ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72239— 2025 (ИСО 334:2020)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы методом Эшка

(ISO 334:2020, Coal and coke — Determination of total sulfur — Eschka method, MOD)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «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 8 сентября 2025 г. № 997-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 334:2020 «Уголь и кокс. Определение общей серы. Метод Эшка» (ISO 334:2020 «Coal and coke — Determination of total sulfur — Eschka method», MOD) путем внесения технических отклонений, объяснение которых приведено во введении к настоящему стандарту.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ

5 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

© ISO, 2020
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Сера содержится во всех видах твердого топлива, входя в состав различных органических и неорганических соединений. Для суммарного содержания серы в органической и минеральной массах твердых топлив применяют термин «общая сера» и обозначение S_t.

Сера — вредная часть твердых горючих ископаемых. При сжигании топлива сера выделяется в виде оксидов, загрязняя и отравляя окружающую среду, вызывает коррозию металлических поверхностей, уменьшает теплоту сгорания топлив, а при коксовании переходит в кокс, ухудшая его свойства и качество выплавляемого металла.

Выбор путей использования углей часто зависит от содержания в них общей серы. Таким образом, общая сера является важнейшим показателем качества твердого топлива.

Метод определения общей серы, регламентированный в настоящем стандарте, — классический метод Эшка, широко распространен в мире и признан арбитражным.

В настоящее время для экспресс-определения общей серы в твердых топливах применяют инструментальные методы анализа. Приборы-анализаторы градуируют по государственным стандартным образцам углей и коксов, содержание общей серы в которых определяют методом Эшка. При разработке и оценке инструментальных методов их прецизионность сравнивают с прецизионностью результатов определения общей серы методом Эшка.

В настоящий стандарт внесены следующие изменения по отношению к ИСО 334:2020:

- в раздел 1 включены дополнительные виды твердого топлива;

- обозначения и индексы показателей приведены в соответствии с требованиями ГОСТ 27313;

- предложен тигель большего размера для спекания навески со смесью Эшка;

- для анализа высокосернистых бурых углей, лигнитов и торфов увеличена общая масса смеси Эшка до 6 г;

- помимо растворения избытка смеси Эшка в соляной кислоте по ИСО 334, затрудняющего дальнейшее количественное осаждение сульфата бария, приведен альтернативный способ растворения сульфат-ионов в горячей воде, широко распространенный в углехимических лабораториях мира (см. ASTM D 3177-02 «Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke»);

- проведение холостого опыта допускает отсутствие сульфата калия;

- за окончательный результат содержания общей серы предложено использовать значение, округленное до второго десятичного знака;

- значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в зависимости от массовой доли общей серы в топливе (см. раздел 10).

Указанные дополнительные требования выделены курсивом.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы методом Эшка

Solid mineral fuel. Determination of total sulfur by Eschka method

Дата введения — 2026—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, лигниты, *антрациты, горючие сланцы, кокс, торф, брикеты, твердые продукты обогащения и переработки (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод определения общей серы спеканием навески топлива со смесью Эшка, переведением сульфат-ионов в раствор и гравиметрическим определением их в виде $BaSO_4$.

Приведены два альтернативных способа растворения сульфатов, образующихся при спекании со смесью Эшка: в горячей воде и соляной кислоте.

Настоящий метод является арбитражным и используется при возникновении разногласий в результатах определения общей серы в твердых минеральных топливах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

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

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4526 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

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

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

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

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

Издание официальное

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

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

ГОСТ 27589 (ISO 687:2010) Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

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

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

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

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

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1-90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

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

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 58973 Оценка соответствия. Правила к оформлению протоколов испытаний

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

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

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, а обозначения показателей и индексов к ним — по ГОСТ 27313.*

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в спекании аналитической пробы твердого топлива *со смесью оксида магния и безводного карбоната натрия* (смесь Эшка) в окислительной атмосфере (при свободном доступе воздуха) при температуре *(800 ± 25) °С*. В этих условиях происходит сгорание органической массы топлива и превращение всех форм серы в сульфаты натрия и магния.

Образовавшиеся сульфаты натрия и магния растворяют в *горячей воде или* соляной кислоте *(альтернативные способы)*. В растворе сульфат-ионы определяют гравиметрическим методом, осаждая их в солянокислой среде хлористым барием в виде сульфата бария. Массовую долю общей серы в навеске аналитической пробы твердого топлива рассчитывают исходя из массы осадка сульфата бария.

5 Реактивы *и материалы*

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч.д.а. (чистый для анализа) *по ГОСТ 13867, и воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501 или* дистиллированную воду по *ГОСТ Р 58144.*

5.1 Магния оксид безводный MgO по ГОСТ 4526.

5.2 Натрий углекислый (карбонат) безводный Na_2CO_3 по ГОСТ 83.

5.3 **Смесь Эшка**

Смешивают две части (по массе) светлого, прокаленного при 700 °С оксида магния (*5.1*) и одну часть (по массе), высушенного при 105—110 °С безводного карбоната натрия (*5.2*). Смесь должна полностью проходить через сито с размером отверстий 212 мкм (*6.11*). *Допускается измельчение смеси Эшка до прохождения через сито с размером отверстий 200 мкм.*

Допускается применение смеси Эшка, изготовленной промышленным способом и имеющейся в продаже, если при ее применении будут достигаться показатели прецизионности результатов определений, установленные в разделе 10, и контроль качества результатов измерений, проведенный с использованием СО, даст удовлетворительные результаты.

5.4 Кислота соляная HCl концентрированная, плотностью ρ_{20} = 1,18 г/см^3 по *ГОСТ 3118.*

5.5 Кислота соляная, раствор 1:1: смешивают один объем концентрированной соляной кислоты (5.4) с одним объемом воды.

5.6 Бария хлорид двуводный $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ по ГОСТ 4108.

5.7 **Раствор хлорида бария концентрацией приблизительно 85 г/дм^3**

100 г хлорида бария *(5.6)* растворяют в воде и разбавляют водой до объема 1 дм^3. Перед использованием раствор фильтруют через плотный фильтр *(5.14.1)*, дважды промытый водой, *содержащей две-три капли соляной кислоты (5.5).*

5.8 Калия сульфат K_2SO_4 по ГОСТ 4145.

5.9 **Раствор сульфата калия**

Приблизительно 2 г высушенного при температуре от 105 °С до 110 °С сульфата калия *(5.8)* взвешивают на весах [6.1 *б*)] и растворяют в воде. Вес записывают с точностью до 0,01 г. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

5.10 Серебра нитрат $AgNO_3$ по ГОСТ 1277.

5.11 **Раствор нитрата серебра концентрацией 17 г/дм^3**

1,7 г нитрата серебра *(5.10)* растворяют в 100 см^3 воды. Раствор подкисляют азотной кислотой и хранят в посуде из темного стекла.

5.12 Аммония гидроксид (аммиак) NH_4OH *по ГОСТ 3760* — концентрированный раствор аммиака концентрацией не менее 25 % (масс).

5.13 Водные растворы индикаторов концентрацией 0,1 %, приготовленные по *ГОСТ 4919.1*:

- метиловый красный водорастворимый (натриевая соль 4-диметиламиноазобензол 2-карбоновой кислоты);
- *метиловый оранжевый [(натриевая соль 4-(4-аминофенилазо) сульфобензойной кислоты)].*

5.14 Фильтры беззольные

5.14.1 Фильтры плотные (синяя лента) или фильтры, изготовленные из листовой или рулонной фильтровальной бумаги марки ФМ (фильтр медленной фильтрации) по ГОСТ 12026.

5.14.2 Фильтры средней плотности (белая лента) или фильтры, изготовленные из листовой или рулонной фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026, марки ФС (фильтр средней фильтрации).

Примечание — Допускается применение реактивов по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, если их технические характеристики не хуже указанных в нормативных документах раздела 2, а также если результаты, полученные с их использованием, соответствуют требованиям раздела 10.

6 Средства измерения, испытательное и вспомогательное оборудование

6.1 Весы лабораторные по *ГОСТ OIML R 76-1*:

а) с ценой деления шкалы 0,1 мг;

б) с ценой деления шкалы 0,01 г.

6.2 Печь муфельная электрическая с терморегулятором для поддержания температуры (800 ± 25) °С и приблизительно пятикратным обменом воздуха в минуту.

6.3 Тигли фарфоровые глазурованные *для спекания навески со смесью Эшка высотой примерно 40 мм и верхним наружным диаметром 35 мм (тигель высокий 3 по ГОСТ 9147).*

Примечание — Допускается применение тигля высокого 4 по ГОСТ 9147.

6.4 Тигли *для прокаливания сульфата бария* вместимостью примерно 25 $см^3$, прокаленные:

- из фарфора — *тигель низкий 2 или 4 по ГОСТ 9147*;
- кварца — *тигель Н-20 по ГОСТ 19908*;
- платины — *изделие 107-2 или 107-3 по ГОСТ 6563.*

6.5 Пластина ровная из огнеупорного материала толщиной примерно 6 мм. Размеры пластины должны быть такими, чтобы она могла служить подставкой для тиглей в рабочем пространстве муфельной печи *(6.2).*

6.6 Шкаф сушильный с зоной постоянной температуры (130 ± 10) °С.

6.7 Посуда лабораторная стеклянная *по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.*

6.8 Баня водяная или песчаная.

6.9 Плита нагревательная электрическая.

6.10 Тигель фильтрующий типа Гуча из глазурованного фарфора с сетчатым дном для фильтрования под вакуумом.

6.11 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки по ГОСТ Р 51568 с номинальным размером ячеек 212 (200) мкм.

6.12 Эксикатор 2—140, 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336.

Примечание — Допускается применение оборудования по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортного, если полученные с их использованием результаты соответствуют требованиям раздела 10.

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

7 Приготовление пробы

Проба для определения общей серы представляет собой аналитическую пробу, приготовленную по *ГОСТ 11303, ГОСТ 23083, ГОСТ ISO 13909-4, ГОСТ Р 59248 или ГОСТ Р ИСО 18283.*

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение минимального времени, необходимого для достижения равновесия между влажностью пробы и влажностью окружающей атмосферы.

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

Одновременно со взятием навески для определения общей серы отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по *ГОСТ 11014, ГОСТ 11305, ГОСТ 27589 или ГОСТ 33503.*

8 Проведение испытания

8.1 Величина навески твердого топлива

8.1.1 В зависимости от предполагаемого содержания общей серы в твердом топливе, кроме кокса, взвешивают навеску в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Величина навески твердого топлива (кроме кокса) для определения общей серы методом Эшка

Предполагаемая массовая доля общей серы, %	Масса навески, г
Менее 5	1,0
От 5 до 10	0,5
Более 10	0,25

8.1.2 Навеска кокса независимо от ожидаемого содержания общей серы составляет 1 г.

Примечание — Навески твердого топлива всех видов взвешивают на весах [6.1 *а*)] и записывают вес с точностью до 0,1 мг.

8.2 Наполнение тигля

8.2.1 Общие положения

Спекание навески твердого топлива со смесью Эшка проводят в высоких тиглях (6.3).

Тигель наполняют таким образом, чтобы в процессе спекания происходило количественное улавливание оксидов серы смесью Эшка. Для этого навеску топлива тщательно перемешивают с избытком смеси Эшка и сверху полностью покрывают другой порцией смеси Эшка. Спекание ведут в условиях свободного доступа воздуха. При этом все формы серы превращаются в сульфаты магния и натрия.

8.2.2 Процедура наполнения тигля

На дно тигля *(6.3)* ровным слоем помещают 0,5 г взвешенной смеси Эшка *(5.3)*.

В отдельном сосуде взвешенную навеску топлива (8.1) тщательно перемешивают с 2,5 г взвешенной смеси Эшка. Количественно переносят смесь в тигель. Разравнивают содержимое тигля осторожным постукиванием тигля о твердую поверхность и засыпают ровным слоем смеси Эшка, взятой в количестве 1 г. Общая масса смеси Эшка составляет 4 г.

При анализе высокосернистых бурых углей, лигнитов и торфов увеличивают верхний слой смеси Эшка, заполняя тигель почти доверху. Общая масса смеси Эшка может составить до 6 г.

Примечания

1 Взвешивания смеси Эшка проводят на весах [6.1 а)].

2 Для ускорения анализа и при массовых определениях допускается однократное взвешивание общего количества смеси Эшка, необходимой для одного определения. В этом случае порции 0,5 и 1 г (или другие) для нижнего и верхнего слоев смеси Эшка отбирают с помощью заранее отградуированной стеклянной пробирки без взвешивания.

3 Нижний слой смеси Эшка уменьшает воздействие продуктов сгорания топлива на фарфоровую поверхность дна тигля, поэтому извлечение сульфатов после спекания происходит полностью даже при видимых повреждениях поверхности дна тигля.

8.3 Спекание навески

8.3.1 *Твердое топливо (кроме кокса)*

Заполненный(е) *по 8.2.2* тигель (тигли) помещают в холодную муфельную печь *(6.2)* и в течение 1 ч поднимают температуру в печи до (800 ± 25) °С. Эту температуру поддерживают в течение последующих 1,5—2 ч.

Вынимают тигель (тигли) из печи и дают ему (им) остыть.

Примечание — Чтобы предотвратить растрескивание фарфоровых тиглей после извлечения из муфельной печи, следует охлаждать их медленно, поместив на подставку из легкого огнеупорного материала *(кварца, высокотемпературной керамики, термостойкой стали или любого другого огнеупорного материала, выдерживающего температуру около 800 °С).*

8.3.2 Кокс

Тигель (тигли) с навеской кокса, заполненный(е) по *8.2.2*, помещают на холодную пластину (6.5) и вставляют в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры (800 ± 25) °С. Эту температуру поддерживают в течение 1,5 ч, после чего вынимают тигель (тигли) из печи и дают ему (им) остыть (см. примечание к 8.3.1).

8.4 Переведение сульфатов в раствор

8.4.1 Подготовка к растворению сульфатов

После охлаждения содержимое тигля разрыхляют стеклянной палочкой и переносят в химический стакан вместимостью 400—*600* см^3 *(6.7)*, в который предварительно наливают 25—30 см^3 воды.

Если в содержимом тигля обнаруживают несгоревшие частицы топлива, опыт бракуют и определение повторяют с новой навеской топлива, увеличив время спекания на 1 ч.

Тигель тщательно промывают двумя-тремя порциями горячей воды приблизительно по 25 см^3 каждая, собирая промывные воды в тот же химический стакан.

Дальнейшее приготовление раствора сульфатов проводят одним из альтернативных способов по 8.4.2 или 8.4.3.

8.4.2 Растворение сульфатов в горячей воде

Общий объем суспензии, полученной по 8.4.1, доводят водой до 130—150 см^3.

Стакан с суспензией нагревают на водяной либо песчаной бане, а затем выдерживают при температуре от 70 °С до 80 °С в течение 1 ч.

Затем раствор над твердым остатком декантацией постепенно переносят на фильтр средней плотности (5.14.2) и фильтруют, собирая фильтрат в химический стакан вместимостью 600 см^3 (6.7).

Остаток в стакане вместимостью 400 см^3 трижды обрабатывают порциями горячей воды по 20—25 см^3, каждый раз взмучивая его стеклянной палочкой, дают отстояться и фильтруют верхний осветленный слой через тот же фильтр. При последнем фильтровании остаток переносят на фильтр, тщательно обмывая стенки стакана горячей водой. Остаток на фильтре не менее пяти раз промывают горячей водой, взмучивая его струей из промывалки. Все порции фильтрата и промывные воды собирают в один и тот же стакан вместимостью 600 см^3 (6.7). Общий объем фильтрата должен быть не более 300 см^3.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного (5.13) и при постоянном перемешивании небольшими порциями приливают соляную кислоту (5.4) до перехода окраски индикатора от желтой к красной. После этого к раствору добавляют еще 1 см^3 соляной кислоты (5.4) в избыток.

Примечание — Во избежание создания сильнокислотной среды (менее 3,5 pH) допускается сначала приливать в фильтрат концентрированную соляную кислоту (5.4) до начала перехода цвета раствора от желтого к красному, а затем продолжить подкисление раствора соляной кислотой концентрацией 1:1 (5.5) до полного перехода окраски в красный цвет. При этом в избыток также следует добавить 1 см^3 соляной кислоты концентрацией 1:1.

Если для некоторых проб углей на подкисление раствора требуется небольшое количество концентрированной соляной кислоты, то для таких углей можно сразу применять кислоту концентрацией 1:1. В данном случае используют индикатор метиловый оранжевый.

Раствор кипятят на песчаной бане (6.8) приблизительно 5 мин для удаления углекислого газа и после прекращения выделения пузырьков газа снижают температуру до прекращения кипения.

8.4.3 Растворение сульфатов в соляной кислоте

Стакан с суспензией, полученной по *8.4.1,* накрывают часовым стеклом, а затем, чуть его сдвинув, осторожно добавляют соляную кислоту *(5.4)* и подогревают на водяной либо песчаной бане *(6.8)*, чтобы ускорить процесс растворения. Для растворения остатка обычно бывает достаточно 17 см^3 кислоты.

Содержимое стакана кипятят на водяной либо песчаной бане *(6.8)* приблизительно 5 мин до прекращения выделения пузырьков, а затем фильтруют, собирая фильтрат в стакан вместимостью *600 см^3 (6.7)*. Фильтрование осуществляют одним из двух способов:

- свободное фильтрование под действием силы тяжести через фильтр средней плотности *(5.14.2)*, дважды промытый соляной кислотой;
- фильтрование через фильтровальную подушку.

Примечание — Для приготовления фильтровальной подушки дважды промытую кислотой фильтровальную бумагу *(5.14.2)*, порезанную на кусочки размером около 1 см^2, встряхивают в сосуде с водой до полного ее разрушения. Помещают фарфоровый конус для фильтрования диаметром 25 мм в воронку диаметром 75 мм *(6.7)*, закрывают стебель воронки пальцем и приливают воду так, чтобы она покрыла конус и заполнила стебель воронки. В фильтровальный конус помещают бумажную массу в количестве, достаточном для того, чтобы образовалась подушка толщиной 5 мм. Поверхность подушки разравнивают стеклянной палочкой с расплющенным концом.

Убирают палец и дают избытку воды стечь, затем фильтровальную подушку слегка отжимают по краям с помощью стеклянной палочки. Фильтр еще раз промывают водой, после чего он готов к работе.

Фильтр (фильтровальную подушку) промывают пятью порциями горячей воды по 20 $см^3$, объединяя промывные воды с фильтратом.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного *(5.13)* и при постоянном перемешивании осторожно небольшими порциями приливают раствор гидроксида аммония *(5.12)* до изменения окраски индикатора и появления осадка. Небольшими порциями добавляют соляную кислоту *(5.4)* до растворения появившегося осадка и еще 1 $см^3$ в избыток.

Раствор при необходимости разбавляют водой до объема приблизительно 200 $см^3$, нагревают на электроплите *(6.9)* до закипания, а затем уменьшают нагрев до прекращения кипения.

8.5 Осаждение сульфата бария *и отделение осадка*

В горячий раствор, полученный *по 8.4.2* или *8.4.3*, с помощью пипетки *(6.7)* медленно (в течение приблизительно 20 с) приливают по каплям 10 $см^3$ холодного раствора хлорида бария *(5.7)* в центр стакана при постоянном перемешивании.

Выдерживают раствор при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин на водяной или песчаной бане *(6.8)*. *Предпочтительно после этого оставляют раствор отстаиваться 12 ч. При необходимости сразу приступают к фильтрованию, желательно перед этим выдержать раствор при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 2 ч.*

Осадок сульфата бария отделяют от раствора фильтрованием одним из перечисленных ниже способов:

а) свободное фильтрование под действием силы тяжести через обеззоленный плотный фильтр *(5.14.1)* диаметром 100—125 мм. Фильтр аккуратно складывают и помещают в химическую воронку с длинным стеблем *(6.7)*, раскрытую под углом 60°, таким образом, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки. Для удобства фильтр смачивают водой, а перед фильтрованием дважды промывают соляной кислотой *(5.4)*. Стебель воронки во время фильтрования должен быть заполнен жидкостью;

б) свободное фильтрование под действием силы тяжести через фильтровальную подушку, приготовленную из обеззоленной, дважды промытой соляной кислотой *(5.4)* фильтровальной бумаги *(5.14.2)* (см. примечание к 8.4.3);

в) фильтрование под вакуумом через прокладку из минерального волокна, помещенную в тигель Гуча *(6.10)*. Прокладкой может служить, например, асбестовый фильтр из волокон разного размера. Перед фильтрованием тигель Гуча вместе с прокладкой высушивают в сушильном шкафу *(6.6)* в течение 1 ч при температуре (130 ± 10) °С и взвешивают на весах [6.1 *а)*]. Вес записывают с точностью до 0,1 мг.

Для обеспечения количественного перенесения осадка на фильтр стенки стакана, в котором проводили осаждение, с помощью пинцета тщательно протирают кусочком обеззоленного фильтра *(5.14.2)*, слегка смоченного водой, который затем помещают в фильтр с осадком. После этого стенки стакана дважды обмывают водой. Осадок на фильтре промывают горячей водой, используя не более 250 $см^3$, пока последние 20 мл промывных вод не дадут лишь незначительную опалесценцию при добавлении одной-двух капель раствора нитрата серебра *(5.11)*.

8.6 Прокаливание и взвешивание сульфата бария

Если фильтрование осадка сульфата бария проведено способом *а)* или *б) (8.5)*, пинцетом переносят сложенный влажный фильтр или фильтровальную подушку в предварительно прокаленный и взвешенный тигель *(6.4)*. При фильтровании способом *б)* после переноса фильтровальной подушки фарфоровый конус протирают последовательно с помощью пинцета двумя половинками обеззоленного фильтра и помещают их в тигель вместе с подушкой.

Тигель помещают на электроплиту (6.9) и, постепенно повышая температуру нагрева, сначала высушивают, а затем обугливают фильтр или фильтровальную подушку. Степень нагрева электроплиты следует контролировать, не допуская воспламенения фильтра.

Тигель с обугленным фильтром переносят на пластину *(6.5)*, которую вставляют в муфельную печь *(6.2)*, нагретую до температуры (800 ± 25) °С. Прокаливают осадок в течение 15—*20* мин.

Извлекают тигель из муфельной печи и охлаждают сначала на воздухе, а затем в эксикаторе *(6.12)*, после чего взвешивают на весах [6.1 *а)*]. Вес записывают с точностью до 0,1 мг.

Если фильтрование осадка сульфата бария проведено способом *в)*, то тигель Гуча вместе с прокладкой сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу *(6.6)* при температуре (130 ± 10) °С и взвешивают на весах [6.1 *а)*]. Вес записывают с точностью до 0,1 мг.

8.7 Холостой опыт

Для контроля степени загрязнения используемых реактивов соединениями серы проводят два-три холостых опыта. Холостые опыты обычно проводят отдельно от анализа проб и повторяют при замене хотя бы одного реактива.

При проведении холостых опытов выполняют все процедуры по 8.2—*8.6*, но без навески топлива. В фильтраты, полученные по *8.4.2* или *8.4.3*, перед добавлением раствора индикатора *(5.13)* приливают с помощью пипетки с одной меткой 25,0 см^3 *(6.7)* раствор сульфата калия *(5.9)*.

Примечание — Допускается проводить холостые опыты без добавления сульфата калия.

9 Обработка результатов

Если холостые опыты проводят с добавлением раствора сульфата калия, то массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива S_t^a, выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$S_t^a = \frac{13{,}74 \cdot (m_2 - m_3 + 0{,}03348 \cdot c)}{m_1}, \quad (1)$$

где m_1 — масса навески топлива, взятой для анализа, г;

m_2 — масса сульфата бария, полученная при анализе топлива, г;

m_3 — масса сульфата бария, полученная в холостом опыте, г;

c — концентрация раствора сульфата калия *(5.9)*, г/дм^3.

Примечание — Расчет коэффициентов, входящих в формулу, приведен в приложении А.

Если холостые опыты проводят без добавления раствора сульфата калия, то массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива S_t^a, выраженную в процентах, вычисляют по формуле

$$S_t^a = \frac{13{,}74 \cdot (m_2 - m_3)}{m_1}. \quad (2)$$

Вычисление результата проводят с точностью до третьего десятичного знака, округляя окончательный результат до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Пересчет результатов анализа на сухое и рабочее состояния топлива проводят *по ГОСТ 27313*.

10 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью результатов определения.

10.1 Повторяемость

Результаты двух определений, проведенных в течение 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 должны отличаться друг от друга более чем на величину предела повторяемости r, приведенную в таблице 2.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает предел повторяемости, указанный в таблице 2, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух наиболее близких результатов,

расхождение между которыми не превышает максимально допускаемого. Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух предыдущих результатов, то за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений.

10.2 Воспроизводимость

Результаты, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на дубликатах одной и той же аналитической пробы, рассчитанные на сухое состояние топлива, не должны отличаться друг от друга более чем *на величину предела воспроизводимости R, приведенную в таблице 2.*

Таблица 2 — Прецизионность метода определения общей серы в твердом топливе, % абс.

Массовая доля общей серы	*Максимально допускаемые расхождения между результатами определения при доверительной вероятности P = 0,95, рассчитанными*	
	на аналитическое состояние топлива	*на сухое состояние топлива*
	Предел повторяемости r	*Предел воспроизводимости R*
До 5,0 включ.	*0,05*	*0,10*
Св. 5,0	*0,10*	*0,20*
Примечание — При необходимости результаты могут быть рассчитаны на любые другие, но одинаковые массовые доли влаги в топливе. При этом для оценки прецизионности расхождение между результатами сравнивают с пределами повторяемости и воспроизводимости, приведенными в настоящей таблице.		

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен *быть оформлен в соответствии с ГОСТ Р 58973* и включать следующую информацию:

а) идентификацию анализируемой пробы;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) *наименование лаборатории, проводившей испытания,* и дату испытания;

г) результаты испытаний с указанием состояния топлива, на которое они представлены;

д) любые особенности, замеченные во время испытаний.

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности результатов измерений проводят с использованием стандартных образцов (СО) состава объектов. Желательно, чтобы матрица и состав СО максимально соответствовали составу анализируемых проб.

СО анализируют в точном соответствии с процедурой, установленной в разделе 8, а затем обрабатывают результаты измерений, проверяют их приемлемость и устанавливают окончательный результат определения содержания общей серы в СО, %, согласно разделу 9.

Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении условия

$$\left|\overline{X_k} - C_0\right| \le CD_{0,95}, \tag{3}$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}, \tag{4}$$

где C_0 — *опорное (аттестованное) значение содержания серы в СО, %;*

R — *предел воспроизводимости, указанный в таблице 2, %;*

r — *предел повторяемости, указанный в таблице 2, %.*

При неудовлетворительных результатах контроля находят и устраняют их причины, после чего всю процедуру повторяют.

12.2 При отсутствии СО или их ограниченном количестве в качестве средств контроля могут быть использованы рабочие пробы стабильного состава или стандартный образец предприятия (СОП). Оперативный контроль рекомендуется проводить методом варьирования навесок по ГОСТ 33654.

12.3 Контроль стабильности результатов измерений

Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений содержания общей серы.

Контроль стабильности результатов измерений рекомендуется проводить с использованием контрольных карт в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

При неудовлетворительных результатах контроля выясняют причины этих отклонений и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(справочное)

Расчет коэффициентов, используемых в *формулах (1) и (2)* раздела 9

В настоящем приложении относительные атомные массы и относительные молекулярные массы представлены в виде химических формул и символов, заключенных в квадратные скобки. При расчетах использованы относительные атомные массы, приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1 — Относительные атомные массы элементов

Элемент	Символ	Относительная атомная масса
Барий	Ba	137,33
Кислород	O	15,999
Калий	K	39,098
Сера	S	32,06

Массу сульфата бария, г, эквивалентную 25 см^3 раствора сульфата калия, выражают формулой

$$\frac{[BaSO_4]}{[K_2SO_4]} \cdot \frac{25 \cdot c}{1000}, \quad (A.1)$$

где 25 — аликвота раствора сульфата калия, добавленного в холостом опыте, см^3;

c — концентрация раствора сульфата калия, г/дм^3;

1000 — коэффициент перехода от кубических дециметров к кубическим сантиметрам.

Таким образом, массовую долю общей серы в аналитической пробе топлива, выраженную в процентах, рассчитывают по формуле

$$S_t^a = \frac{100}{m_1}\left\{\frac{[S]}{[BaSO_4]} \cdot m_2 - \frac{[S]}{[BaSO_4]} \cdot \left(m_3 - \frac{[BaSO_4]}{[K_2SO_4]} \cdot \frac{25c}{1000}\right)\right\}, \quad (A.2)$$

где m_1 — масса навески топлива, взятой для анализа, г;

m_2 — масса сульфата бария, полученная при анализе топлива, г;

m_3 — масса сульфата бария, полученная в холостом опыте, г.

Следовательно,

$$S_t^a = \frac{13{,}74 \cdot (m_2 - m_3 + 0{,}03348 \cdot c)}{m_1}. \quad (A.3)$$

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 27313—2015 (ISO 1170:2013)	NEQ	ISO 1170:2013 «Уголь и кокс. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива»
ГОСТ 27589—2020 (ISO 687:2010)	MOD	ISO 687:2010 «Твердое минеральное топливо. Кокс. Определение содержания влаги в образце для общего анализа»
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007)	MOD	ISO 11722:2013 «Твердые минеральные топлива. Каменный уголь. Определение влаги в аналитической пробе высушиванием в токе азота»
		ISO 5068-2:2007 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе»
ГОСТ ISO 13909-4—2018	IDT	ISO 13909-4:2016 «Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Приготовление проб для испытаний»
ГОСТ Р ИСО 18283—2010	IDT	ISO 18283:2006 «Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентный стандарт.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Указанное в таблице ДБ.1 изменение структуры национального стандарта относительно структуры примененного международного стандарта обусловлено приведением в соответствие с требованиями, установленными в ГОСТ 1.5.

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура международного стандарта ISO 334:2020		
Разделы	Пункты	Подпункты	Разделы	Пункты	Подпункты
5	5.1	—	5	—	—
	5.2	—		—	—
	5.3	—		5.1	—
	5.4	—		5.2	—
	5.5	—		—	—
	5.6	—		—	—
	5.7	—		5.4	—
	5.8	—		—	—
	5.9	—		5.3	—
	5.10	—		—	—
	5.11	—		—	—
	5.12	—		5.6	—
	5.13	—		5.5	—
	5.14	—		—	—
6	6.1	а)	6	6.1	—
		б)		—	—
	6.2	—		6.3	—
	6.3	—		—	—
	6.4	—		6.4	—
	6.5	—		6.5	—
	6.6	—		6.7	—
	6.7	—		6.2	—
	6.8	—		—	—
	6.9	—		—	—
	6.10	—		6.6	—
	6.11	—		—	—
	6.12	—		—	—
7	—	—	7	—	—

Окончание таблицы ДБ.1

<table>
<tr><td colspan="3">Структура настоящего стандарта</td><td colspan="3">Структура международного стандарта ISO 334:2020</td></tr>
<tr><td>Разделы</td><td>Пункты</td><td>Подпункты</td><td>Разделы</td><td>Пункты</td><td>Подпункты</td></tr>
<tr><td rowspan="12">8</td><td rowspan="2">8.1</td><td>8.1.1</td><td rowspan="12">8</td><td rowspan="2">8.1</td><td>8.1.1</td></tr>
<tr><td>8.1.2</td><td>8.1.2</td></tr>
<tr><td rowspan="2">8.2</td><td>8.2.1</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td>8.2.2</td><td>8.2</td><td>—</td></tr>
<tr><td rowspan="2">8.3</td><td>8.3.1</td><td rowspan="2">8.3</td><td>8.3.1</td></tr>
<tr><td>8.3.2</td><td>8.3.2</td></tr>
<tr><td rowspan="3">8.4</td><td>8.4.1</td><td>8.4</td><td>—</td></tr>
<tr><td>8.4.2</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td>8.4.3</td><td>8.5</td><td>—</td></tr>
<tr><td>8.5</td><td>—</td><td rowspan="2">8.6</td><td rowspan="2">—</td></tr>
<tr><td>8.6</td><td>—</td></tr>
<tr><td>8.7</td><td>—</td><td>8.7</td><td>—</td></tr>
<tr><td>9</td><td>—</td><td>—</td><td>9</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td rowspan="2">10</td><td>10.1</td><td>—</td><td rowspan="2">10</td><td>10.1</td><td>—</td></tr>
<tr><td>10.2</td><td>—</td><td>10.2</td><td>—</td></tr>
<tr><td>11</td><td>—</td><td>—</td><td>11</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td rowspan="3">12</td><td>12.1</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td>12.2</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td>12.3</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td><td>—</td></tr>
<tr><td colspan="2" rowspan="3">Приложения</td><td>А</td><td colspan="2" rowspan="3">Приложения</td><td>А</td></tr>
<tr><td>ДА</td><td>—</td></tr>
<tr><td>ДБ</td><td>—</td></tr>
<tr><td colspan="3">Таблица 2</td><td colspan="3">Данные, приведенные в 10.1 и 10.2</td></tr>
<tr><td colspan="6">Примечание — Сопоставление структуры стандартов приведено начиная с раздела 5, т. к. предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы идентичны.</td></tr>
</table>

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, метод определения, общая сера, метод Эшка, смесь Эшка, гравиметрическое определение сульфат-ионов

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 10.09.2025. Подписано в печать 23.09.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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