

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГЛИ БУРЫЕ И КАМЕННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫХОДА ГУМИНОВЫХ КИСЛОТ

ГОСТ 9517—76
(СТ СЭВ 4787—84)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.332/.333 : 543.06 : 006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 9517—76*

(СТ СЭВ 4787—84)

Взамен ГОСТ 9517—69

УГЛИ БУРЫЕ И КАМЕННЫЕ

Методы определения выхода гуминовых кислот

Brown coals and hard coals.
Methods for determination of humic acids yield

ОКСТУ 0309

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17 марта 1976 г. № 636 срок введения установлен с 01.07.77

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 19.09.85 № 2954 срок действия продлен до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бурые и окисленные каменные угли и устанавливает методы определения общего выхода и выхода «свободных» гуминовых кислот.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4787—84.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ВЫХОДА ГУМИНОВЫХ КИСЛОТ

Сущность метода заключается в обработке аналитической пробы угля щелочным раствором пирофосфорнокислого натрия при комнатной температуре, последующей однократной экстракции гуминовых кислот раствором натрия гидроокиси при нагревании, осаждении их избытком соляной кислоты и определении массы полученного осадка.

1.1. Аппаратура и реактивы

1.1.1. Для проведения анализа должны применяться:

центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 2000 мин$^{-1}$;

встряхиватель;

печь муфельная, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (600±15) °С;

шкаф сушильный, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (80±5) °С;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (декабрь 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1981 г., сентябре 1985 г. (ИУС 9—81, 12—85).*

© Издательство стандартов, 1987

эксикатор по ГОСТ 25336—82 с гранулированным безводным хлоридом кальция;

стаканы химические вместимостью 300—500 см³ по ГОСТ 25336—82;

пипетки вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770—74;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

бюксы по ГОСТ 25336—82;

колбы конические узкогорлые вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные вместимостью 100, 250 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

баня водяная;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;

фильтры беззольные мелкопористые;

весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г;

натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342—77, щелочной раствор; в 1000 см³ воды растворяют 44,6 г пирофосфорнокислого натрия и 4 г гидроокиси натрия;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 1%-ный водный раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., *d* 1,19, 5%-ный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Подготовка к анализу

1.2.1. Аналитическую пробу угля, приготовленную по ГОСТ 10742—71, тщательно перемешивают, отбирают навески и определяют влагу по СТ СЭВ 751—77 или ГОСТ 11014—81 и зольность по ГОСТ 11022—75.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.2. При содержании битумов в углях свыше 3% предварительно из аналитической пробы удаляют битумы по ГОСТ 10969—74.

1.2.3. Для проведения анализа берут навеску массой около 1 г в пересчете на сухую беззольную массу. Если предполагаемый выход гуминовых кислот менее 25%, то массу навески угля увеличивают до 2 г.

Все взвешивания в процессе подготовки к анализу, а также во время проведения его производят с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3. Проведение анализа

1.3.1. *Экстракция гуминовых кислот*

Навеску пробы угля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ щелочного раствора пирофосфорнокислого натрия и перемешивают при помощи встряхива-

теля в течение 1 ч. Полученную смесь центрифугируют в течение 15 мин при частоте вращения 2000 мин$^{-1}$. Раствор декантируют, нерастворившийся остаток промывают один-два раза 100 см^3 1%-ного раствора натрия гидроокиси и вновь центрифугируют, собирая основной экстракт и промывные воды в один приемник.

Промытый остаток угля переносят в колбу вместимостью 250 см^3, заливают 100 см^3 раствора гидроокиси натрия и нагревают в течение 2 ч на водяной бане так, чтобы температура раствора была не выше 80 °С.

После охлаждения содержимое колбы центрифугируют и вновь промывают 1%-ным раствором гидроокиси натрия, как указано выше, собирая основной раствор и промывные воды в один и тот же приемник. Экстракция гуминовых кислот должна быть закончена в течение 7 ч.

1.3.2. *Осаждение гуминовых кислот*

Общий экстракт фильтруют и измеряют объем полученного фильтрата. После этого из фильтрата пипеткой отбирают 100 см^3 раствора, помещают его в химический стакан и добавляют 60 см^3 раствора соляной кислоты для осаждения гуминовых кислот. Образовавшийся осадок гуминовых кислот отделяют от раствора центрифугированием или фильтрованием и промывают его водой посредством декантации, повторяя промывку до начала пептизации гуминовых кислот, которая определяется по появлению слабой желтой окраски. Для дополнительного осаждения гуминовых кислот в коллоидный раствор добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты. Общий осадок фильтруют через предварительно взвешенный беззольный фильтр и помещают в бюксу, предварительно высушенную при 80 °С и взвешенную. Затем бюксу с фильтром и осадком помещают в сушильный шкаф и при температуре не более 80 °С сушат до постоянной массы.

Контрольные просушивания проводят до тех пор, пока разность массы при двух последовательных взвешиваниях не будет превышать 0,001 г.

Учитывая массу бюксы и фильтра, определяют массу осадка.

1.3.3. Высушенный осадок с фильтром переносят в предварительно прокаленный и взвешенный до постоянной массы тигель. Тигель помещают в муфельную печь и озоляют содержимое при температуре (600±15) °С в течение 1—2 ч. После озоления тигель извлекают из печи, охлаждают сначала на воздухе в течение 5 мин, а затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Контрольные прокаливания проводят при той же температуре в течение 15 мин до тех пор, пока разность масс при двух последовательных взвешиваниях не будет превышать 0,001 г.

1.3.1—1.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫХОДА «СВОБОДНЫХ» ГУМИНОВЫХ КИСЛОТ

Сущность метода заключается в однократной экстракции гуминовых кислот из аналитической пробы угля раствором натрия гидроокиси при нагревании, последующем осаждении их избытком соляной кислоты и определении массы полученного осадка.

2.1. Аппаратура и реактивы

2.1.1. Для проведения анализа применяют аппаратуру и реактивы в соответствии с п. 1.1.1, кроме пирофосфорнокислого натрия, щелочного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Пробу угля подготавливают, как указано в пп. 1.2.1 и 1.2.3.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Экстракция гуминовых кислот*

Навеску угля помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ 1%-ного раствора натрия гидроокиси и нагревают в течение 2 ч на кипящей водяной бане так, чтобы температура раствора была не более 80 °С. После охлаждения содержимое колбы центрифугируют и промывают, как указано в п. 1.3.1.

2.3.2. *Осаждение и озоление гуминовых кислот*

Осаждение и озоление гуминовых кислот проводят в соответствии с пп. 1.3.2 и 1.3.3.

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Общий выход гуминовых кислот $(HA)_t^{daf}$ и выход свободных гуминовых кислот $(HA)_f^{daf}$ из угля в процентах вычисляют по формуле

$$(HA)^{daf} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_3},$$

где m_1 — масса высушенных гуминовых кислот, г;

m_2 — масса зольного остатка гуминовых кислот, г;

V — общий объем щелочного раствора, см³;

V_1 — объем отобранного щелочного раствора, равный 100 см³;

m_3 — масса навески угля в пересчете на сухое беззольное состояние, г, вычисляемая по формуле

$$m_3 = m_4 \cdot \frac{100 - (W^a + A^a)}{100},$$

где m_4 — масса навески угля, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе угля, %;

A^a — зольность аналитической пробы угля, %.

3.2. Вычисление результатов определения выхода гуминовых кислот в пересчете на сухое беззольное состояние проводят с точностью до первого десятичного знака.

3.1; 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P'=0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в таблице.

%

Выход гуминовых кислот	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений
До 25	1,0
Св. 25 » 50	2,0
» 50	5,0

При расхождении, превышающем указанную величину, производят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемого расхождения по отношению к результатам каждого из двух предыдущих, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 04.12 86 Подп. в печ. 13.03.87 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,33 уч.-изд. л. Тираж 4000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 5478.

gost.e-ecolog.ru