ГОСТ 9326—2002
(ИСО 587—97)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Методы определения хлора

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо», Федеральным государственным унитарным предприятием «Институт горючих ископаемых»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 от 1 июля 2002 г. по переписке)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 587—97 «Топливо твердое минеральное. Определение хлора с применением смеси Эшка» и содержит дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 3 октября 2002 г. № 363-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9326—2002 (ИСО 587—97) введен в действие в качестве Государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2004 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9326—90

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2005

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определение хлора с применением смеси Эшка 2
4 Определение хлора сжиганием в калориметрической бомбе. 5
Приложение А Расчет коэффициентов, используемых в формулах настоящего стандарта 7

Поправка к ГОСТ 9326—2002 (ИСО 587—97) Топливо твердое минеральное. Методы определения хлора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Приложение А. Раздел А.2. Формула	$Cl^a = \frac{(V_2 - V_3)c \cdot 2 \cdot 35{,}45}{1000} \frac{100}{m} \frac{(V_2 - V_3)c \cdot 7{,}09}{m}$	$Cl^a = \frac{(V_2 - V_3)c \cdot 2 \cdot 35{,}45}{1000} \cdot \frac{100}{m} = \frac{(V_2 - V_3)c \cdot 7{,}09}{m}$

(ИУС № 11 2016 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Методы определения хлора

Solid mineral fuels.
Methods of chlorine determination

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лигниты, бурые и каменные угли, *антрациты, горючие сланцы, торф, продукты обогащения, брикеты* и коксы (далее — топливо) и устанавливает методы определения хлора сжиганием в муфеле со смесью Эшка *или в калориметрической бомбе* с последующим *меркуриметрическим титрованием,* или определением по Фольгарду, или потенциометрическим титрованием с ион(хлор)селективным электродом.

Дополнительные сведения, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 147—95 (ИСО 1928—76) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 2179—75 Проволока из никеля и кремнистого никеля. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520—78 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Магния оксид. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5307—77 Проволока константановая неизолированная. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 11014—2001 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренный метод определения влаги

ГОСТ 11303—75 Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305—83 Торф. Методы определения влаги

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 23083—78 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

Издание официальное

ГОСТ 27313—95 (ИСО 1170—77) Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива

ГОСТ 27314—91 (ИСО 589—81) Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги

ГОСТ 27589—91 (ИСО 687—74) Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

3 Определение хлора с применением смеси Эшка

3.1 Сущность метода

Навеску пробы топлива сжигают со смесью Эшка в окислительной атмосфере до полного удаления сгораемых веществ и превращения хлора в хлориды щелочных металлов. Хлориды экстрагируют раствором азотной кислоты и определяют *меркуриметрическим титрованием* или методом Фольгарда, или потенциометрическим титрованием с помощью ион(хлор)селективного электрода.

3.2 Реактивы

3.2.1 Смесь Эшка, состоящая из двух частей (по массе) оксида магния (MgO) *по ГОСТ 4526* и одной части (по массе) безводного карбоната натрия (Na_2CO_3) *по ГОСТ 83.*

Смесь Эшка готовят из прокаленного при 700 °С оксида магния и высушенного при 105—110 °С карбоната натрия. Смесь должна полностью проходить через сито с сеткой *02 по ГОСТ 6613. Номинальный размер стороны квадратной ячейки в свету 0,2 мм.*

3.2.2 Кислота азотная *по ГОСТ 4461,* концентрированная, плотностью 1,42 г/см^3, и раствор 1:10.

3.2.3 Серебро азотнокислое ($AgNO_3$) *по ГОСТ 1277,* раствор для титрования концентрации *с* ($AgNO_3$) 0,025 моль/дм^3.

Измельченный кристаллический нитрат серебра высушивают при 125 °С в течение 2—3 ч. 4,247 г нитрата серебра растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3 в мерной колбе. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.2.4 Натрий хлористый (NaCl) *по ГОСТ 4233,* раствор концентрации *с* (NaCl) 0,02 моль/дм^3, готовят из стандарт-титра или реактива квалификации ч.д.а. или х.ч. Реактив высушивают при 105—110 °С. Навеску массой 1,169 г растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3 в мерной колбе.

3.2.5 Индикатор бромфеноловый синий по ГОСТ 4919.1, раствор 0,005 г/см^3.

0,5 г препарата растворяют в 50 см^3 этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см^3.

3.2.6 Индикатор дифенилкарбазон по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор 0,01 г/см^3.

Раствор хранят в склянке из темного стекла. Раствор устойчив в течение 15 сут.

3.2.7 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

3.2.8 Ртуть (II) азотнокислая $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ по ГОСТ 4520, раствор концентрации с ($Hg(NO_3)_2$) 0,01 моль/дм^3.

3,43 г реактива растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют 1 см^3 концентрированной азотной кислоты (3.2.2) и разбавляют до 1 дм^3 в мерной колбе. Раствор готов к применению через 48 ч. Раствор хранят в темной склянке.

Концентрацию раствора нитрата ртути (II) устанавливают по раствору хлористого натрия (3.2.4). Аликвоту раствора хлористого натрия переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 воды, 3—5 капель индикатора бромфенолового синего (3.2.5), при этом раствор окрашивается в фиолетовый цвет, добавляют по каплям раствор азотной кислоты (3.2.2) до перехода окраски в желтую, приливают 5—10 капель индикатора дифенилкарбазона (3.2.6) и медленно титруют раствором нитрата ртути (II) при непрерывном перемешивании до появления неисчезающей сиреневой окраски.

Концентрацию раствора азотнокислой ртути (II) с, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c = 1/2\ c_1 \frac{V_1}{V},$$

где c_1 — концентрация раствора хлористого натрия, моль/дм^3;

V_1 — объем раствора хлористого натрия, взятый для титрования, см^3;

V — объем раствора азотнокислой ртути (II), израсходованный на титрование, см^3.

3.2.9 Железоаммонийные квасцы (сульфаты аммония и железа III) $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ *по ГОСТ 4919.1,* индикатор, насыщенный раствор.

В 100 см^3 кипящей воды растворяют 125 г железоаммонийных квасцов, охлаждают, фильтруют и добавляют концентрированную азотную кислоту (3.2.2) до исчезновения бурой окраски.

3.2.10 Калия тиоцианат (KSCN), раствор для титрования концентрации *с* (KSCN) 0,025 моль/дм^3.

2,4 г тиоцианата калия растворяют в воде и разбавляют до 1 дм^3. Концентрацию раствора устанавливают по раствору азотнокислого серебра (3.2.3) в присутствии железоаммонийных квасцов (3.2.9).

3.2.11 н-Гексан-1-ол (гексиловый спирт) или 3,5,5-триметилгексан-1-ол.

3.2.12 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

3.3 Аппаратура

3.3.1 Печь муфельная с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающая постоянную температуру (675±25) °С.

3.3.2 Тигли фарфоровые высокие *№ 3 по ГОСТ 9147* или тигли из платины или кварцевого стекла вместимостью около 25 см^3.

3.3.3 Пластина толщиной 6 мм из кварца или другого огнеупорного материала, свободно помещающаяся в муфельной печи (3.3.1).

3.3.4 Весы лабораторные общего назначения с погрешностью взвешивания 0,1 и 0,2 мг.

3.3.5 Установка для потенциометрического титрования с хлорселективным электродом и электродом сравнения.

3.4 Подготовка пробы

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 10742, ГОСТ 23083 и ГОСТ 11303.

Для определения массовой доли хлора используют аналитическую пробу, измельченную до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм. Пробу доводят до воздушно-сухого состояния, разложив тонким слоем на время, необходимое для установления приблизительного равновесия между влажностью топлива и окружающей атмосферы.

Перед проведением испытания воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, предпочтительно механическим методом.

Одновременно с определением содержания хлора из другой навески пробы определяют массовую долю влаги *по ГОСТ 27314, ГОСТ 11014, ГОСТ 27589, ГОСТ 11305.*

3.5 Проведение испытания

3.5.1 Сжигание навески топлива

На дно тигля помещают ровным слоем 0,5 г смеси Эшка. Навеску топлива массой 1 г взвешивают в подходящем стаканчике для взвешивания и тщательно перемешивают с 2,5 г смеси Эшка. Смесь переносят в тигель, разравнивают содержимое осторожным постукиванием тигля о твердую поверхность и насыпают сверху ровным слоем 1 г смеси Эшка.

Примечания

1 Для удобства работы взвешивают 4 г смеси Эшка целиком и затем отбирают порции 0,5 и 1 г для нижнего и верхнего слоя. Для этой цели используют небольшую калиброванную стеклянную пробирку, с помощью которой можно отделить 0,5 и 1 г смеси Эшка без взвешивания.

Слой смеси Эшка, помещаемый на дно тигля, защищает внутреннюю поверхность, и экстракция хлора горячей водой происходит полностью даже при повреждении внутренней поверхности тигля.

2 Если массовая доля хлора в топливе менее 0,1 %, массу навески увеличивают до 2 г.

При испытании топлив (кроме кокса) тигель с навеской помещают в холодную муфельную печь и поднимают температуру печи до (675±25) °С в течение 1 ч. Эту температуру поддерживают в течение *3 ч.* После этого тигель вынимают из печи и дают ему остыть.

При испытании кокса тигель с навеской помещают на холодную пластину (3.3.3) и вносят на ней в муфельную печь, нагретую до температуры (675±25) °С. Эту температуру поддерживают в течение *3 ч.* После этого тигель вынимают из печи и дают ему остыть.

Примечание — Чтобы предотвратить растрескивание фарфоровых тиглей во время охлаждения, нужно поместить их на подставки из легкого пористого огнеупорного материала.

Не допускается одновременное сжигание в одном и том же муфеле навесок для определения хлора, зольности и серы.

3.5.2 Меркуриметрическое титрование

3.5.2.1 После сжигания навески и охлаждения тигля смесь разрыхляют стеклянной палочкой и переносят в стакан вместимостью 250—300 см^3. Внутренние стенки тигля тщательно обмывают 50 см^3 горячей воды, собирая промывные воды в тот же стакан. Если смесь содержит несгоревшие

частицы топлива, испытание прекращают и анализ повторяют, увеличив время сжигания навески со смесью Эшка.

В стакан осторожно приливают 10 см³ концентрированной азотной кислоты, накрывают его часовым стеклом и оставляют стоять 15—20 мин, периодически перемешивая содержимое. Хлориды щелочных металлов полностью переходят в раствор.

Раствор фильтруют через неплотный фильтр, предварительно промытый раствором кислоты (3.2.2), собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см³. Фильтр промывают небольшим количеством горячей воды, например, тремя—четырьмя порциями воды по 5—10 см³ каждая, присоединяя промывные воды к фильтрату.

3.5.2.2 В фильтрат добавляют 1—2 капли индикатора бромфенолового синего, раствор окрашивается в ярко-фиолетовый цвет. К фильтрату добавляют по каплям раствор азотной кислоты до перехода окраски в желтую.

В раствор добавляют 10 капель свежеприготовленного индикатора дифенилкарбазона и титруют хлорид-ионы раствором азотнокислой ртути (II) до перехода окраски от желтой до светло-сиреневой.

3.5.3 Титрование по Фольгарду

3.5.3.1 Смесь после сжигания переносят из тигля в стакан вместимостью 250—300 см³. Тигель обмывают приблизительно 125 см³ горячей воды, собирая промывные воды в тот же стакан. Если смесь содержит несгоревшие частицы топлива, испытание прекращают и анализ повторяют, увеличив время сжигания навески со смесью Эшка.

В стакан осторожно приливают 20 см³ концентрированной азотной кислоты и накрывают его часовым стеклом до окончания процесса растворения. При необходимости содержимое перемешивают вращательным движением стакана.

Если анализируют 1 г малозольного топлива, то содержимое стакана можно не фильтровать. При анализе 2 г высокозольного топлива раствор фильтруют через неплотный фильтр, предварительно промытый кислотой, и собирают фильтрат в коническую колбу. Фильтр промывают небольшим количеством горячей воды (например, четырьмя порциями воды по 5—10 см³ каждая), присоединяя промывные воды к фильтрату.

3.5.3.2 Содержимое конической колбы охлаждают до комнатной температуры, приливают 20 см³ раствора нитрата серебра и тщательно перемешивают. Сразу добавляют 5 см³ н-гексан-1-ола или 3,5,5-триметилгексан-1-ола (3.2.11) и встряхивают раствор в течение 1 мин для коагуляции осадка. Добавляют 8—10 капель индикатора — раствора железоаммонийных квасцов и избыток нитрата серебра титруют раствором тиоцианата калия до появления слабой розово-оранжевой окраски, не исчезающей в течение 5 с.

3.5.4 Потенциометрическое титрование с хлорселективным электродом

3.5.4.1 Приготовление раствора для титрования — по 3.5.3.1.

3.5.4.2 Общий объем фильтрата не должен превышать 100 см³.

Содержимое колбы или стакана охлаждают до комнатной температуры и титруют раствором нитрата серебра, используя установку для потенциометрического титрования с хлорселективным электродом и электродом сравнения.

3.6 Контрольное испытание

Одновременно с серией анализов топлива проводят контрольное испытание по 3.5, но без навески топлива. Контрольное испытание позволяет учесть загрязнение хлором реактивов и воздуха лаборатории.

Контрольное испытание повторяют при использовании новой партии одного из реактивов и новой серии анализов.

3.7 Обработка результатов

Расчет коэффициентов, используемых в формулах для расчета массовой доли хлора в топливе, приведен в приложении А.

3.7.1 Меркуриметрическое титрование

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

$$Cl^a = \frac{(V_2 - V_3)\, c \cdot 7{,}09}{m},$$

где V_2 — объем раствора азотнокислой ртути (II), израсходованный на титрование при проведении испытания по 3.5.2, см³;

V_3 — объем раствора азотнокислой ртути (II), израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6, см³;

c — концентрация раствора азотнокислой ртути (II), моль/дм³;

m — масса навески топлива, г.

3.7.2 Метод Фольгарда

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

$$Cl^a = \frac{(V_5 - V_4)\, c_2 \cdot 3{,}545}{m},$$

где V_4 — объем раствора тиоцианата калия, израсходованный на титрование при проведении испытания по 3.5.3, $см^3$;

V_5 — объем раствора тиоцианата калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6, $см^3$;

c_2 — концентрация раствора тиоцианата калия, моль/$дм^3$;

m — масса навески топлива, г.

3.7.3 Потенциометрическое титрование

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

$$Cl^a = \frac{(V_6 - V_7)\, c_3 \cdot 3{,}545}{m},$$

где V_6 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование при проведении испытания по 3.5.4, $см^3$;

V_7 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6, $см^3$;

c_3 — концентрация раствора нитрата серебра, моль/$дм^3$;

m — масса навески топлива, г.

3.7.4 Результат испытания вычисляют до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

3.7.5 Пересчет результатов анализа на другие состояния топлива производят *по ГОСТ 27313.*

3.8 Точность метода

3.8.1 Сходимость

Расхождение результатов параллельных определений, проведенных в разное время в одной лаборатории, одним исполнителем при использовании одной и той же аппаратуры, из представительных навесок одной и той же аналитической пробы, не должно превышать 0,03 абс. %.

3.8.2 Воспроизводимость

Расхождение среднеарифметических значений результатов параллельных определений, проведенных в двух лабораториях из представительных навесок, отобранных из одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должно превышать 0,06 % абс.

3.8.3 Если расхождение результатов двух определений превышает значение сходимости (3.8.1), то проводят третье определение. За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений, находящихся в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух предыдущих результатов, за результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов трех определений.

3.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- метод определения (ссылку на настоящий стандарт);
- характеристику испытуемой пробы;
- результаты испытаний и способ их выражения;
- особенности, замеченные при проведении анализа;
- любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом, или необязательные;
- дату проведения испытания.

4 Определение хлора сжиганием в калориметрической бомбе

4.1 Сущность метода

Метод основан на сжигании навески топлива в калориметрической бомбе и определении массовой доли хлора в промывных водах меркуриметрическим титрованием или потенциометрическим титрованием с помощью ион(хлор)селективного электрода.

4.2 Реактивы

4.2.1 Кислота азотная по 3.2.2.

4.2.2 Серебро азотнокислое по 3.2.3.

4.2.3 Натрий хлористый по 3.2.4.

4.2.4 Дифенилкарбазон по 3.2.6.

4.2.5 Спирт этиловый по 3.2.7.

4.2.6 Ртуть (II) азотнокислая по 3.2.8.

4.2.7 Вода дистиллированная по 3.2.12.

4.2.8 Кислород в баллоне газообразный технический или медицинский по ГОСТ 5583. Не допускается применять кислород, полученный методом электролиза воды.

4.2.9 Асбест волокнистый, прокаленный при температуре 850 °С. Хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

4.3 Аппаратура

4.3.1 Калориметр сжигания с бомбой, жидкостной по ГОСТ 147.

4.3.2 Тигель из жаропрочной нержавеющей стали, хромоникелевого сплава, кварца или платины с основанием диаметром 15—25 мм, высотой 14—20 мм, толщиной стенок кварцевого тигля 1,5 мм, металлического — 0,5 мм.

4.3.3 Редуктор кислородный с манометром высокого давления на 24,5—29,5 МПа для контроля давления в баллоне и манометром низкого давления на 0—5 МПа — для измерения давления в бомбе.

4.3.4 Проволока для запала:

- константановая неизолированная мягкая диаметром 0,1—0,15 мм по ГОСТ 5307;

- медная круглая электротехническая диаметром 0,1—0,15 мм;

- никелевая диаметром 0,1—0,2 мм по ГОСТ 2179;

- железная или стальная диаметром 0,1—0,2 мм.

4.3.5 Весы лабораторные по 3.3.4.

4.4 Подготовка пробы — по 3.4.

4.5 Проведение испытания

4.5.1 Сжигание навески топлива

Все операции по проведению сжигания навески топлива в калориметрической бомбе проводят по ГОСТ 147 (разделы 5 и 6), но без фиксации изменения температуры и массы воды в сосуде.

Навеску массой около 1 г (от 0,8 до 1,5 г) помещают в тигель калориметрической бомбы, дно которого предварительно покрывают слоем прокаленного волокнистого асбеста, и взвешивают.

Тигель с навеской помещают в специальное гнездо для тигля на внутренней арматуре крышки калориметрической бомбы, запальную проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, среднюю часть запальной проволоки погружают в навеску топлива.

В корпус бомбы наливают 1 $см^3$ воды и закрывают крышку бомбы. Калориметрическую бомбу осторожно наполняют кислородом до давления 3 МПа, не вытесняя из нее воздух.

Бомбу помещают в сосуд с водой калориметрической установки, подсоединяют электрическую цепь зажигания и сжигают пробу.

Бомбу выдерживают в калориметрическом сосуде 15 мин, затем вынимают из сосуда и обтирают снаружи. Открывают выпускной клапан бомбы и медленно, в течение 4—5 мин, выпускают газы. Осторожно открывают крышку бомбы.

Остаток после сжигания навески и жидкость из бомбы количественно переносят в стакан вместимостью 300 $см^3$. Тщательно обмывают водой внутренние стенки бомбы, арматуру, крышку, электроды, тигель (внутри и снаружи), собирая промывные воды в тот же стакан. Общий объем промывных вод 150—200 $см^3$.

При наличии сажистого налета на внутренней поверхности бомбы или несгоревших частиц топлива, плавающих на поверхности воды в стакане, сжигание повторяют с брикетированной навеской или добавляют к навеске 0,2—0,5 г бензойной кислоты.

4.5.2 Меркуриметрическое титрование хлоридов в промывных водах

Промывные воды выпаривают приблизительно до 100 $см^3$, фильтруют в коническую колбу через неплотный фильтр, обмывают стакан и тщательно промывают фильтр горячей дистиллированной водой. Общий объем фильтрата 150 $см^3$.

К холодному фильтрату добавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (3.2.2), 0,5 $см^3$ раствора дифенилкарбазона и титруют хлор-ионы раствором азотнокислой ртути (II) до появления неисчезающей фиолетовой окраски.

4.5.3 Потенциометрическое титрование с хлорселективным электродом

Промывные воды выпаривают приблизительно до 50—70 $см^3$, фильтруют через неплотный фильтр,

обмывают стакан и тщательно промывают фильтр горячей дистиллированной водой. Общий объем фильтрата 100 см³.

После охлаждения раствора хлор-ионы определяют титрованием по 3.5.4.2.

4.6 Контрольное испытание

Одновременно с серией анализов топлива проводят контрольное испытание по 4.5 без навески топлива.

Контрольное испытание позволяет учесть загрязнение хлором реактивов и воздуха лаборатории.

Контрольное испытание повторяют при использовании новой партии любого из реактивов и проведении новой серии анализов.

4.7 Обработка результатов — по 3.7.

4.8 Точность метода — по 3.8.

4.9 Протокол испытаний — по 3.9.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Расчет коэффициентов, используемых в формулах настоящего стандарта

А.1 Относительные атомные и молекулярные массы представлены в виде химических формул и символов, заключенных в квадратные скобки.

В настоящем стандарте соблюдаются следующие эквивалентные соотношения:

$$[Hg(NO_3)_2] = 2\,[Cl]$$

$$[AgNO_3] = [Cl]$$

$$[AgNO_3] = [KSCN]$$

А.2 Меркуриметрическое титрование

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

$$Cl^a = \frac{(V_2 - V_3)\,c \cdot 2 \cdot 35{,}45}{1000} \cdot \frac{100}{m} \cdot \frac{(V_2 - V_3)\,c \cdot 7{,}09}{m},$$

где V_2 — объем раствора азотнокислой ртути (II), израсходованный на титрование при проведении испытания по 3.5.2 и 4.5.2, см³;

V_3 — объем раствора азотнокислой ртути (II), израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6 и 4.6, см³;

c — концентрация раствора азотнокислой ртути (II), моль/дм³;

m — масса навески пробы, г;

35,45 — относительная атомная масса хлора [Cl].

А.3 Метод Фольгарда

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

$$Cl^a = \frac{[(V_8\,c_3 - V_4\,c_2) - (V_8\,c_3 - V_5\,c_2)] \cdot 35{,}45}{1000} \cdot \frac{100}{m} = \frac{(V_5 - V_4)\,c_2 \cdot 3{,}545}{m},$$

где V_8 — объем раствора нитрата серебра, используемого при проведении испытания по 3.5.3 и в контрольном опыте по 3.6, см³;

c_3 — концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм³;

V_4 — объем раствора тиоцианата калия, израсходованный на титрование при проведении испытания по 3.5.3, см³;

V_5 — объем раствора тиоцианата калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6, см³;

c_2 — концентрация раствора тиоцианата калия, моль/дм³;

m — масса навески пробы, г;

35,45 — относительная атомная масса хлора [Cl].

А.4 Метод с использованием хлорселективного электрода

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

$$Cl^a = \frac{(V_6 - V_7)\, c_3 \cdot 35{,}45}{1000} \quad \frac{100}{m} = \frac{(V_6 - V_7)\, c_3 \cdot 3{,}545}{m},$$

где V_6 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование при определении по 3.5.4, $см^3$;

V_7 — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование в контрольном опыте по 3.6, $см^3$;

c_3 — концентрация раствора нитрата серебра, моль/$дм^3$;

m — навеска пробы, г;

35,45 — относительная атомная масса хлора [Cl].

УДК 662.62:516.13.06:006.354 А19 МКС 75.160.10 ОКСТУ 0309

Ключевые слова: бурый уголь, каменный уголь, антрацит, горючие сланцы, кокс, метод определения, массовая доля хлора

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Подписано в печать 15.08.2005. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 30 экз. С 583. Зак. 1643.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru