	0,2	0,4
Св. 7 до 20 включ.	0,3	0,6
Св. 20	0,5	1,1

8 Комплексонометрический метод определения оксида магния и оксида кальция

8.1 Сущность метода

Метод основан на титровании суммы катионов магния и кальция раствором ди-Na-ЭДТА при pH 11,5—12,5 в присутствии индикатора метилтимолового синего и отдельном титровании кальция раствором ди-Na-ЭДТА при pH 12—13 в присутствии индикаторной смеси флуорексона с тимолфталеином. Мешающие элементы маскируют триэтаноламином.

8.2 Аппаратура и материалы

8.2.1 Весы по 5.2.1.

8.2.2 Колбы мерные 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—500—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

8.2.3 Колбы конические Кн-2-500-40 ТХС по ГОСТ 25336.

8.2.4 Стаканы В-1-100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

8.2.5 Цилиндры стеклянные 1-20-2, 1—50—2, 1-100-2, 1-200-2 по ГОСТ 1770.

8.2.6 Колба с тубусом для фильтрования под вакуумом 1-1000 (колба Бунзена) по ГОСТ 25336.

8.2.7 Воронка Бюхнера № 2 по ГОСТ 9147.

8.2.8 Бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$ по ГОСТ 29251.

8.2.9 Баня водяная.

8.2.10 Ступка с пестиком яшмовая или агатовая.

8.2.11 Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 50 $см^3$ по ГОСТ 29169.

8.2.12 Индикаторная бумага (pH от 11 до 13) по [2].

8.2.13 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

8.3 Реактивы

8.3.1 Гидроксид калия по ГОСТ 24363.

8.3.2 Гидроксид аммония по ГОСТ 3760.

8.3.3 Соль ди-Na-ЭДТА по 6.3.3.

8.3.4 Триэтаноламин по [4].

8.3.5 Соляная кислота по 5.3.2.

8.3.6 Этиловый спирт по ГОСТ Р 55878.

8.3.7 Хлорид калия по 7.3.9.

8.3.8 Индикатор метилтимоловый синий по [5].

8.3.9 Индикатор кальцеин (флуорексон) по [6].

8.3.10 Индикатор тимолфталеин по [7].

8.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов

8.4.1 Раствор гидроксида калия 3 %-ный

3 г гидроксида калия (8.3.1) растворяют в 97 г воды и тщательно перемешивают. Раствор хранят в полипропиленовой емкости.

8.4.2 Раствор гидроксида аммония 1:1 готовят по 6.4.2.

8.4.3 Раствор ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/дм^3 готовят по 6.4.3.

8.4.4 Раствор триэтаноламина 1:3 (по объему)

Смешивают 1 объем триэтаноламина и 3 объема воды.

Если реактив сильно окрашен, его очищают, переводя в солянокислый триэтаноламин. Для этого 100 см^3 триэтаноламина наливают в стакан вместимостью 250 см^3, погружают стакан в емкость с холодной водой и приливают при перемешивании 150 см^3 смеси, состоящей из равных объемов соляной кислоты (8.3.5) и этилового спирта (8.3.6). Выделившуюся соль фильтруют на воронке Бюхнера (8.2.7) под вакуумом, промывают два-три раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

25 г соли помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 воды при нагревании на водяной бане, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

8.4.5 Индикаторная смесь № 1

Смешивают сухой индикатор метилтимоловый синий (8.3.8) и хлорид калия (8.3.7) в отношении 1:500, растирают в агатовой или яшмовой ступке до однородной массы.

8.4.6 Индикаторная смесь № 2

Смешивают сухие реактивы флуорексон (8.3.9), тимолфталеин (8.3.10) и хлорид калия (8.3.7) в отношении 1:1:100, растирают в агатовой или яшмовой ступке до однородной массы.

8.5 Проведение анализа

8.5.1 Определение суммы оксидов магния и кальция

8.5.1.1 Для проведения анализа с помощью пипетки отбирают аликвоту основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, объемом от 20 до 50 см^3, в зависимости от ожидаемого содержания оксидов кальция и магния. Аликвоту переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют от 10 до 20 см^3 раствора триэтаноламина (8.4.4) (в зависимости от аликвоты основного раствора), оставляют на 2—3 мин, затем доливают воду до 200 см^3.

8.5.1.2 К раствору порциями при перемешивании приливают около 20 см^3 раствора гидроксида аммония (8.4.2) до pH 11,5—12,5, контролируя pH по индикаторной бумаге (8.2.12).

8.5.1.3 К раствору в колбе добавляют на кончике шпателя индикаторную смесь № 1 (8.4.5) и титруют раствором ди-Na-ЭДТА (8.4.3) до перехода синей окраски раствора в желтовато-серую.

8.5.2 Определение оксида кальция

8.5.2.1 Для проведения анализа с помощью пипетки отбирают такую же аликвоту основного раствора, как для определения суммы оксидов кальция и магния (см. 8.5.1.1). Аликвоту переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют от 10 до 20 см^3 раствора триэтаноламина (8.4.4) (в зависимости от аликвоты основного раствора), оставляют на 2—3 мин, затем доливают воду до 200 см^3.

8.5.2.2 Приливают раствор гидроксида калия (8.4.1) до pH 12—13, осуществляя контроль по индикаторной бумаге (8.2.12).

8.5.2.3 К раствору в колбе добавляют на кончике шпателя индикаторную смесь № 2 (8.4.6) и титруют раствором ди-Na-ЭДТА (8.4.3) до исчезновения флуоресцирующего зеленого цвета. Для лучшего наблюдения за изменением окраски раствора титрование проводят на черном фоне.

Примечание — В случае, если массовая доля оксида кальция в золе превышает 10 %, поступают следующим образом: до установления pH 12—13 к раствору добавляют приблизительно 80 % раствора ди-Na-ЭДТА от того количества, которое расходуется на титрование. Этим исключается возможность выделения гидроксида кальция при взаимодействии с гидроксидом калия.

8.6 Обработка результатов

8.6.1 Массовую долю оксида магния в золе топлива и отходов сжигания MgO, %, вычисляют по формуле

$$MgO = \frac{(V_3 - V_4) \cdot K \cdot 0{,}002016}{m_3} \cdot 100, \quad (7)$$

где V_3 — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование суммы оксидов магния и кальция, см^3;

V_4 — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование оксида кальция, см^3;

K — поправочный коэффициент к концентрации раствора ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/дм^3, установленный по 6.4.3,

0,002016 — масса оксида магния, эквивалентная массе ди-Na-ЭДТА в 1 см^3 его раствора с концентрацией 0,05 моль/дм^3, г/см^3;

m_3 — масса золы, соответствующая аликвоте основного раствора, отобранной для определения суммы оксидов магния и кальция, вычисленная по формуле, аналогичной формуле (5), г.

8.6.2 Массовую долю оксида кальция в золе топлива и отходов сжигания CaO, %, вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{V_4 \cdot K \cdot 0{,}002804}{m_3} \cdot 100, \quad (8)$$

где 0,002804 — масса оксида кальция, эквивалентная массе ди-Na-ЭДТА в 1 см^3 его раствора с концентрацией 0,05 моль/дм^3, г/см^3.

8.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблицах 4 и 5.

Таблица 4 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида кальция в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон массовой доли оксида кальция в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 5 включ.	0,2	0,4
Св. 5 до 10 включ.	0,3	0,6
Св. 10 до 20 включ.	0,4	0,8
Св. 20	0,5	1,0

Таблица 5 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида магния в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон массовой доли оксида магния в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 5 включ.	0,25	0,35
Св. 5 до 10 включ.	0,35	0,70
Св. 10	0,6	1,2

9 Гравиметрический метод определения триоксида серы

9.1 Сущность метода

Метод основан на осаждении сульфат-ионов раствором хлорида бария в солянокислой среде в виде сульфата бария и определении массы осадка. Мешающие элементы маскируют раствором ди-Na-ЭДТА.

9.2 Аппаратура и материалы

9.2.1 Весы по 5.2.1.

9.2.2 Печь муфельная с максимальной температурой нагрева 900 °С, с естественной или принудительной вентиляцией, обеспечивающей воздухообмен в камере около 5 объемов камеры в минуту, терморегулятором с программируемым режимом нагрева, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (800 ± 15) °С.

9.2.3 Колбы мерные 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—500—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

9.2.4 Стаканы В-1—400, В-1—600 ТХС, ТХС В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

9.2.5 Цилиндры стеклянные 1-5-2, 1—50—2, 1—100—2 по ГОСТ 1770.

9.2.6 Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

9.2.7 Баня водяная или песчаная с регулируемым нагревом.

9.2.8 Электронагреватель с закрытой спиралью.

9.2.9 Бумага фильтровальная ФМ-I по ГОСТ 12026 или фильтры «синяя лента».

9.2.10 Воронки В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

9.2.11 Тигли из платины по 5.2.6 или из фарфора № 4 низкие по ГОСТ 9147.

9.2.12 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

9.3 Реактивы

9.3.1 Бария хлорид по ГОСТ 4108.

9.3.2 Соль ди-Na-ЭДТА по 6.3.3.

9.3.3 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

9.4 Приготовление растворов

9.4.1 Раствор хлорида бария 10 %-ный

10 г дигидрата хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) (9.3.1) растворяют в 90 $см^3$ воды.

9.4.2 Раствор ди-Na-ЭДТА 0,05 моль/$дм^3$ готовят по 6.4.3.

9.4.3 Раствор азотнокислого серебра 1 %-ный готовят по 5.4.1.6.

9.5 Проведение анализа

9.5.1 От основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, с помощью пипетки отбирают аликвоту 50 $см^3$, переносят ее в стакан вместимостью 600 $см^3$ и добавляют воду до общего объема 250 $см^3$. К раствору прибавляют 30—40 $см^3$ раствора ди-Na-ЭДТА (9.4.2) и кипятят в течение 2—3 мин.

9.5.2 Не прекращая нагревания, к раствору небольшими порциями при постоянном перемешивании приливают 10 $см^3$ раствора хлорида бария (9.4.1). Раствор выдерживают при температуре, близкой к кипению, в течение 30 мин и отстаивают в течение 12—15 ч.

9.5.3 Содержимое стакана фильтруют через фильтр из бумаги ФМ-I или плотный фильтр «синяя лента», осадок сульфата бария на фильтре промывают горячей водой до полного удаления хлоридов (проба с раствором нитрата серебра).

9.5.4 В предварительно взвешенный тигель (9.2.11) помещают фильтр с осадком сульфата бария. На электронагревателе, постепенно увеличивая нагрев, фильтр высушивают, обугливают, не допуская воспламенения фильтра, после чего прокаливают в муфельной печи при температуре (800 ± 15) °С в течение 30 мин.

9.5.5 Тигель с остатком после прокаливания охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

9.6 Обработка результатов

Массовую долю триоксида серы в золе топлива или отходов сжигания SO_3, %, вычисляют по формуле

$$SO_3 = \frac{V_0 \cdot m_4 \cdot 0{,}3429}{V_a \cdot m} \cdot 100, \quad (9)$$

где V_0 — общий объем основного раствора, равный 250 см^3;

m_4 — масса сульфата бария, рассчитанная как разность между массой тигля с прокаленным осадком (по 9.5.5) и массой пустого тигля, г;

0,3429 — коэффициент пересчета сульфата бария на триоксид серы;

V_a — аликвота основного раствора, взятая для определения содержания оксида серы по 9.5.1, см^3;

m — масса навески золы топлива или отхода сжигания, взятая для анализа, прокаленная по 5.4.2, г.

9.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Прецизионность результатов определения массовой доли триоксида серы в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон массовой доли триоксида серы в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 5 включ.	0,15	0,4
Св. 5 до 10 включ.	0,21	0,32
Св. 10	0,32	0,53

10 Спектрофотометрический метод определения диоксида титана с применением градуировочного графика

10.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в оранжево-желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном с последующим определением содержания оксида титана в растворе фотоколориметрическим методом. Влияние железа (III) устраняют восстановлением его аскорбиновой кислотой в присутствии сульфата меди.

10.2 Аппаратура и материалы

10.2.1 Весы по 5.2.1.

10.2.2 Печь муфельная по 9.2.2.

10.2.3 Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (далее — фотометр) с пределом допускаемой систематической составляющей погрешности при измерении оптической плотности ±0,02.

10.2.4 Колбы мерные 2—50—2, 2—1000—2 или 2а—50—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

10.2.5 Цилиндры мерные 1—25—2, 1—50—2 по ГОСТ 1770.

10.2.6 Пипетки с одной отметкой 2—2—5, 2—2—10, 2—2—20 по ГОСТ 29169.

10.2.7 Пипетки градуированные 2—1—2—10 по ГОСТ 29227.

10.2.8 Тигли из платины по 5.2.6.

10.2.9 Стаканы В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

10.2.10 Емкости из полипропилена по 5.2.14.
10.2.11 Эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336.

10.3 Реактивы

10.3.1 Соляная кислота по 5.3.2.
10.3.2 Аскорбиновая кислота по [8].
10.3.3 Сульфат меди по ГОСТ 4165.
10.3.4 Гидроксид аммония по 6.3.2.
10.3.5 Диантипирилметан по [9].
10.3.6 Диоксид титана по [10].
10.3.7 Пиросульфат калия по ГОСТ 7172.

10.4 Приготовление растворов

10.4.1 Раствор соляной кислоты 2 моль/дм^3

Раствор готовят из концентрированной соляной кислоты (10.3.1) в соответствии с указаниями ГОСТ 25794.1. Хранят в герметично закрытой полипропиленовой емкости.

10.4.2 Раствор аскорбиновой кислоты 0,1 г/см^3

100 г аскорбиновой кислоты (10.3.2) помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 и растворяют в 1000 см^3 раствора соляной кислоты 2 моль/дм^3 (10.4.1). Раствор готовят непосредственно перед использованием.

10.4.3 Раствор сульфата меди 0,05 г/см^3

50 г сульфата меди (10.3.3) растворяют в 1000 см^3 воды. Раствор хранят в плотно закрытой емкости.

10.4.4 Раствор гидроксида аммония 1:1 готовят по 6.4.2.

10.4.5 Раствор диантипирилметана 0,01 г/см^3

10 г диантипирилметана (10.3.5) растворяют в 1000 см^3 раствора соляной кислоты 2 моль/дм^3 (10.4.1). Раствор устойчив при хранении в темном месте в течение 12—14 сут.

10.4.6 Стандартный раствор диоксида титана 0,1 мг/см^3

2—3 г диоксида титана (10.3.6) прокаливают в муфельной печи при температуре 800 °С в течение 30 мин. Хранят в закрытой емкости в эксикаторе с осушителем.

Навеску прокаленного диоксида титана массой (0,100 ± 0,001) г сплавляют с 3 г пиросульфата калия (10.3.7) в платиновом тигле при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают и растворяют в растворе соляной кислоты 2 моль/дм^3 (10.4.1).

Раствор из тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывая тигель тем же раствором соляной кислоты, доливают раствор соляной кислоты до метки и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора содержит 0,1 мг диоксида титана.

10.5 Построение градуировочного графика

10.5.1 Приготовление серии градуировочных растворов

В девять мерных колб вместимостью 50 см^3 пипетками вносят аликвоты стандартного раствора диоксида титана (10.4.6) в соответствии с таблицей 7.

Таблица 7 — Приготовление градуировочных растворов из стандартного раствора диоксида титана

Номер колбы	Аликвота стандартного раствора диоксида титана, см^3	Содержание диоксида титана в 50 см^3 градуировочного раствора, мг
1	0,5	0,05
2	1,0	0,10
3	2,0	0,20
4	3,0	0,30
5	4,0	0,40
6	5,0	0,50

Окончание таблицы 7

Номер колбы	Аликвота стандартного раствора диоксида титана, $см^3$	Содержание диоксида титана в 50 $см^3$ градуировочного раствора, мг
7	6,0	0,60
8	7,0	0,70
9	8,0	0,80

В каждую колбу добавляют по две капли раствора сульфата меди (10.4.3) и приливают с помощью пипетки по 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (10.4.2) для восстановления железа (III). Дают растворам постоять 5—10 мин, затем в колбы, отмеряя объем цилиндром, приливают по 12 $см^3$ раствора диантипирилметана (10.4.5) и доливают раствором соляной кислоты (10.4.1) до метки. Содержимое колб перемешивают.

10.5.2 Измерение оптической плотности градуировочных растворов и построение градуировочного графика

Растворы, полученные по 10.5.1, отстаивают в течение 1 ч, после чего измеряют их оптическую плотность на фотометре (10.2.3) при длине волны 400—430 нм в кювете с толщиной слоя раствора 50 мм относительно раствора сравнения.

В качестве раствора сравнения используют раствор, приготовленный по 10.5.1, но без добавления стандартного раствора диоксида титана.

Аналогичным образом готовят еще две серии градуировочных растворов и измеряют их оптическую плотность. Вычисляют среднеарифметическое значение оптической плотности каждого раствора по результатам трех измерений.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов (ось ординат) и известным содержаниям диоксида титана в 50 $см^3$ градуировочных растворов (мг) (ось абсцисс) строят градуировочный график.

10.6 Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают аликвоту 20—25 $см^3$ основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, добавляют две капли раствора сульфата меди (10.4.3) и 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (10.4.2). После отстаивания раствора в течение 5—10 мин приливают 12 $см^3$ раствора диантипирилметана (10.4.5), доливают раствором соляной кислоты (10.4.1) до метки и перемешивают.

Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора в соответствии с 10.5.2.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику количество диоксида титана (мг) в анализируемом растворе.

10.7 Обработка результатов

Массовую долю диоксида титана в золе топлива или отхода сжигания TiO_2, %, вычисляют по формуле

$$TiO_2 = \frac{m_5 \cdot 10^{-3}}{m_3} \cdot 100, \quad (10)$$

где m_5 — масса диоксида титана, определенная в анализируемом растворе по градуировочному графику, мг;

m_3 — масса золы, соответствующая аликвоте основного раствора, отобранной для определения диоксида титана, вычисленная по формуле, аналогичной формуле (5), г.

10.8 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 8.

Таблица 8 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида титана в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон массовой доли оксида титана в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 0,5 включ.	0,06	0,12
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,1	0,2
Св. 1,0	0,3	0,45

11 Спектрофотометрический метод определения оксида фосфора (V) с применением градуировочного графика

11.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в присутствии азотной кислоты фосфорномолибденованадиевого комплексного соединения, окрашенного в желтый цвет, и последующем определении содержания оксида фосфора в растворе фотоколориметрическим методом.

Примечание — Определение фосфора в золе топлива может быть также проведено по ГОСТ 1932.

11.2 Аппаратура и материалы

11.2.1 Весы по 5.2.1.
11.2.2 Фотометр по 10.2.3.
11.2.3 Колбы мерные 2—100—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.
11.2.4 Стаканы В-1—100 ТХС, В-1—200 ТХС, В-1—600 ТХС по ГОСТ 25336.
11.2.5 Цилиндры мерные 1-10-2, 1—25—2 по ГОСТ 1770.
11.2.6 Пипетки с одной отметкой 2—2—5, 2—2—10, 2—2—20, 2—2—25 по ГОСТ 29169.
11.2.7 Пипетки градуированные 2—1—2—5, 2—1—2—10 по ГОСТ 29227.
11.2.8 Баня водяная.
11.2.9 Колба с тубусом для фильтрования под вакуумом 1-2000 по ГОСТ 25336 (колба Бунзена).
11.2.10 Воронка Бюхнера номер 2 или 3 по ГОСТ 9147.
11.2.11 Насос водоструйный по ГОСТ 25336.
11.2.12 Электронагреватель с закрытой спиралью.
11.2.13 Бумага фильтровальная ФМ-I, ФБ-III по ГОСТ 12026 или фильтры «синяя лента» и «белая лента».
11.2.14 Воронка В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.
11.2.15 Стекла «часовые» по [11].
11.2.16 Емкости из темного стекла.
11.2.17 Емкости из полипропилена по 5.2.14.
11.2.18 Эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336.
11.2.19 Шкаф сушильный с электронагревом, терморегулятором и регулируемой вентиляцией, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (105 ± 10) °С, (135 ± 10) °С.

11.3 Реактивы

11.3.1 Азотная кислота по ГОСТ 4461.
11.3.2 Фосфат калия однозамещенный по ГОСТ 4198.
11.3.3 Молибдат аммония по ГОСТ 3765.
11.3.4 Ванадат аммония мета по ГОСТ 9336.
11.3.5 Спирт этиловый по ГОСТ Р 55878.

11.4 Подготовка реактивов и приготовление растворов

11.4.1 Раствор азотной кислоты 1:3

В стакан вместимостью 600 см^3, помещенный в водяную баню с холодной водопроводной водой, наливают 300 см^3 воды и осторожно при перемешивании приливают 100 см^3 азотной кислоты (11.3.1). Раствор переливают в склянку с плотно закрывающейся крышкой.

11.4.2 Перекристаллизация молибдата аммония

200 г молибдата аммония (11.3.3) помещают в стакан вместимостью 600 см^3 и растворяют при нагревании на электронагревателе в 300 см^3 воды. Горячий раствор фильтруют через фильтр ФБ-III (11.2.13). К фильтрату добавляют 1/3 по объему этилового спирта (11.3.5). Раствор охлаждают. Выпавший мелкокристаллический осадок фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом. Осадок трижды промывают под вакуумом этиловым спиртом и высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги марки ФБ-III. Полученный реактив помещают в сухую полимерную банку с плотно закрывающейся крышкой и хранят в эксикаторе с осушающим веществом. Перекристаллизованный реактив годен к употреблению в течение 3 мес.

11.4.3 Реактивная смесь

10 г молибдата аммония, подготовленного по 11.4.2, помещают в стакан вместимостью 200 см^3, растворяют в 100 см^3 воды при нагревании до 50 °С — 60 °С. К раствору при непрерывном перемешивании постепенно приливают 2 см^3 азотной кислоты (11.3.1). При образовании осадка раствор фильтруют.

Одновременно 0,3 г ванадата аммония (11.3.4) помещают в стакан вместимостью 200 см^3 и растворяют в 50 см^3 воды при 50 °С — 60 °С. Раствор охлаждают и постепенно, при постоянном перемешивании, приливают 50 см^3 раствора азотной кислоты 1:3 (11.4.1). Растворы хранят в склянках из темного стекла в темном месте.

Растворы смешивают непосредственно перед применением, постепенно вливая раствор молибденовокислого аммония в раствор ванадиевокислого аммония, затем приливают 16 см^3 азотной кислоты (11.3.1) и перемешивают.

11.4.4 Стандартный раствор оксида фосфора (V) 0,1 мг/см^3

Однозамещенный фосфат калия (11.3.2) дважды перекристаллизовывают и высушивают сначала на воздухе между листами фильтровальной бумаги, а затем в сушильном шкафу при температуре 100 °С — 105 °С до постоянной массы. Высушенный реактив хранят в эксикаторе с осушающим веществом.

0,1917 г перекристаллизованного однозамещенного фосфата калия растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,1 мг оксида фосфора (V).

11.5 Построение градуировочного графика

11.5.1 Приготовление серии градуировочных растворов

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см^3 с помощью пипеток вносят аликвоты стандартного раствора (11.4.4) в соответствии с таблицей 9.

Таблица 9 — Приготовление градуировочных растворов из стандартного раствора оксида фосфора (V)

Номер колбы	Аликвота стандартного раствора оксида фосфора (V), см^3	Содержание оксида фосфора (V) в 100 см^3 градуировочного раствора, мг
1	2	0,2
2	4	0,4
3	6	0,6
4	8	0,8
5	10	1,0
6	12	1,2

В каждую колбу приливают из пипетки 5 см^3 азотной кислоты (11.3.1), добавляют воду до объема приблизительно 50 см^3, после чего приливают отмеренные цилиндром 16 см^3 реактивной смеси (11.4.3), доливают водой до метки и перемешивают.

11.5.2 Приготовление раствора сравнения

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают от 10 до 25 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 азотной кислоты (11.3.1), 16 см^3 реактивной смеси (11.4.3), доливают водой до метки и перемешивают.

11.5.3 Измерение оптической плотности градуировочных растворов и построение градуировочного графика

Через 15 мин измеряют оптическую плотность градуировочных растворов относительно раствора сравнения (11.5.2) на фотометре при длине волны 413 нм в кювете с толщиной рабочего слоя 30 мм.

Аналогичным образом готовят еще две серии градуировочных растворов и измеряют их оптическую плотность. Вычисляют среднеарифметическое значение оптической плотности каждого раствора по результатам трех измерений.

По полученным средним значениям оптической плотности градуировочных растворов и известным содержаниям оксида фосфора (V) (мг) строят градуировочный график.

11.6 Проведение анализа

11.6.1 От основного раствора, приготовленного по 5.5.2.12, пипеткой отбирают аликвоту объемом 10—25 см^3, которую переносят в стакан вместимостью 100 см^3 и выпаривают на электронагревателе до получения влажных солей.

11.6.2 В стакан приливают из цилиндра 7—10 см^3 азотной кислоты (11.3.1) и, прикрыв стакан часовым стеклом, осторожно нагревают и выпаривают до объема 5 см^3. Если раствор выпарен до меньшего объема, то доливают азотную кислоту до 5 см^3.

11.6.3 Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Цилиндром отмеряют 16 см^3 реактивной смеси (11.4.3), переносят в ту же мерную колбу, доливают водой до метки и перемешивают.

11.6.4 Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора относительно раствора сравнения (11.5.2). По измеренному значению оптической плотности находят по градуировочному графику количество оксида фосфора (V) в 100 см^3 анализируемого раствора (мг).

11.7 Обработка результатов

Массовую долю оксида фосфора в золе топлива или отходов сжигания, %, вычисляют по формуле

$$P_2O_5 = \frac{m_6 \cdot 10^{-3}}{m_3} \cdot 100, \qquad (11)$$

где m_6 — масса оксида фосфора (V), определенная в анализируемом растворе по градуировочному графику, мг;

m_3 — масса золы, соответствующая аликвоте основного раствора, отобранной для определения оксида фосфора, вычисленная по формуле, аналогичной формуле (5), г.

11.8 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 10.

Таблица 10 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида фосфора (V) в золе топлива при доверительной вероятности P = 0,95

Максимально допускаемое расхождение между результатами определения	
Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
10 % отн.	15 % отн.

12 Спектрофотометрический метод определения смешанного оксида марганца

12.1 Сущность метода

Метод основан на разложении навески золы смесью серной и фтористоводородной кислот, растворении остатка в серной кислоте, окислении марганца в полученном растворе перйодатом калия до перманганата, определении оптической плотности полученного раствора и сравнении найденного значения с оптической плотностью стандартного раствора при той же длине волны.

12.2 Аппаратура и материалы

12.2.1 Весы по 5.2.1.
12.2.2 Фотометр по 10.2.3.
12.2.3 Колбы мерные 2-50-2, 2—100—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.
12.2.4 Колбы конические Кн-1-150-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.
12.2.5 Цилиндры мерные 1-10-2, 1-20-2, 1—50—2 по ГОСТ 1770.
12.2.6 Емкость мерная из полипропилена для работы с фтористоводородной кислотой.
12.2.7 Пипетки с одной отметкой 2—2—5, 2-2-10 по ГОСТ 29169.
12.2.8 Пипетки градуированные 2-1-2-2, 2—1—2—5, 2-1-2-10 по ГОСТ 29227.
12.2.9 Тигли из платины по 5.2.6.
12.2.10 Баня водяная или песчаная с регулируемым нагревом.
12.2.11 Электронагреватель с закрытой спиралью.
12.2.12 Бумага фильтровальная ФМ-I, ФБ-I по ГОСТ 12026 или фильтры «белая лента» и «синяя лента».
12.2.13 Воронка В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.
12.2.14 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

12.3 Реактивы

12.3.1 Серная кислота по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.
12.3.2 Перманганат калия ($KMnO_4$) по ГОСТ 20490.
12.3.3 Фтористоводородная кислота по ГОСТ 10484 плотностью 1,13 г/см^3.
12.3.4 Калий йоднокислый мета (перйодат калия, KIO_4) ч.д.а. по [12].
12.3.5 Кислота фосфорная плотностью 1,69 г/см^3 по ГОСТ 6552.

12.4 Приготовление растворов

12.4.1 Раствор серной кислоты 1:1 готовят по 5.4.1.4.

12.4.2 Основной стандартный раствор (раствор А) с содержанием марганца 0,72 мг/см^3

Навеску перманганата калия (12.3.2) массой 2,068 г растворяют в 500 см^3 воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,72 мг марганца.

12.4.3 Рабочий стандартный раствор (раствор Б) с содержанием марганца 0,0072 мг/см^3

10 см^3 раствора А (12.4.2) с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают воду до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,0072 мг марганца.

12.5 Проведение анализа

12.5.1 Приготовление анализируемого раствора (раствор В)

12.5.1.1 Навеску золы массой около 0,5 г, подготовленной и прокаленной в соответствии с 5.4.2, взвешивают в платиновом тигле.

12.5.1.2 Навеску увлажняют несколькими каплями воды, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты (21.4.1) и 10—12 см^3 фтористоводородной кислоты (12.3.3).

Содержимое тигля осторожно выпаривают досуха на песчаной бане или электронагревателе. Обработку навески кислотами и выпаривание повторяют.

12.5.1.3 К сухому остатку приливают 5 см^3 раствора серной кислоты (12.4.1), 10 см^3 воды и слегка нагревают для ускорения растворения остатка.

12.5.1.4 Содержимое тигля фильтруют через неплотный фильтр ФБ-I или «белая лента» в коническую колбу вместимостью 150 см^3. Тигель промывают пятью-шестью порциями горячей воды, сливая промывные воды на фильтр, затем одной-двумя порциями горячей воды промывают фильтр, после чего фильтр выбрасывают. Общий объем фильтрата с промывными водами не должен превышать 70 см^3.

12.5.1.5 Фильтрат в конической колбе охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный анализируемый раствор В (100 см^3) используют для определения содержания смешанного оксида марганца и в дальнейшем для определения содержания оксида калия и оксида натрия.

12.5.2 Приготовление холостого раствора (раствор $В_{хол}$)

Холостой раствор ($В_{хол}$) готовят по 12.5.1, но без навески золы топлива.

12.5.3 Определение смешанного оксида марганца

12.5.3.1 В первую коническую колбу вместимостью 150 см^3 отбирают от 5 до 15 см^3 анализируемого раствора (раствор В) в зависимости от ожидаемого содержания оксида марганца.

12.5.3.2 Во вторую коническую колбу вместимостью 150 см^3 отбирают аликвоту холостого раствора (раствор $В_{хол}$) такого же объема, как аликвота анализируемого раствора.

12.5.3.3 В третью коническую колбу отбирают аликвоту стандартного раствора марганца (раствор Б) такого же объема, как аликвота анализируемого раствора.

12.5.3.4 Во все три колбы из цилиндра доливают воду до общего объема раствора 35 см^3, с помощью пипеток добавляют по 1,5 см^3 серной кислоты (12.3.1) и 0,5 см^3 фосфорной кислоты (12.3.5), затем вносят по 0,5 г сухой соли перйодата калия (12.3.4).

12.5.3.5 В четвертую коническую колбу вместимостью 150 см^3 наливают из цилиндра 35 см^3 воды и добавляют все реактивы в соответствии с 12.5.3.4. Раствор в четвертой колбе является раствором сравнения.

12.5.3.6 Все четыре раствора кипятят в течение 5 мин на электронагревателе, затем в течение 30 мин выдерживают на водяной бане при температуре, близкой к температуре кипения.

12.5.3.7 После охлаждения растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, доливают воду до метки и перемешивают.

12.5.3.8 Измеряют оптическую плотность растворов на фотометре в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 525 нм.

Оптическую плотность анализируемого раствора (см. 12.5.3.1) измеряют относительно холостого раствора (см. 12.5.3.2).

Оптическую плотность стандартного раствора марганца (см. 12.5.3.3) измеряют относительно раствора сравнения (см. 12.5.3.5).

12.6 Обработка результатов

Массовую долю смешанного оксида марганца в золе топлива или отходов сжигания Mn_3O_4, %, вычисляют по формуле

$$Mn_3O_4 = \frac{D_1 \cdot m_7 \cdot 1{,}388}{D_2 \cdot m_8} \cdot 100, \quad (12)$$

где D_1 — оптическая плотность анализируемого раствора относительно холостого раствора;

m_7 — масса марганца в аликвоте стандартного раствора Б, отобранной для анализа (см. 12.5.3.3), мг, рассчитанная по формуле

$$m_7 = 0{,}0072 \cdot V_5, \quad (13)$$

где V_5 — объем аликвоты стандартного раствора Б, отобранной для анализа, см^3;

1,388 — коэффициент пересчета марганца на смешанный оксид, марганца;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора относительно раствора сравнения;

m_8 — масса золы в аликвоте анализируемого раствора, отобранной для анализа (см. 12.5.3.1), мг, рассчитанная по формуле

$$m_9 = \frac{m_8 \cdot 1000 \cdot V_5}{100}, \quad (14)$$

где m_9 — навеска золы, взятая для определения оксида марганца по 12.5.1.1, г.

12.7 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 11.

Таблица 11 — Прецизионность результатов определения массовой доли смешанного оксида марганца в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон массовой доли смешанного оксида марганца в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 1 включ.	0,07	0,14
Св. 1 до 3 включ.	0,15	0,30
Св. 3 до 5 включ.	0,30	0,40
Св. 5	0,80	1,1

13 Пламенно-фотометрический метод определения оксида натрия и оксида калия

13.1 Сущность метода

Метод основан на зависимости между концентрацией определяемого элемента в растворе и интенсивностью его излучения, измеряемой на пламенном фотометре.

13.2 Аппаратура и материалы

13.2.1 Весы по 5.2.1.

13.2.2 Шкаф сушильный по 5.2.3.

13.2.3 Фотометр пламенный с принадлежностями.

13.2.4 Колбы мерные 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 или 2а—100—2, 2а—500—2, 2а—1000—2 по ГОСТ 1770.

13.2.5 Цилиндры мерные 1-5-2, 1—50—2 по ГОСТ 1770.

13.2.6 Пипетки с одной отметкой 2—2—5, 2—2—10 по ГОСТ 29169.

13.2.7 Пипетка градуированная 2—1—2—5 по ГОСТ 29227.

13.2.8 Стаканы В-1—50 ТХС, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

13.2.9 Бумага фильтровальная ФБ-I по ГОСТ 12026 или фильтры «красная лента»».

13.2.10 Емкости из полипропилена по 5.2.14.

13.3 Реактивы

13.3.1 Серная кислота по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

13.3.2 Хлорид натрия по ГОСТ 4233.

13.3.3 Хлорид калия по ГОСТ 4234.

13.3.4 Соляная кислота по ГОСТ 3118 плотностью 1,15—1,19 г/см^3.

13.4 Приготовление растворов

13.4.1 Раствор серной кислоты 0,01 моль/дм^3

Готовят из концентрированной серной кислоты (13.3.1) в соответствии с указаниями ГОСТ 25794.1. Хранят в герметично закрытой стеклянной или полипропиленовой емкости.

13.4.2 Раствор соляной кислоты 0,02 моль/дм^3

Готовят из концентрированной соляной кислоты (13.3.4) в соответствии с указаниями ГОСТ 25794.1. Хранят в герметично закрытой стеклянной или полипропиленовой емкости.

13.4.3 Стандартный раствор хлорида натрия 0,1 мг/см^3 в пересчете на оксид натрия

0,1886 г хлорида натрия (13.3.2), высушенного при температуре 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе серной кислоты (13.4.1) в стакане вместимостью 50 см^3. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки раствором серной кислоты (13.4.1) и перемешивают.

1 см^3 раствора соответствует 0,1 мг оксида натрия.

Примечание — Если определение оксидов калия и натрия проводят из раствора $В_1$, приготовленного по 12.6.2, то для приготовления стандартного раствора используют вместо раствора серной кислоты раствор соляной кислоты (13.4.2).

13.4.4 Стандартный раствор хлорида калия 0,1 мг/см^3 в пересчете на оксид калия

0,1583 г хлорида калия (13.3.3), высушенного при температуре 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе серной кислоты (13.4.1) в стакане вместимостью 50 см^3. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки раствором серной кислоты (13.4.1) и перемешивают.

1 см^3 раствора соответствует 0,1 мг оксида калия.

Примечание — Если определение оксидов калия и натрия проводят из раствора $В_1$, приготовленного по 13.6.2, то для приготовления стандартного раствора используют вместо раствора серной кислоты раствор соляной кислоты (13.4.2).

13.5 Построение градуировочных графиков

13.5.1 Построение градуировочного графика для определения оксида натрия

13.5.1.1 Для приготовления серии градуировочных растворов в семь мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают аликвоты стандартного раствора хлорида натрия (13.4.3) в соответствии с таблицей 12.

Таблица 12 — Приготовление градуировочных растворов из стандартного раствора хлорида натрия

Номер колбы	Аликвота стандартного раствора NaCl, см^3	Содержание оксида натрия (Na_2O) в 100 см^3 раствора, мг
1	0	0
2	1	0,1
3	2	0,2
4	4	0,4
5	6	0,6
6	8	0,8
7	10	1,0

Растворы в колбах доливают раствором серной кислоты (13.4.1) до метки и перемешивают.

Примечание — Если определение оксидов калия и натрия проводят из раствора $В_1$, приготовленного по 13.6.2, то при приготовлении градуировочных растворов используют вместо раствора серной кислоты раствор соляной кислоты (13.4.2).

13.5.1.2 Пламенный фотометр настраивают в соответствии с инструкцией к прибору.

Измеряют интенсивность излучения натрия при длине волны 589 нм в каждом градуировочном растворе в порядке возрастания концентрации и регистрируют значения показаний прибора.

Градуировочный график строят по показаниям прибора и количеству оксида натрия (мг) в соответствующих растворах.

Если показание прибора при определении интенсивности излучения раствора, содержащего только раствор серной кислоты, не равно нулю, что указывает на наличие оксида натрия, то это значение учитывают при построении градуировочного графика, вычитая из результатов измерения остальных растворов.

13.5.2 Построение градуировочного графика для определения оксида калия

13.5.2.1 Серию из семи градуировочных растворов оксида калия готовят в точном соответствии с 13.5.1.1 и таблицей 12, используя стандартный раствор хлорида калия (13.4.3).

13.5.2.2 Измерение интенсивности излучения градуировочных растворов оксида калия проводят при длине волны 768 нм в точном соответствии с процедурой по 13.5.1.2.

Градуировочный график строят по показаниям прибора и количеству оксида калия (мг) в соответствующих растворах.

13.6 Проведение анализа

13.6.1 Для определения оксида натрия и оксида калия используют раствор В, приготовленный по 12.5.1.

13.6.2 Если в золе топлива или отходов сжигания не требуется определение смешанного оксида марганца, то для определения оксидов калия и натрия используют раствор $В_1$, приготовленный следующим образом.

Навеску золы, подготовленную и прокаленную по 5.4.2, массой около 0,1 г взвешивают в платиновом тигле с точностью до 0,1 мг. Навеску дважды обрабатывают смесью серной и фтористоводородной кислот в соответствии с процедурой по 12.5.1.2. К сухому остатку приливают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 (5.4.1.2) и слегка нагревают для растворения остатка. Содержимое тигля фильтруют через неплотный фильтр ФБ-I или «красная лента» в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Тигель промывают тремя-четырьмя порциями горячей воды, сливая промывные воды на фильтр, затем одной-двумя порциями горячей воды промывают фильтр, после чего фильтр выбрасывают. После охлаждения раствор в мерной колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Аналогично готовят холостой раствор, исключая навеску золы.

13.6.3 В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают аликвоту анализируемого раствора В, приготовленного по 12.5.1, равную 5 $см^3$. Во вторую такую же мерную колбу помещают аликвоту холостого раствора $В_{хол}$, приготовленного по 12.5.2, равную 5 $см^3$. В колбы доливают до метки раствор серной кислоты (13.4.1) и перемешивают.

Примечание — При проведении анализа из солянокислого раствора $В_1$, приготовленного по 13.6.2, используют соответствующий холостой раствор и вместо раствора серной кислоты раствор соляной кислоты (13.4.2).

13.6.4 Измеряют на пламенном фотометре интенсивность излучения растворов, полученных по 13.6.3, при длине волны 589 нм для натрия и 768 нм — для калия.

При смене растворов распыляющую систему прибора промывают водой.

По разности показаний прибора для анализируемого и холостого растворов, по соответствующим градуировочным графикам определяют количество оксида натрия и оксида калия (мг) в исследуемых на пламенном фотометре растворах.

13.7 Обработка результатов

Массовую долю оксида натрия, %, и оксида калия, %, в золе топлива или отходов сжигания вычисляют по формулам:

$$Na_2O = \frac{m_{Na_2O}}{m_{10}} \cdot 100, \quad (15)$$

$$K_2O = \frac{m_{K_2O}}{m_{10}} \cdot 100; \quad (16)$$

где m_{Na_2O} — масса оксида натрия, содержащаяся в 100 $см^3$ раствора, определенная по градуировочному графику в соответствии с 13.6.4, мг,

m_{K_2O} — масса оксида калия, содержащаяся в 100 $см^3$ раствора, определенная по градуировочному графику в соответсвии с 13.6.4, мг;

m_{10} — масса золы топлива в аликвоте 5 $см^3$ анализируемого раствора, отобранной по 13.6.3, мг, рассчитанная по формулам:

- при определении из раствора В, приготовленного по 12.5.1

$$m_{10} = \frac{m_9 \cdot 1000 \cdot Б}{100}; \quad (17)$$

- при определении из раствора $В_1$, приготовленного по 13.6.2

$$m_{10} = \frac{m_{11} \cdot 1000 \cdot Б}{100}, \quad (18)$$

где m_9 — навеска золы, отобранная для анализа по 12.5.1, г;

m_{11} — навеска золы, отобранная для анализа по 13.6.2, г.

13.8 Прецизионность метода

Данные о прецизионности метода приведены в таблице 13.

Таблица 13 — Прецизионность результатов определения массовой доли оксида натрия или оксида калия в золе топлива при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон массовой доли оксида натрия или оксида калия в золе топлива, %	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % абс.	
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 0,5 включ.	0,05	0,1
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,1	0,2
Св. 1,0	0,2	0,3

Библиография

[1]	ТУ 2642-001-33813273-97	Стандарт-титры (фиксаналы; нормадозы)
[2]	ТУ 6-09-3410-83	Бумага индикаторная «Рифан»
[3]	ТУ 6-09-1509-78	Ксиленоловый оранжевый, индикатор
[4]	ТУ 2423-005-78722668-2010	Триэтаноламин
[5]	ТУ 6-09-07-366-83	Метилтимоловый синий (ч.д.а.)
[6]	ТУ 6-09-05-1-74	Кальцеин (ч.д.а.)
[7]	ТУ 6-09-07-1610-87	Тимолфталеин (ч.д.а.)
[8]	СТП ТУ КОМП 2-724-15	Аскорбиновая кислота химически чистая
[9]	ТУ 6-09-3835-77	Диантипирилметан (4,4-метиленбис) 2,3-диметил-1-фенил-3-пиразолин-5-ОН; 4,4-метилендиантипирин, чистый для анализа
[10]	ТУ 6-09-2166-77	Титана (IV) окись
[11]	ТУ 4320-012-29508133-2009	Стекла «часовые»
[12]	ТУ 6-09-02-364-83	Калий йоднокислый мета, ч.д.а.

УДК 662.62:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, химический состав золы, метод испытания

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.07.2021. Подписано в печать 03.08.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,18 Уч.-изд. л. 3,79.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru