



**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

УГЛИ БУРЫЕ И КАМЕННЫЕ

Методы определения выхода гуминовых кислот

Brown coals and hard coals.
Methods for determination of humic acids yieldГОСТ
9517-76*

(СТ СЭВ 4787-84)

Взамен
ГОСТ 9517-69

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

2000/

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 пиррофосфорнокислого 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°C .

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°C и взвешенную. Затем бюксу с фильтром и осадком помещают в сушильный шкаф и при температуре не более 80°C сушат до постоянной массы.

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

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 $(600 \pm 15)^\circ\text{C}$ 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 $0,001 \text{ г}$.

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 пиррофосфорнокислого 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 $(НА)_t^{daf}$ и выход свободных гуминовых кислот $(НА)_f^{daf}$ из угля в процентах вычисляют по формуле

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

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.