МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
8606—
2015
(ISO 334:2013)**

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы. Метод Эшка

(ISO 334:2013, Solid mineral fuel — Determination of total sulfur — Eschka method, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 марта 2016 г. № 196-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8606—2015 (ISO 334:2013) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 334:2013 «Твердые минеральные топлива. Определение общей серы. Метод Эшка» («Solid mineral fuels — Determination of total sulfur — Eschka method», MOD). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Международный стандарт ISO 334:2013 разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива», подкомитетом SC 5 «Методы анализа».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВЗАМЕН ГОСТ 8606—93

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2013 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации 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. Суммарное содержание серы в органической и минеральной массах твердых топлив называют серой общей и обозначают символом S.

Сера — нежелательная и даже 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. Именно поэтому 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.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем *ISO 334*:

- в область распространения включены дополнительные виды твердого топлива;
- обозначения и индексы показателей приведены в соответствии с требованиями *ГОСТ 27313*;
- помимо растворения избытка смеси Эшка в соляной кислоте по *ISO 334*, затрудняющего дальнейшее количественное осаждение сульфата бария, приведен альтернативный способ растворения сульфат-ионов в горячей воде, широко распространенный в углехимических лабораториях мира (ASTM D 3177-02);
- значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в зависимости от массовой доли общей серы в топливе (раздел 9).

Структура настоящего стандарта аналогична структуре международного стандарта. Нумерация структурных элементов сохранена. Указанные дополнительные требования выделены курсивом.

73 ГОРНОЕ ДЕЛО И ПОЛЕЗНЫЕ ИСКОПАЕМЫЕ

МКС 73.040
75.160.10

Поправка к ГОСТ 8606—2015 (ISO 334:2013) Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка (Издание, август 2019 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 7	—	7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

(ИУС № 3 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение общей серы. Метод Эшка

Solid mineral fuel. Determination of total sulfur. Eschka method

Дата введения — 2017—04—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 межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

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

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4526 Реактивы. Магния 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 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

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

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

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

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

Издание официальное

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

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

ГОСТ ISO 687 Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа[1)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется 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 том, что навеску аналитической пробы твердого топлива спекают 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

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч. д. а. *по ГОСТ 13867*.

5.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709*.

5.2 Магния оксид безводный MgO *по ГОСТ 4526*.

5.3 Натрий углекислый (карбонат) безводный Na_2CO_3 *по ГОСТ 83*.

5.4 Смесь Эшка

Смешивают две части (по массе) светлого, прокаленного оксида магния (5.2) и одну часть (по массе) безводного карбоната натрия (5.3). Смесь должна полностью проходить через сито с размером отверстий 212 мкм. *Допускается измельчение смеси Эшка до прохождения через сито с размером отверстий 200 мкм*.

Смесь Эшка изготавливают промышленным способом и продают через торговые сети.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ 27589—91 (ISO 687:1974) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

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

5.6 Кислота соляная, раствор 1:1: смешивают один объем концентрированной соляной кислоты (5.5) с одним объемом дистиллированной воды (5.1).

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

5.8 Бария хлорид, раствор концентрацией приблизительно 85 г/дм^3: 100 г хлорида бария (5.7) растворяют в воде (5.1) и разбавляют водой до объема 1 дм^3. Перед использованием раствор фильтруют через плотный фильтр, дважды промытый водой (5.1), содержащей две-три капли соляной кислоты (5.6).

5.9 Калия сульфат K_2SO_4 *по ГОСТ 4145*.

5.10 Раствор сульфата калия

Приблизительно 2 г высушенного при температуре от 105 °С до 110 °С сульфата калия (5.9) взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг и растворяют в воде (5.1). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой (5.1) до метки.

5.11 Серебра нитрат $AgNO_3$ *по ГОСТ 1277*.

5.12 Раствор нитрата серебра концентрацией приблизительно 1,7 % (масс.): 1,7 г нитрата серебра (5.11) растворяют в 100 см^3 воды (5.1). Раствор подкисляют азотной кислотой и хранят в посуде из темного стекла.

5.13 Аммония гидроксид (аммиак) NH_4OH *по ГОСТ 3760*. Концентрированный раствор аммиака концентрацией не менее 25 % (масс.).

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

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

5.15 Фильтры беззольные плотные (с синей лентой) и средней плотности (с белой лентой).

6 Аппаратура

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

- с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг;
- с пределом допускаемой погрешности ± 0,01 г.

Допускается использовать другие весы при условии их соответствия требованиям настоящего стандарта.

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*).

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.

7 Приготовление пробы

Проба для определения общей серы представляет собой аналитическую пробу, приготовленную *по ГОСТ 10742, ГОСТ 11303 или ГОСТ 23083*.

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 ISO 687, ГОСТ 11305 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 с пределом допускаемой погрешности ± 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) с верхним наружным диаметром не более 35 мм.

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 (5.4).

В отдельном сосуде взвешенную навеску топлива (8.1) тщательно перемешивают с 2,5 г взвешенной смеси Эшка. 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 с пределом допускаемой погрешности ± 0,01 г.

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 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 остыть.

Примечание — Для того чтобы предотвратить растрескивание фарфоровых тиглей после извлечения из муфельной печи, следует охлаждать их медленно, поместив на подставку из легкого огнеупорного материала.

8.3.2 Кокс

Тигель (тигли) с навеской кокса, заполненный 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 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 $см^3$.

Примечание — Для предотвращения распыления осадка при пересыпании разрешается предварительно налить в стакан 25—30 $см^3$ дистиллированной воды (5.1).

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 приблизительно 50—70 $см^3$ горячей дистиллированной воды (5.1), 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. *При растворении сульфатов по 8.4.2 общий объем суспензии в стакане доводят водой до 130—150 $см^3$.*

8.4.2 Растворение сульфатов в горячей воде

Стакан с суспензией помещают на электроплиту и нагревают, не доводя до кипения. Нагрев при температуре от 70 °С до 80 °С продолжают в течение 1 ч, после чего фильтруют содержимое через фильтр средней плотности в химический стакан вместимостью 600 $см^3$, стараясь при этом не переносить остаток на фильтр.

Остаток в стакане (400 $см^3$) трижды обрабатывают порциями горячей дистиллированной воды (5.1) 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 дистиллированной водой. Остаток на фильтре не менее пяти раз промывают горячей дистиллированной водой, взмучивая его струей из промывалки. Все порции фильтрата и промывные воды собирают в один стакан вместимостью 600 $см^3$. Общий объем фильтрата должен быть не более 300 $см^3$.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного (5.14) и при постоянном перемешивании небольшими порциями приливают соляную кислоту (5.5) до перехода окраски индикатора от желтой к розовой. После этого к раствору добавляют еще 1 $см^3$ соляной кислоты (5.5) в избыток.

Примечание — Допускается применять индикатор метиловый оранжевый (5.14) и раствор соляной кислоты 1:1 (5.6).

Раствор кипятят 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 (5.5) и подогревают, чтобы ускорить процесс растворения. Для растворения остатка обычно бывает достаточно 17 $см^3$ кислоты.

Содержимое стакана кипятят в течение 5 мин для удаления диоксида углерода, а затем фильтруют, собирая фильтрат в стакан вместимостью 600 $см^3$. Фильтрование осуществляют одним из двух способов:

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

Примечание — Для приготовления фильтровальной подушки дважды промытую кислотой фильтровальную бумагу, 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, 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 (5.1) по 20 $см^3$, объединяя промывные воды с фильтратом.

Добавляют в фильтрат две-три капли раствора индикатора метилового красного (5.14) и при постоянном перемешивании осторожно небольшими порциями приливают раствор гидроксида аммония (5.13) до изменения окраски индикатора и появления осадка. Небольшими порциями добавляют соляную кислоту (5.5) до растворения появившегося осадка и еще 1 $см^3$ в избыток.

Раствор при необходимости разбавляют водой (5.1) до объема приблизительно 200 $см^3$, нагревают 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 медленно (в течение приблизительно 20 с) приливают по каплям 10 $см^3$ холодного раствора хлорида бария (5.8) в центр стакана при постоянном перемешивании.

Выдерживают раствор при температуре, близкой к температуре кипения, в течение 30 мин. *Предпочтительно после этого оставить раствор отстаиваться 12 ч. При необходимости сразу приступить 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.

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

b) Свободное фильтрование под действием силы тяжести через фильтровальную подушку, приготовленную из обеззоленной, дважды промытой соляной кислотой фильтровальной бумаги (см. 8.4.3, примечание).

c) 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 течение 1 ч при температуре (130 ± 10) °С и взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

Для обеспечения количественного перенесения осадка на фильтр стенки стакана, в котором проводили осаждение, тщательно протирают кусочком обеззоленного фильтра, слегка смоченного водой, который затем помещают в фильтр с осадком. После этого стенки стакана дважды обмывают водой. Осадок на фильтре промывают горячей водой до полного удаления ионов хлора по реакции с раствором нитрата серебра (5.12). Порция промывной воды при добавлении одной-двух капель раствора нитрата серебра должна давать лишь незначительную опалесценцию.

8.6 Прокаливание и взвешивание сульфата бария

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

Тигель помещают на электроплиту 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, 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, после чего взвешивают на весах с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

Если фильтрование осадка сульфата бария проведено способом с), 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 с пределом допускаемой погрешности ± 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 (5.14) приливают с помощью пипетки с одной меткой 25,0 см^3 раствора сульфата калия (5.10).

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

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

где 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 (5.10), г/дм^3;

m_1 — масса навески топлива, взятой для анализа, г.

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

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

где m_1, m_2, m_3 — см. пояснения к формуле (1).

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

10.1 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух параллельных определений, проведенных в разное время в одной лаборатории, одним исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры из навесок, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать значения предела повторяемости, указанного в таблице 2.

Таблица 2 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения общей серы в твердом топливе, % абс.

Массовая доля общей серы	Предел повторяемости в расчете на одинаковую массовую долю аналитической влаги	Предел воспроизводимости в расчете на сухое топливо
До 5,0 включ.	0,05	0,10
Более 5,0	0,10	0,20

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает предел повторяемости, указанный в таблице 2, 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 Предел воспроизводимости

Расхождение между результатами, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы на последней стадии ее приготовления, не должно превышать значения предела воспроизводимости, указанного в таблице 2.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) идентификация анализируемой пробы;
b) ссылка на настоящий стандарт;
c) дата проведения испытаний;
d) результаты испытаний с указанием состояния топлива, на которое они представлены;
e) особенности, замеченные во время испытаний.

Приложение А
(информационное)

Расчет коэффициентов, используемых в формуле (1) 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

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

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 S_t^a, выраженную в процентах, рассчитывают по формуле

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

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,

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

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO 687—2012	IDT	ISO 687:2010 «Твердые минеральные топлива. Кокс. Определение влаги в аналитической пробе»
ГОСТ 27313—2015	NEQ	ISO 1170:2013 «Уголь и кокс. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива»
ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007)	MOD	ISO 11722:2013 «Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе высушиванием в токе азота» ISO 5068-2:2007 «Бурые угли и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе»

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

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

УДК 662.6:543.812:006.354

МКС 73.040
75.160.10

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

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 21.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru