
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
58914—
2020

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение выхода и состава
водорастворимых форм веществ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2020

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Топливо твердое минеральное»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 июля 2020 г. № 364-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение выхода и состава водорастворимых форм веществ

Solid mineral fuel. Determination of water-soluble matter content and composition

Дата введения — 2021—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения выхода водорастворимых форм веществ (далее — водорастворимые вещества) из лигнитов, бурых и каменных углей, антрацита, отходов их добычи и обогащения, а также из твердых отходов сжигания углей и материалов на их основе (далее — топливо, твердое минеральное топливо).

Макро- и микроэлементный состав водорастворимых веществ определяют стандартными методами, установленными для анализа природных, сточных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9815 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

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

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 17321 Уголь. Обогащение. Термины и определения

ГОСТ 21153.0 Породы горные. Отбор проб и общие требования к методам физических испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31950 Вода. Методы определения содержания общей ртути беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрией

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 Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 56219 (ИСО 17294-2:2003) Вода. Определение содержания 62 элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

ГОСТ Р 57011 Отходы добычи и обогащения углей. Классификация

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины по ГОСТ 17070, ГОСТ 17321, ГОСТ Р 57011 и ГОСТ Р 8.563.

4 Сущность метода

Определение выхода водорастворимых веществ из твердого минерального топлива основано на обработке навески пробы водой при соотношении твердой фазы к жидкой, равном 1:50 по массе. Полученный раствор отделяют от твердой фазы центрифугированием с последующим фильтрованием фугата через плотный фильтр.

Аликвоту, отобранную от полученного фильтрата, упаривают, получая сухой остаток.

Выход водорастворимых веществ из топлива определяют гравиметрическим методом исходя из массы сухого остатка, которую пересчитывают на объем воды, взятой для обработки навески топлива, и выражают в процентах от массы навески или в граммах на тонну топлива (г/т, то же что мг/г, ppm).

Оставшуюся часть фильтрата используют для определения элементного состава водорастворимых веществ.

Микроэлементы, содержащиеся в растворах в концентрациях ниже порога чувствительности применяемых методов, определяют из сухого остатка, полученного после выпаривания. Для этого сухой остаток обрабатывают небольшим количеством раствора разбавленной азотной кислоты. Концентрация элементов в таком растворе повышается за счет уменьшения объема раствора, что делает возможным их определение. В последующих расчетах учитывают кратность концентрирования раствора.

Содержание элементов, входящих в состав водорастворимых веществ, выражают в микрограммах на 1 г топлива или в миллиграммах на 1 дм³ раствора, полученного при обработке навески топлива водой в соотношении 1:50.

5 Аппаратура

5.1 Весы неавтоматического действия класса точности I по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления шкалы 0,1 мг.

5.2 Шкаф сушильный с электронагревом, терморегулятором и регулируемой вентиляцией, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева (105 ± 5) °С.

5.3 Центрифуга лабораторная, обеспечивающая скорость вращения не менее 10 000 об/мин, в комплекте со стаканами для центрифугирования вместимостью около 250 см³, снабженными герметично закрывающимися крышками.

5.4 Баня водяная с регулируемым нагревом.

5.5 Мешалка магнитная лабораторная с диапазоном скорости вращения от 300 до 1500 об/мин.

5.6 Колбы мерные 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

5.7 Колба с тубусом для фильтрования под вакуумом 1-2000 по ГОСТ 25336 (колба Бунзена).

5.8 Пипетки градуированные разной вместимости по ГОСТ 29227.

5.9 Цилиндры мерные 1—25—2, 1—100—2, 1—500—2 по ГОСТ 1770.

5.10 стаканы В-1—150 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—800 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.11 Чашки фарфоровые выпарительные № 3 номинальной вместимостью 100 см³ по ГОСТ 9147.

5.12 Воронка Бюхнера № 2 или № 3 по ГОСТ 9147.

5.13 Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

5.14 Бумага фильтровальная ФМ-I, ФБ-I по ГОСТ 12026.

5.15 Эксикаторы исполнения 1 по ГОСТ 25336.

5.16 Промывалки из полипропилена или полиэтилена.

5.17 Брусочки металлические (якорь) в политетрафторэтиленовой оболочке для перемешивания растворов на магнитной мешалке.

5.18 Банки и контейнеры из полипропилена с плотно закрывающимися крышками разной вместимости.

5.19 Стекланные палочки.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены, испытательное оборудование — аттестовано.

6 Реактивы

6.1 Вода 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

6.2 Кислота азотная особо чистая, концентрированная по ГОСТ 11125.

6.3 Раствор азотной кислоты: в химический термостойкий стакан вместимостью 1000 см³ (5.10) наливают 700 см³ воды (6.1). Осторожно при перемешивании, не допуская перегрева раствора, добавляют 50 см³ концентрированной азотной кислоты (6.2), охлаждают и доводят в стакане водой (6.1) до объема 1000 см³.

Раствор хранят в полипропиленовой посуде.

6.4 Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118.

6.5 Раствор соляной кислоты для обработки фарфоровых выпарительных чашек (5.11): в химическом стакане из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³ (5.10) осторожно смешивают 850 см³ воды (6.1) и 150 см³ соляной кислоты (6.4). Раствор охлаждают и хранят в полипропиленовой емкости с завинчивающейся крышкой.

Применяемые реактивы должны быть квалификации не ниже указанной.

Допускается применение реактивов по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортных, технические характеристики которых не хуже указанных в нормативных документах раздела 2.

7 Подготовка проб

Отбор проб осуществляют по ГОСТ 10742, ГОСТ 9815, ГОСТ 21153.0 и [1], [2].

Подготовку пробы для анализа проводят по ГОСТ 10742, ГОСТ 21153.0. Аналитическая проба должна быть измельчена до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм. Допускается использовать пробу, проходящую через сито с размером отверстий 200 мкм. Измельченная 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.

До начала определения измельченную воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин. Одновременно с навеской пробы для определения выхода и состава водорастворимых веществ отбирают навеску пробы для определения содержания в ней влаги. Определение содержания влаги в воздушно-сухой пробе угля проводят по ГОСТ 33503, определение влаги воздушно-сухой пробы отходов — высушиванием навески пробы отходов в сушильном шкафу на воздухе при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы.

Массовую долю влаги в пробе рассчитывают по потере массы навески при ее высушивании и выражают в процентах по отношению к массе навески.

Отбор и подготовку проб допускается проводить в соответствии с иными нормативными и (или) техническими документами, действующими на предприятии.

8 Подготовка к испытанию

8.1 Тщательно очищают и моют всю применяемую посуду в соответствии с правилами техники лабораторных работ при проведении микроанализа.

8.2 Вымытую посуду сушат. Мерную посуду подвергают естественной сушке или продувают потоком чистого сухого воздуха.

8.3 Цилиндры (5.9) тарируют. Для этого ставят цилиндр на весы (5.1) и наливают в него воду (6.1), ориентируясь на соответствующую массу требуемого объема воды. По нижнему мениску воды в цилиндре делают метку.

8.4 Фарфоровые чашки (5.11) обрабатывают раствором соляной кислоты, приготовленной по 6.5, затем тщательно промывают водопроводной водой и далее водой по 6.1, осушают сначала фильтровальной бумагой ФБ-I (5.14), а затем в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 10 мин.

9 Проведение испытания

9.1 Взвешивают 10 г пробы, подготовленной в соответствии с разделом 7, и записывают массу навески с точностью до 0,0001 г.

9.2 Навеску пробы количественно переносят в химический стакан вместимостью 800 см³ (5.10), наливают в него из цилиндра, тарированного по 8.3, 500 см³ воды (6.1) и опускают якорь (5.17).

9.3 Стакан устанавливают на магнитную мешалку и перемешивают в течение 3 ч при постоянной фиксированной скорости, обеспечивающей эффективное перемешивание без разбрызгивания раствора. Оптимальная скорость вращения мешалки от 600 до 800 об/мин.

9.4 Затем смесь полностью переносят в четыре стакана для центрифугирования, равномерно распределяя по ним весь объем смеси.

Оставшиеся в стакане твердые частицы топлива счищают стеклянной палочкой (5.19) в стаканы для центрифугирования, после чего закрывают их герметичными крышками, помещают в центрифугу и включают ее. Режим центрифугирования подбирают в зависимости от свойств смеси для получения максимально осветленного фугата.

9.5 Далее через воронку Бюхнера (5.12) с двойным фильтром ФМ-1 (5.14) фугат из всех стаканов фильтруют под вакуумом в чистую сухую колбу (5.7). Фугат на фильтр следует переносить из всех стаканов постепенно, порциями, осторожно, стараясь не взмучивать осадок. Не отключать вакуум до тех пор, пока вода не стечет полностью. После окончания фильтрования остаток вместе с фильтром отбрасывают.

Примечание — Перед фильтрованием фугата фильтры на воронке Бюхнера необходимо промыть под вакуумом водой (6.1) в количестве до 50 см³. Не отключать вакуум до тех пор, пока не прекратит капать промывная вода. Затем промывные воды из колбы удаляют, колбу осушают или заменяют на сухую и через промытые фильтры фильтруют фугат.

9.6 Фильтрат в колбе для фильтрования под вакуумом тщательно перемешивают и переносят в полипропиленовую емкость.

9.7 Выход водорастворимых веществ из топлива определяют, взвешивая сухой остаток после выпаривания аликвоты фильтрата. Для этого поступают следующим образом:

- наливают в водяную баню (5.4) воду (6.1) и нагревают ее до кипения;
- чашку, подготовленную по 8.4, взвешивают, записывают ее массу с точностью до 0,0001 г;
- в цилиндр, тарированный по 8.3, наливают 100 см³ фильтрата (9.6);
- часть фильтрата объемом около 50 см³ переносят из цилиндра в чашку;
- для выпаривания чашку с фильтратом ставят в гнездо крышки водяной бани с кипящей водой. Уровень воды в бане должен быть таким, чтобы вода не касалась дна чашки;
- по мере выпаривания фильтрата в чашку порциями переносят оставшийся в цилиндре фильтрат;
- промывают цилиндр 2—3 раза небольшими порциями воды (6.1), сливая промывные воды в выпарительную чашку;
- выпаривают содержимое чашки досуха. Снимают чашку с водяной бани и промокают внешнюю поверхность чашки фильтровальной бумагой ФБ-I (5.14);
- чашку с остатком переносят в сушильный шкаф (5.2), нагретый до температуры 100 °С — 105 °С и высушивают до постоянной массы;

- после окончания сушки чашку вынимают из сушильного шкафа, охлаждают на воздухе 3—5 мин, а затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Записывают массу с точностью до 0,0001 г.

10 Обработка результатов

Выход водорастворимых веществ из сухого топлива C^d , %, вычисляют по формуле

$$C^d = \frac{(m_2 - m_1) \cdot V}{m_n \cdot V_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_2 — масса чашки с сухим остатком после выпаривания и высушивания, г;

m_1 — масса пустой чашки, г;

V — объем воды, взятой для обработки навески пробы (9.2), см³;

V_1 — объем аликвоты фильтрата, отобранной для выпаривания, см³;

m_n — масса навески пробы, г, пересчитанная на сухое состояние топлива по формуле

$$m_n = \frac{m(100 - W^a)}{100}, \quad (2)$$

где m — масса воздушно-сухой пробы (9.1);

W^a — содержание влаги воздушно-сухой пробы.

Примечание — Массовую долю водорастворимых веществ в топливе, выраженную в граммах на тонну (мкг/г, ppm) вычисляют умножением результата, выраженного в процентах, на 10^4 .

Если расхождение между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости r , приведенного в таблице 1, то за результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат измерения рассчитывают с точностью до 0,01 % и округляют до 0,1 %.

При превышении пределов повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (5.2).

Расхождение результатов, полученных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должно превышать предела воспроизводимости R , указанного в таблице 1.

При превышении пределов воспроизводимости определяют причины такого расхождения и принимают меры к их устранению.

11 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

11.1 Предел повторяемости

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в пределах короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предела повторяемости r , указанного в таблице 1.

11.2 Предел воспроизводимости

Расхождение двух результатов, каждый из которых представляет собой среднееарифметическое значение результатов параллельных определений, полученных в двух разных лабораториях на дубликатах одной и той же аналитической пробы, пересчитанных на сухое состояние топлива, не должно превышать предела воспроизводимости R , указанного в таблице 1.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения выхода водорастворимых веществ из топлива при доверительной вероятности $P = 95\%$

Диапазон выхода водорастворимых веществ из топлива, % абс.	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, рассчитанными	
	на аналитическое состояние топлива	на сухое состояние топлива
	Предел повторяемости r , % отн.	Предел воспроизводимости R , % отн.
До 2 включ.	20	25
Св. 2	15	20

12 Определение макро- и микроэлементного состава водорастворимых веществ

12.1 В оставшемся после определения выхода водорастворимых веществ фильтрате (9.5) определяют макро- и микроэлементы, в том числе Cl, F, Hg, As, B, Be, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Mo, Ni, P, Pb, S, Se, Sr, V, Zn. Определение проводят различными химическими и физико-химическими методами, указанными в 12.3. Ряд определяемых микроэлементов при необходимости может быть дополнен.

12.2 Элементы, содержащиеся в фильтрате в концентрациях ниже чувствительности применяемых методов, определяют в растворе, полученном обработкой сухого остатка (см. 9.7) разбавленной азотной кислотой (6.3). Для этого сухой остаток в чашке после его взвешивания обрабатывают следующим образом.

- в тарированный по 8.3 цилиндр вместимостью 25 см³ наливают 25 см³ раствора азотной кислоты (6.3);
- небольшими порциями раствора азотной кислоты из цилиндра (приблизительно по 5 см³) обмывают внутреннюю поверхность чашки, счищая со стенок осадок стеклянной палочкой и сливая каждую порцию раствора в полипропиленовую емкость вместимостью 50 см³;
- полученный раствор тщательно перемешивают и используют для определения содержания элементов методами, указанными в 12.3.

12.3 Макро- и микроэлементы, входящие в состав водорастворимых веществ, выделенных из топлива, определяют в растворах, полученных по 9.1—9.5 или 12.2, методами по ГОСТ 31950, ГОСТ Р 56219, [3]—[10] с точностью, указанной в этих документах.

12.4 Обработку результатов определения состава водорастворимых веществ в топливе проводят в соответствии с требованиями выбранных методов и с учетом концентрирования или разбавления растворов.

Библиография

- [1] ПНД Ф 12.4.2.1-99 Отходы минерального происхождения. Рекомендации по отбору и подготовке проб. Общие положения
- [2] ПНД Ф 12.1:2.2.2:2.3:3.2-03 Методические рекомендации. Отбор проб почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, шламов промышленных сточных вод, отходов производства и потребления
- [3] ПНД Ф 14.1:2:3.173-2000 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации фторид-ионов в сточных, природных поверхностных и подземных водах потенциометрическим методом
- [4] ПНД Ф 14.1:2:3.2-95 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с о-фенантролином
- [5] ПНД Ф 14.1:2:3:4.237-2007 (ФР 1.31.2007.03812) Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с ашрезорцином
- [6] ПНД Ф 14.1:2:4.113-97 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации общего хлора в питьевых, природных и сточных водах титриметрическим методом
- [7] ПНД Ф 14.1:2:4.132-98 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации анионов: нитрита, нитрата, хлорида, фторида, сульфата и фосфата в пробах природной, питьевой и сточной воды методом ионной хроматографии
- [8] ПНД Ф 14.1:2:4.135-98 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации элементов в пробах питьевой, природных, сточных вод и атмосферных осадков методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой
- [9] ПНД Ф 14.1:2:4.140-98 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовых концентраций бериллия, ванадия, висмута, кадмия, кобальта, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, хрома в питьевых, природных и сточных водах методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией
- [10] ПНД Ф 14.1:2:4.143-98 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовых концентраций алюминия, бария, бора, железа, калия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, натрия, никеля, стронция, титана, хрома и цинка в питьевых, природных и сточных водах методом исп-спектроскопии

Ключевые слова: уголь, отходы, водорастворимые формы веществ, состав

БЗ 8—2020

Редактор *Е.В. Зубарева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 20.07.2020. Подписано в печать 23.07.2020. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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