ГОСТ 10538—87

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЗОЛЫ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.62:543.822:006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Методы определения химического состава золы

Solid fuel. Methods for determination of chemical composition of ash

ГОСТ 10538—87

МКС 75.160.10
ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.88

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Аналитическую пробу топлива отбирают и приготавливают по ГОСТ 10742. Топливо сжигают по ГОСТ 11022, полученную золу измельчают в агатовой или яшмовой ступке до крупности не более 0,063 мм.

Приготовленную золу хранят в герметически закрываемом стеклянном или пластмассовом сосуде.

1.2. Содержание оксидов определяют из двух навесок золы.

1.3. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт (без пробы) для внесения в результат определения поправки, учитывающей содержание определяемых элементов в реактивах.

1.4. Взвешивание навески пробы, золы, осадков, веществ для приготовления стандартных растворов проводят на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

1.5. Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты ч.д.а.

Для приготовления растворов и при выполнении анализа используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

1.6. При проведении анализов применяют калиброванные мерные измерительные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы и др.) по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251.

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

1.8. Для построения калибровочного графика требуется не менее пяти калибровочных точек, равномерно распределенных по диапазону измерений. Каждая точка строится по среднеарифметическим результатам трех определений. При построении графика на оси абсцисс откладывают концентрацию или массу элементов в определенном объеме, а на оси ординат — измеряемую величину или функцию от нее.

1.9. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух определений.

Если расхождение между результатами двух определений превышает допускаемые расхождения, то проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое двух наиболее близких результатов определений в пределах допускаемых расхождений.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1987
© ИПК Издательство стандартов, 2003

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

1.10. Результаты вычисления приводят в виде массовой доли оксидов элементов в золе в процентах.

Массовые доли элементов вычисляют по формулам:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$Na = 0{,}7419 \cdot Na_2O$

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

1.11. Пересчет результатов определения оксида элемента на бессульфатную массу ($X_{бс}$) проводят по формуле

$$X_{бс} = \frac{X\Sigma_к}{\Sigma_к - SO_3},$$

где X — массовая доля определяемого оксида элемента в золе, %;

$\Sigma_к$ — сумма всех определяемых оксидов элементов в золе, %;

SO_3 — массовая доля триоксида серы в золе, %.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ И ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОСНОВНОГО РАСТВОРА

2.1. Сущность метода

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из солянокислого раствора, полученного после сплавления навески золы топлива, путем многократного выпаривания раствора досуха или коагуляции желатином и определении диоксида кремния по разнице в массе осадка до и после обработки фтористоводородной кислотой.

Для разложения золы топлива в качестве плавней применяют карбонат натрия или карбонат натрия-калия. При анализе золы торфа допускается применять в качестве плавия смесь тетрабората натрия и карбоната натрия (1:4).

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Печь муфельная электрическая с автоматическим регулятором, обеспечивающим постоянную температуру нагрева до 1100 °С.

Шкаф сушильный электрический с автоматическим регулятором, обеспечивающим постоянную температуру нагрева 105 °С—135 °С.

Тигель платиновый вместимостью 30—40 $см^3$ с крышкой.

Чашка фарфоровая диаметром 15—17 см с плоским дном или круглодонная.

Баня песчаная или водяная.

Шпатель платиновый.

Щипцы тигельные с платиновыми наконечниками.

Натрия карбонат (Na_2CO_3), безводный, измельченный по ГОСТ 83.

Калия-натрия карбонат ($KNaCO_3$), безводный, измельченный.

Натрия тетраборат 10-водный ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 4199, прокаленный при 600 °С, измельченный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 $г/см^3$ и растворы 1:1 и 1 %-ный.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 $г/см^3$ и раствор 1:1.

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

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, 1 %-ный раствор.

1 г желатина растворяют в 100 $см^3$ воды, нагретой до 70 °С, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане 5—7 мин.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 1 %-ный раствор, подкисленный азотной кислотой.

Аммоний роданид 5 %-ный раствор.

2.3. Подготовка к анализу

Золу топлива прокаливают до постоянной массы по ГОСТ 11022.

Навеску золы топлива массой 1 г помещают в платиновый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, прибавляют 5—6 г плавня, перемешивают до однородной массы и смесь покрывают сверху 1—2 г плавня. Тигель должен быть заполнен не более чем на $^1/_3$.

Тигель с содержимым закрывают крышкой, помещают в холодную муфельную печь, температуру нагрева постепенно повышают до 950 °С, при которой сплавляют смесь в течение 25—30 мин до однородной прозрачной массы. Затем раскаленный тигель погружают в холодную воду так, чтобы смачивалась только его внешняя поверхность.

Вместо этого для облегчения растворения плава можно, вращая раскаленный тигель в наклонном положении, равномерно распределить остывающий плав по стенкам тигля.

Остывший тигель обмывают снаружи дистиллированной водой и вместе с крышкой переносят в фарфоровую чашку, приливают 50—100 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), 2—3 капли раствора пероксида водорода и помещают чашку на нагретую водяную или песчаную баню.

Для предотвращения разбрызгивания раствора чашку покрывают перевернутой стеклянной воронкой.

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

Если в фарфоровой чашке видны неразложившиеся частицы, то разложение повторяют с уменьшенной навеской золы топлива.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Выделение кремниевой кислоты выпариванием раствора

2.4.1.1. Разложенную и переведенную в раствор по п. 2.3 навеску золы топлива выпаривают на песчаной или водяной бане досуха, осторожно растирая стеклянной палочкой с расплющенным концом образовавшиеся комочки, и нагревают до полного удаления соляной кислоты.

2.4.1.2. Остаток смачивают раствором соляной кислоты (1:1) и вновь выпаривают досуха, растирая образовавшиеся комочки.

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

2.4.1.3. Остаток в чашке охлаждают, затем приливают сначала 50 $см^3$ соляной кислоты, а через несколько минут 100—150 $см^3$ воды и слегка нагревают, помешивая раствор.

2.4.1.4. После отстаивания раствор фильтруют через фильтр (белая лента) в стакан вместимостью 400 $см^3$. Приставшие к чашке частицы кремниевой кислоты переносят на фильтр при помощи увлажненных кусочков фильтра. Осадок кремниевой кислоты на фильтре промывают 50 $см^3$ горячего 1 %-ного раствора соляной кислоты до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с раствором роданида аммония), а затем 100—150 $см^3$ горячей воды до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором нитрата серебра).

2.4.1.5. Фильтрат и промывные воды выпаривают до 100—150 $см^3$, дают остыть и переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$.

2.4.1.6. Фильтр с осадком кремниевой кислоты переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы платиновый тигель, осторожно подсушивают и озоляют, не допуская воспламенения фильтра.

2.4.1.7. Остаток прокаливают в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 30 мин и после охлаждения взвешивают. Прокаливание и взвешивание проводят до получения постоянной массы.

2.4.1.8. Остаток в тигле смачивают несколькими каплями воды, 3—4 каплями раствора серной кислоты и приливают 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты.

Содержимое тигля выпаривают на песчаной бане досуха, до прекращения выделения паров серной кислоты, не допуская разбрызгивания. При этом кремний улетучивается из раствора в виде тетрафторида.

2.4.1.9. К остатку вновь приливают кислоты по п. 2.4.1.8 и повторяют выпаривание.

2.4.1.10. Тигель с остатком прокаливают в муфельной печи при температуре 1000 °С до постоянной массы.

2.4.1.11. Остаток в тигле сплавляют с 1 г плавня и переводят в раствор по п. 2.3, применяя для разложения плавня 10—12 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1).

2.4.1.12. Раствор приливают к фильтрату, полученному по п. 2.4.1.5, и мерную колбу доливают водой до метки.

Этот основной раствор используют для определения оксида железа (III), оксида алюминия, оксида магния, оксида кальция, триоксида серы, а также диоксида титана.

2.4.2. Выделение кремниевой кислоты коагуляцией желатином

2.4.2.1. Раствор, полученный по п. 2.3, выпаривают на песчаной или водяной бане до получения влажных солей.

2.4.2.2. К содержимому чашки приливают 20—25 $см^3$ соляной кислоты, перемешивают, нагревают на водяной бане до 70 °С—80 °С и приливают 10 $см^3$ горячего свежеприготовленного раствора желатина. Затем содержимое чашки тщательно перемешивают находящейся в ней стеклянной палочкой и выдерживают при той же температуре на водяной бане в течение 5—10 мин.

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

2.4.2.4. Далее анализ продолжают, как указано в пп. 2.4.1.4—2.4.1.12.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю диоксида кремния в золе топлива (SiO_2) в процентах вычисляют по формуле

$$SiO_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с осадком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса навески золы топлива, г.

2.5.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля диоксида кремния в золе топлива SiO_2, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 10	0,3	0,5
Св. 10 » 20	0,4	0,8
» 20 »	0,5	1,0

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании яркоокрашенного комплекса трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой в кислой среде, разрушении этого комплекса при титровании ди-Na-ЭДТА и образовании слабоокрашенного комплексного соединения трехвалентного железа с ди-Na-ЭДТА.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/$см^3$ и раствор 1:1.

Аммония гидроксид по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты ($C_{10}H_{14}O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)-ди-Na-ЭДТА, раствор *с* (ди-Na-ЭДТА) — 0,05 моль/$дм^3$; приготовление раствора и установление коэффициента молярности по ГОСТ 10398.

Коэффициент молярности раствора ди-Na-ЭДТА с концентрацией, равной 0,05 моль/$дм^3$, приготовленного из стандарт-титра, равен 1.

Кислота сульфосалициловая ($C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$) по ГОСТ 4478, 10 %-ный раствор.

3.3. Проведение анализа

Для проведения анализа берут от 10 до 20 $см^3$ основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12.

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают воду так, чтобы общий объем раствора составлял не более 100 $см^3$.

Раствор нейтрализуют при постоянном перемешивании раствором гидроксида аммония до устойчивого помутнения. Затем приливают при перемешивании по каплям раствор соляной кислоты до pH 1,4—1,8 и добавляют 2—3 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор нагревают до 60 °С—80 °С и в горячем состоянии титруют раствором ди-Na-ЭДТА, тщательно перемешивая

раствор до перехода красно-фиолетовой окраски в бесцветную или зеленовато-желтую (в зависимости от содержания железа).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида железа (III) в золе топлива (Fe_2O_3) в процентах вычисляют по формуле

$$Fe_2O_3 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}00399}{m_3} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

K — коэффициент молярности 0,05 моль/дм^3 раствора ди-Na-ЭДТА;

0,00399 — масса оксида железа (III), соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА, г/см^3;

m_3 — масса золы в граммах, соответствующая объему основного раствора, взятого для определения оксида железа, вычисленная по формуле

$$m_3 = \frac{m \cdot V_1}{V_2}, \qquad (3)$$

где V_1 — объем основного раствора, взятый для анализа, см^3;

V_2 — общий объем основного раствора, см^3.

3.4.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III) в золе топлива Fe_2O_3, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 5	0,1	0,2
Св. 5 » 10	0,2	0,4
» 10 » 20	0,3	0,5
» 20	0,5	1,0

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с ди-Na-ЭДТА, последующем его разрушении фтористым натрием и титровании освободившегося раствора ди-Na-ЭДТА, эквивалентного количеству алюминия, раствором ацетата цинка.

Одновременно образующиеся комплексные соединения магния, кальция, титана и железа с ди-Na-ЭДТА не разрушаются фторидом натрия и не мешают определению.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор 1:1.

Кислота уксусная (CH_3COOH) по ГОСТ 61, раствор 1 моль/дм^3.

Аммония гидроксид по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Натрия фторид по ГОСТ 4463, насыщенный раствор.

Ди-Na-ЭДТА, раствор c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3; готовят и устанавливают коэффициент молярности по п. 3.2.

Цинка ацетат ($Zn(C_2H_3O_2)_2{\cdot}2H_2O$) по ГОСТ 5823, раствор c ($Zn(C_2H_3O_2)_2{\cdot}2H_2O$) = = 0,05 моль/дм^3.

10,972 г ацетата цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют несколько кубических сантиметров уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Коэффициент молярности раствора ацетата цинка устанавливают по 0,05 моль/дм^3 раствору ди-Na-ЭДТА согласно ГОСТ 10398.

Калия хлорид по ГОСТ 4234.

Индикатор ксиленол-оранжевый, 1 %-ный водный раствор, или сухая смесь: ксиленол-оранжевый и хлористый калий 1:100, растирают в яшмовой или агатовой ступке до однородной массы.

Натрия ацетат ($NaC_2H_3O_2{\cdot}3H_2O$) по ГОСТ 199.

Буферный раствор.

275 г ацетата натрия растворяют при нагревании в 250 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доливают водой до метки. Переливают содержимое колбы в стакан

вместимостью 600—700 см^3 и добавляют 50 см^3 раствора уксусной кислоты. pH буферного раствора составляет 5,8 (5,5—6,0).

4.3. Проведение анализа

Для проведения анализа берут от 10 до 20 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12.

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и добавляют от 10 до 50 см^3 ди-Na-ЭДТА. Раствор кипятят 1—2 мин, охлаждают. Затем прибавляют 1—2 капли раствора ксиленол-оранжевого или сухую смесь на кончике шпателя и раствор гидроксида аммония до изменения окраски раствора из желтой в фиолетовую. Далее прибавляют по каплям раствор соляной кислоты до перехода окраски из фиолетовой в желтую (pH 5,8).

К раствору приливают 5 см^3 буферного раствора, кипятят 2—3 мин, быстро охлаждают в проточной воде и избыток ди-Na-ЭДТА титруют раствором ацетата цинка до перехода желтой окраски в фиолетовую.

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

Вытесненный из комплексного соединения ди-Na-ЭДТА, эквивалентный количеству алюминия, титруют раствором ацетата цинка до перехода окраски ксиленол-оранжевого из желтой в фиолетовую.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю оксида алюминия в золе топлива (Al_2O_3) в процентах вычисляют по формуле

$$Al_2O_3 = \frac{V_3 \cdot K_1 \cdot 0{,}00255}{m_3} \cdot 100, \qquad (4)$$

где V_3 — объем раствора ацетата цинка, израсходованный на титрование ди-Na-ЭДТА, вытесненного из комплекса фторидом цинка, см^3;

K_1 — коэффициент молярности раствора ацетата цинка;

0,00255 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 раствора ацетата цинка, г/см^3;

4.4.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля оксида алюминия в золе топлива Al_2O_3, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 5	0,15	0,3
Св. 5 » 10	0,2	0,4
» 10 » 20	0,3	0,5
» 20	0,5	1,0

5. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА МАГНИЯ И ОКСИДА КАЛЬЦИЯ

5.1. Сущность метода

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

5.2. Реактивы и растворы

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, 3 %-ный раствор.

Аммония гидроксид по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Ди-Na-ЭДТА, раствор c (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, готовят по п. 3.2.

Триэтаноламин, раствор 1:3. Если реактив сильно окрашен, его очищают, переводя в солянокислый триэтаноламин. Для этого 100 см^3 триэтаноламина наливают в стакан вместимостью 250 см^3, погружают в емкость с холодной водой и приливают при перемешивании 150 см^3 смеси соляной кислоты (плотностью 1,84 г/см^3) с этиловым спиртом (гидролизным ректифицированным) в соотношении 1:1. Выделившуюся соль отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают два-три раза

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

Калия хлорид по ГОСТ 4234.

Индикатор тимолфталеин.

Индикатор флуорексон.

Индикатор метилтимоловый синий.

Индикаторная смесь № 1: смешивают метилтимоловый синий и хлорид калия в отношении 1:500, растирают в агатовой или яшмовой ступке до однородной массы.

Индикаторная смесь № 2: смешивают флуорексон, тимолфталеин и хлорид калия в отношении 1:1:100, растирают в агатовой или яшмовой ступке до однородной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Определение суммы оксида магния и кальция

Берут от 20 до 50 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12, добавляют 10—20 см^3 раствора триэтаноламина, оставляют на 2—3 мин и доливают воду до 200 см^3.

К раствору приливают около 20 см^3 раствора гидроксида аммония до pH 11,5—12,5, затем в присутствии индикаторной смеси № 1 титруют раствором ди-Na-ЭДТА до перехода синей окраски раствора в желтовато-серую.

5.3.2. Определение оксида кальция

Берут 20—50 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12, добавляют 10—20 см^3 раствора триэтаноламина, оставляют на 2—3 мин и доливают воду до 200 см^3.

Раствором гидроксида калия доводят pH до 12—13. Затем в присутствии индикаторной смеси № 2 проводят титрование раствором ди-Na-ЭДТА до исчезновения флуоресцирующего зеленого цвета.

Для лучшего наблюдения за изменением окраски раствора используют черную подставку.

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

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю оксида магния в золе топлива (MgO) в процентах вычисляют по формуле

$$MgO = \frac{(V_4 - V_5) \cdot K \cdot 0{,}002016}{m_3} \cdot 100, \quad (5)$$

где V_4 —объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование оксидов магния и кальция, см^3;

V_5 —объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование оксида кальция, см^3;

0,002016 —масса оксида магния, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА, г/см^3.

5.4.2. Массовую долю оксида кальция в золе топлива (CaO) в процентах вычисляют по формуле

$$CaO = \frac{V_5 \cdot K \cdot 0{,}002804}{m_3} \cdot 100, \quad (6)$$

где 0,002804 — масса оксида кальция, соответствующая 1 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА, г/см^3.

5.4.3. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля оксида кальция в золе топлива CaO, %	Массовая доля оксида магния в золе топлива MgO, %	Допускаемое расхождение, %	
		в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 5	—	0,2	0,4
Св. 5 » 10	—	0,3	0,6
» 10 » 20	—	0,4	0,8
» 20	—	0,5	1,0
—	До 5	0,1	0,2
—	Св. 5 » 10	0,2	0,4
—	» 10	0,3	0,6

6. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТРИОКСИДА СЕРЫ

6.1. Сущность метода

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

6.2. Реактивы и растворы

Бария хлорид по ГОСТ 4108, 10 %-ный раствор.

Ди-Na-ЭДТА, раствор *с* (ди-Na-ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3; готовят по 3.2.

6.3. Проведение анализа

50 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12, помещают в стакан вместимостью 400—600 см^3 и добавляют воду до 250 см^3. К раствору прибавляют 30—40 см^3 раствора ди-Na-ЭДТА и кипятят в течение 2—3 мин. Не прекращая нагревания, к раствору небольшими порциями добавляют 10 см^3 раствора хлорида бария. Раствор выдерживают при слабом кипении в течение 30 мин и отстаивают в течение12—15 ч.

Раствор фильтруют через плотный фильтр и осадок сульфата бария на фильтре промывают горячей водой до полного удаления хлоридов (проба с раствором нитрата серебра).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный при 800 °С до постоянной массы фарфоровый или платиновый тигель.

Фильтр в тигле уплотняют, постепенно обугливают, не допуская его воспламенения, и прокаливают в течение 0,5 ч в муфельной печи при температуре 800 °С.

Остаток в тигле охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю триоксида серы в золе топлива (SO_3) в процентах вычисляют по формуле

$$SO_3 = \frac{a \cdot m_4 \cdot 0{,}3429}{m} \cdot 100, \qquad (7)$$

где a — фактор разбавления, равный $\frac{V_2}{V_1}$;

m_4 — масса сульфата бария после прокаливания, г;

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

6.4.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля триоксида серы в золе топлива, SO_3, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 5	0,1	0,2
Св. 5 » 10	0,2	0,3
» 10	0,3	0,5

7. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

7.1. Сущность метода

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

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектрический колориметр с принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор *с* (HCl)=2 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая ($C_6H_8O_6$), раствор.

100 г аскорбиновой кислоты растворяют в 1000 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор готовят непосредственно перед определением.

Меди сульфат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165, раствор 50 г/дм^3.

Калия пиросульфат ($K_2S_2O_7$) по ГОСТ 7172.

Аммония гидроксид по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

Диантипирилметан, раствор 10 г/дм^3.

Диантипирилметан растворяют в соляной кислоте c (HCl)=2 моль/дм^3. Раствор устойчив при хранении в темном месте в течение 12—14 сут.

Титана диоксид, прокаленный при 700 °С—800 °С.

7.3. Подготовка к анализу

7.3.1. Приготовление стандартного раствора

Навеску диоксида титана массой 0,1 г сплавляют с 3 г пиросульфата калия в платиновом тигле при 700 °С—800 °С до получения прозрачного плава.

Плав охлаждают и растворяют в растворе соляной кислоты. Раствор переливают в колбу вместимостью 1000 см^3, доливают раствор соляной кислотой до метки и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,1 мг диоксида титана.

7.3.2. Построение градуировочного графика

В колбы вместимостью по 50 см^3 наливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 и 0,8 мг диоксида титана.

В каждую колбу вносят по две капли раствора сульфата меди и по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты для восстановления триоксида железа.

Раствор отстаивают в течение 5—10 мин, а затем в колбу приливают 12 см^3 раствора диантипирилметана и доливают раствор соляной кислоты до метки. Содержимое колбы перемешивают.

Раствор отстаивают в течение 1 ч и измеряют значение оптической плотности раствора при длине волны в диапазоне 400—430 нм в кювете с толщиной слоя раствора 50 мм в сравнении с контрольным раствором.

Контрольный раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 10—20 см^3 раствора соляной кислоты и прибавляют все реактивы в той же последовательности, как указано выше.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям диоксида титана строят градуировочный график.

7.4. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 10—20 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12.

Вносят две капли раствора сульфата меди и 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ проводят по п. 7.3.2.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику содержание диоксида титана.

7.5. Обработка результатов

7.5.1. Массовую долю диоксида титана в золе топлива (TiO_2) в процентах вычисляют по формуле

$$TiO_2 = \frac{m_5}{m_3} \cdot 100, \tag{8}$$

где m_5 — масса диоксида титана, определенная по градуировочному графику, г.

7.5.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля диоксида титана в золе топлива, TiO_2, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 0,5	0,05	0,1
Св. 0,5 » 1,0	0,1	0,2
» 1,0	0,2	0,3

8. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМЕШАННОГО ОКСИДА МАРГАНЦА

8.1. Сущность метода

Метод основан на окислении марганца перйодатом калия до перманганата, определении оптической плотности полученного раствора при длине волны 525 нм и сравнении найденного значения с оптической плотностью стандартного раствора при этой же длине волны.

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектрический колориметр с принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3 и раствор 1:1.

Кислота фосфорная плотностью 1,75 г/см^3.

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

Калия перйодат (KJO_4).

Калия перманганат ($KMnO_4$) по ГОСТ 20490.

Стандартный раствор марганца (основной): навеску перманганата калия массой 2,068 г растворяют в 500 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают воду до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,72 мг марганца.

Стандартный раствор марганца: 10 см^3 основного стандартного раствора марганца помещают в колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают воду до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,0072 мг марганца.

8.3. Подготовка к анализу

8.3.1. Приготовление раствора А

Навеску золы топлива массой 0,5 г помещают в платиновую чашку или тигель. Навеску увлажняют несколькими каплями воды, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты и 10—12 см^3 фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля осторожно выпаривают досуха. Обработку навески кислотами и выпаривание повторяют.

К сухому остатку приливают 5 см^3 раствора серной кислоты, 10 см^3 воды и слегка нагревают до полного растворения осадка.

Раствор фильтруют через неплотный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3, тигель и фильтр промывают горячей водой, охлаждают, доливают воду до метки и перемешивают содержимое. Фильтр выбрасывают. Полученный раствор А используют для определения содержания смешанного оксида марганца, оксида калия и оксида натрия.

8.3.2. Приготовление контрольного раствора А

Контрольный раствор А готовят по п. 8.3.1 без использования навески золы топлива.

8.4. Проведение анализа

В колбу вместимостью 150 см^3 отмеряют от 5 до 15 см^3 раствора А.

В другую колбу вместимостью 150 см^3 отмеряют такое же количество контрольного раствора А.

В третью колбу отмеряют 10 см^3 стандартного раствора марганца.

Во все три колбы доливают воду до объема около 35 см^3, добавляют 1,5 см^3 серной кислоты, 0,5 см^3 фосфорной кислоты и 0,5 г перйодата калия.

Одновременно в четвертую колбу вместимостью 150 см^3 помещают около 35 см^3 воды, 1,5 см^3 серной кислоты, 0,5 см^3 фосфорной кислоты и 0,5 г перйодата калия. Полученный раствор используют в качестве контрольного стандартного раствора.

Растворы кипятят в течение 5 мин, затем в течение 30 мин выдерживают при температуре, близкой к температуре кипения.

После охлаждения растворы переливают в мерные колбы вместимостью по 50 см^3, доливают воду до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 525 нм сразу же после приготовления.

Оптическую плотность раствора А испытуемой пробы измеряют по сравнению с контрольным раствором А, а оптическую плотность стандартного раствора марганца по сравнению с контрольным стандартным раствором.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую долю смешанного оксида марганца в золе топлива (Mn_3O_4) в процентах вычисляют по формуле

$$Mn_3O_4 = \frac{D_1 \cdot m_6 \cdot 1{,}388}{D_2 \cdot m_7} \cdot 100, \qquad (9)$$

где D_1 — оптическая плотность раствора А;

m_6 — масса марганца, содержащаяся в объеме стандартного раствора марганца, взятого для анализа, мг;

1,388 — коэффициент пересчета марганца на оксид марганца;

D_2 — оптическая плотность стандартного раствора марганца;

m_7 — масса золы в объеме раствора А, взятого для анализа, мг.

8.5.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля оксида марганца Mn_3O_4, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 1	0,05	0,1
Св. 1 » 3	0,1	0,2
» 3 » 5	0,2	0,3
» 5	0,3	0,5

9. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ФОСФОРА (V) С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

9.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в присутствии азотной кислоты фосфорномолибденованадиевого комплексного соединения, окрашенного в желтый цвет, и измерении оптической плотности раствора при длине волны 413 нм.

Определение фосфора проводят из основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12.

При необходимости, для определения фосфора из отдельной навески золы, применяют методы по ГОСТ 1932.

9.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектрический колориметр с принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:3.

Калия фосфат однозамещенный по ГОСТ 4198, дважды перекристаллизованный и высушенный над серной кислотой.

Стандартный раствор однозамещенного фосфата калия: 0,1917 г фосфорнокислого калия растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки и перемешивают. 1 $см^3$ стандартного раствора соответствует 0,1 мг оксида фосфора (V).

Аммония молибдат по ГОСТ 3765.

Аммония ванадат мета по ГОСТ 9336.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.3. Подготовка к анализу

9.3.1. Приготовление реактивной смеси

10 г молибдата аммония растворяют в 100 $см^3$ воды при нагревании до 50 °С—60 °С. К раствору при непрерывном перемешивании постепенно приливают 2 $см^3$ азотной кислоты. При образовании осадка раствор фильтруют. Одновременно 0,3 г ванадата аммония растворяют в 50 $см^3$ воды при 50 °С—60 °С; раствор охлаждают и постепенно, при постоянном перемешивании, приливают 50 $см^3$ раствора азотной кислоты. Растворы хранят в склянках из темного стекла в темном месте. Растворы смешивают непосредственно перед применением, постепенно вливая молибденовокислый раствор в ванадиевый, затем приливают 16 $см^3$ азотной кислоты и перемешивают.

9.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ наливают 2, 4, 6, 8, 10 и 12 $см^3$ стандартного раствора однозамещенного фосфата калия, что соответствует 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 и 1,2 мг оксида фосфора (V). В каждую колбу приливают по 5 $см^3$ азотной кислоты, доливают водой до 50 $см^3$, приливают по 16 $см^3$ реактивной смеси, доливают водой до метки и перемешивают.

Растворам дают стоять 15 мин и затем измерят оптическую плотность при длине волны 413 нм в кювете с толщиной слоя раствора 30 мм в сравнении с контрольным раствором.

Контрольный раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10—25 $см^3$ воды и прибавляют 5 $см^3$ азотной кислоты, 16 $см^3$ реактивной смеси, доливают водой до метки и перемешивают.

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

9.4. Проведение анализа

В стакан вместимостью 100 $см^3$ отмеряют 10—25 $см^3$ основного раствора, приготовленного по п. 2.4.1.12, и выпаривают до получения влажных солей. Затем приливают 7—10 $см^3$ азотной кислоты

и, прикрыв стакан часовым стеклом, осторожно нагревают и выпаривают до 5 см^3. Если раствор выпарен до меньшего объема, то доливают азотную кислоту до 5 см^3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 16 см^3 реактивной смеси, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора по п. 9.3.2.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику массовую долю оксида фосфора (V) в граммах.

9.5. Обработка результатов

9.5.1. Массовую долю оксида фосфора (P_2O_5) в золе топлива в процентах вычисляют по формуле

$$P_2O_5 = \frac{m_8}{m_3} \cdot 100, \qquad (10)$$

где m_8 — масса оксида фосфора (V), найденная по градуировочному графику, г.

9.5.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 8.

Таблица 8

Массовая доля оксида фосфора, P_2O_5, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
Св. 0,05 до 0,1	0,01	0,02
» 0,1 » 0,5	0,03	0,05
» 0,5 » 1	0,05	0,1
» 1 » 5	0,2	0,5

10. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА НАТРИЯ И ОКСИДА КАЛИЯ

10.1. Сущность метода

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

Для определения оксида натрия и оксида калия используют раствор А по п. 8.3.1. Допускается приготавливать раствор A_1 по п. 8.3.1 из навески золы массой 0,1 г, если необходимо определить только оксид натрия и оксид калия.

Для определения оксида натрия и оксида калия допускается приготавливать растворы А и A_1, растворяя сухой остаток по п. 8.3.1 в растворе соляной кислоты 1:1. В этом случае стандартные растворы хлорида натрия и хлорида калия готовят, также используя раствор соляной кислоты 1:1.

10.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотометр пламенный с принадлежностями.

Натрия хлорид по ГОСТ 4233.

Калия хлорид по ГОСТ 4234.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3, раствор c (H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3.

Стандартный раствор хлорида натрия: 0,1886 г хлорида натрия, высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе серной кислоты в стакане небольшой вместимости.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывают стакан над колбой и доводят до метки раствором серной кислоты.

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

Стандартный раствор хлорида калия: 0,1583 г хлорида калия, высушенного при 110 °С до постоянной массы, растворяют в растворе серной кислоты в стакане небольшой вместимости.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывают стакан водой над колбой и доводят до метки раствором серной кислоты.

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

10.3. Подготовка к анализу

10.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая наливают 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 10 см^3 стандартного раствора хлорида натрия. Колбы доливают раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

100 см^3 приготовленных растворов соответствует 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг оксида натрия.

Проводят измерения интенсивности излучения натрия при длине волны 589 нм в каждом растворе и регистрируют значения показаний прибора.

Градуировочный график строят по значениям показаний прибора и количеству оксида натрия (в миллиграммах) в соответствующих растворах.

Если показание прибора при определении интенсивности излучения раствора, содержащего только раствор серной кислоты, дает отклонение, указывающее на наличие оксида натрия, то это значение учитывают при проведении определений остальных растворов, используя при построении градуировочного графика разность полученных значений.

Построение градуировочного графика для оксида калия проводят, как указано выше, измеряя интенсивность излучения калия при длине волны 768 нм.

10.4. Проведение анализа

В две мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая отмеряют: в одну 5 см^3 раствора А, приготовленного по п. 8.3.1, в другую 5 см^3 контрольного раствора А, приготовленного по п. 8.3.2. Колбы доливают раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

Измеряют на пламенном фотометре интенсивность излучения указанных растворов при длине волны 589 нм для натрия и при длине волны 768 нм для калия.

По разности полученных значений при определении интенсивности излучения исследуемого и контрольного растворов по градуировочным графикам определяют количество оксида натрия и оксида калия в исследуемых растворах пробы.

При смене растворов распыляющую систему промывают водой

10.5. Обработка результатов

10.5.1. Массовую долю оксида натрия или оксида калия в золе топлива (Na_2O или K_2O) в процентах вычисляют по формуле

$$Na_2O \text{ или } K_2O = \frac{m_9}{m_{10}} \cdot 100, \qquad (11)$$

где m_9 — масса оксида натрия или оксида калия, содержащаяся в 100 см^3 исследуемого раствора, определенная по градуировочному графику, мг;

m_{10} — масса золы топлива в объеме раствора А, взятого для анализа, мг.

10.5.2. Расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 9.

Таблица 9

Массовая доля оксида натрия Na_2O или оксида калия K_2O в золе топлива, %	Допускаемое расхождение, %	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 0,5	0,05	0,1
Св. 0,5 » 1,0	0,1	0,2
» 1,0	0,2	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством угольной промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2866**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5776—86**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 10538.0-72 — ГОСТ 10538.8-72**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.2	ГОСТ 4478—78	3.2
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 5823—78	4.2
ГОСТ 199—78	4.2	ГОСТ 6709—72	1.5
ГОСТ 1277—75	2.2	ГОСТ 7172—76	7.2
ГОСТ 1770—74	1.6	ГОСТ 9336—75	9.2
ГОСТ 1932—93	9.1	ГОСТ 10398—76	3.2, 4.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 7.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 8.2
ГОСТ 3760—79	3.2, 4.2, 5.2, 7.2	ГОСТ 10742—71	1.1
ГОСТ 3765—78	9.2	ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 4108—72	6.2	ГОСТ 11022—95	1.1, 2.3
ГОСТ 4165—78	7.2	ГОСТ 11293—89	2.2
ГОСТ 4198—75	9.2	ГОСТ 20490—75	8.2
ГОСТ 4199—76	2.2	ГОСТ 24363—80	5.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 8.2, 10.2	ГОСТ 25336—82	1.6
ГОСТ 4233—77	10.2	ГОСТ 29227—91	1.6
ГОСТ 4234—77	4.2, 5.2, 10.2	ГОСТ 29251—91	1.6
ГОСТ 4461—77	9.2		
ГОСТ 4463—76	4.2		

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 13.10.92 № 1365**

7. **ИЗДАНИЕ (октябрь 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1992 г. (ИУС 1—93)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 08.10.2003. Подписано в печать 17.11.2003. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,60. Тираж 171 экз. С 12734. Зак. 982.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru