



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УГОЛЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНОГО ВЕЩЕСТВА

ГОСТ 29086—91
(ИСО 602—83)

Издание официальное

24 руб. БЗ 6—91/401



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

УГОЛЬ**Метод определения минерального вещества**

Coal. Determination of mineral matter

ГОСТ**29086—91****(ИСО 602—83)**

ОКСТУ 0309

Дата введения 01.01.93**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения минерального вещества в углях всех типов, включая бурые угли и лигниты.

Примечание. Дополнения и изменения, допускаемые к применению в народном хозяйстве в комплексе с требованиями настоящего стандарта, приведены в приложении 2.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 8606 Топливо твердое. Методы определения серы*.

ГОСТ 9516 Угли бурые и каменные. Метод прямого гравиметрического определения влаги**.

ГОСТ 27314 Топливо твердое. Определение содержания влаги.

ГОСТ 9326 Топливо твердое. Методы определения хлора.

ГОСТ 27313 Топливо твердое. Обозначение аналитических показателей и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива***.

* Применение ГОСТ 8606 допускается до введения ИСО 157—75 в качестве государственного стандарта.

** Применение ГОСТ 9516 допускается до введения ИСО 331—83 в качестве государственного стандарта.

*** Применение ГОСТ 27313 допускается до введения ИСО 1170—74 в качестве государственного стандарта.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

ГОСТ 11022 Топливо твердое минеральное. Определение зольности.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Частичная деминерализация пробы угля обработкой соляной и фтористоводородной кислотами в условиях, при которых угольное вещество остается неизменным. Регистрация потери массы угля, обусловленной кислотной обработкой, и определение нерастворимой части минерального вещества озолением частично деминерализованного угля. Определение содержания железа в золе с целью расчета содержания пирита в экстрагированном угле. Определение количества соляной кислоты, поглощенной угольным веществом.

4. РЕАКТИВЫ

Для анализа используют только реактивы квалификации ч.д.а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Соляная кислота, ρ 1,18 г/см³.

4.2. Соляная кислота, раствор c (HCl) 5 моль/дм³.

4.3. Фтористоводородная кислота, ρ 1,13 г/дм³.

Предостережение. Очень токсична при вдыхании, при попадании на кожу и внутрь. Вызывает сильные ожоги. Следует держать контейнер плотно закрытым в хорошо проветриваемом месте. При попадании в глаза немедленно промывают большим количеством воды и обращаются за медицинской помощью. При работе надевают соответствующую защитную одежду и перчатки. При несчастном случае или недомогании немедленно следует обратиться за медицинской помощью (если возможно, следует предъявить этикетку реактива).

5. АППАРАТУРА

Вся перечисленная ниже аппаратура должна быть устойчивой к воздействию кислот, особенно фтористоводородной кислоты. Подходящим материалом является поливинилхлорид (ПВХ).

5.1. Химический стакан с крышкой вместимостью 200 см³.

5.2. Чехол для термометра — трубка, запаянная с одного конца, в которую вставляется термометр.

5.3. Мешалка.

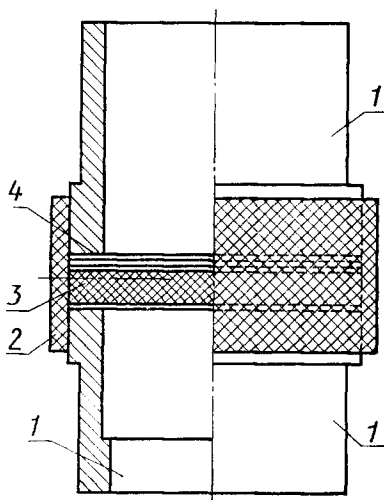
5.4. Промывалка.

5.5. Бумажный фильтр, соединенный с фильтровальной пластиной из спекшегося оксида алюминия (см. чертеж).

5.6. Слянка для фильтрования под вакуумом.

5.7. Весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 мг.

Фильтровальное устройство



1 — цилиндр из кислотоустойчивого материала (например, ПВХ); 2 — резиновое кольцо; 3 — пластина из спекшегося оксида алюминия; 4 — фильтр

6. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

Для определения минерального вещества используют аналитическую пробу, измельченную до прохождения через сито с отверстиями размером 200 мкм (приложение 2). При необходимости перед определением пробу распределяют тонким слоем и выдерживают в течение минимального времени, которое необходимо для установления приблизительного равновесия между влажностью пробы и влажностью атмосферы в лаборатории.

Перед началом определения воздушно-сухую аналитическую пробу угля (см. примечание) тщательно перемешивают в течение 1 мин предпочтительно механическим способом.

Примечание. Перед проведением анализа проба угля может быть высушена при 105—110°C.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Взвешивают около 6 г пробы с точностью 0,1 мг в химический стакан и добавляют 40 см³ раствора соляной кислоты (см. примечание 1). Вставляют мешалку и трубку с термометром и закрывают крышкой. Химический стакан помещают в водяную баню, нагретую до температуры 55—60°C. Содержимое перемешивают с

интервалом в 5 мин. Через 45 мин стакан вынимают и дают осесть угольной суспензии в течение 10 мин. Раствор фильтруют через фильтр под вакуумом. Уголь на фильтре промывают водой, дают стечь воде и переносят в химический стакан, смывая его водой в количестве не более 5 см³. Необходимо избегать потерь угля при разбрызгивании (см. примечание 2).

В химический стакан добавляют 40 см³ фтористоводородной кислоты и повторяют тепловую обработку и фильтрование, как описано выше. Уголь с фильтра переносят в химический стакан, смывая его водой в количестве не более 5 см³. В химический стакан добавляют 50 см³ соляной кислоты, помещают его на водяную баню и повторяют ранее описанную тепловую обработку. Раствор фильтруют и трижды промывают уголь водой, каждый раз декантируя раствор. Весь уголь переносят на фильтр и промывают горячей водой 20 раз по 25 см³. Остатки угля удаляют из стакана при помощи палочки с резиновым наконечником и холодной воды.

Уголь просушивают под вакуумом в течение 5—10 мин.

Фильтр разбирают, влажный уголь разрыхляют и сушат вместе с фильтром в вакуумном шкафу при температуре 50°C и давлении 3,5 кПа¹ в течение 1,5 ч, затем извлекают и охлаждают на воздухе в течение 1 ч для доведения до воздушно-сухого состояния, после чего взвешивают. Уголь по возможности максимально переносят в стеклянную емкость, закрывающуюся стеклянной пробкой. Верхнюю часть фильтра и фильтровальную бумагу очищают от угля и взвешивают. Массу экстрагированного угля находят по разности.

Экстрагированный уголь тщательно перемешивают и определяют в нем влагу, хлор и зольность, а также общее железо в золе. Определяют также влагу и зольность исходной пробы, причем каждое определение следует проводить в соответствии с требованиями соответствующего стандарта (см. разд. 2). Вычислять количество соляной кислоты, эквивалентное содержанию хлора, и количество пирита, эквивалентное общему содержанию железа.

Примечания:

1. При работе с химически активными углями, включая бурые угли и лигниты, кислоту наливают в стакан до помещения туда пробы угля, чтобы избежать местного перегрева.

2. Первое экстрагирование соляной кислотой не является обязательным для углей с массовой долей диоксида углерода менее 0,5%.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты, используемые при расчетах, должны быть выражены на сухое состояние топлива. Массовую долю минерального

¹ 1 кПа = 10 мбар.

вещества (MM^d) в процентах, вычисляют по формуле (приложение 2)

$$MM^d = \frac{m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1m_5}{m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса взятой для испытания навески, г;
 m_2 — масса испытуемого угля после экстрагирования, г;
 m_3 — масса пирита в экстрагированном угле, г;
 m_4 — масса соляной кислоты в экстрагированном угле, г;
 m_5 — масса золы экстрагированного угля за вычетом массы оксида железа из пирита, г.

Коэффициент содержания минерального вещества (K_{MM}) вычисляют по формуле

$$K_{MM} = \frac{MM^d}{A^d},$$

где A^d — зольность исходной пробы угля, %.

Пример вычисления приведен в приложении 1. Результат (предпочтительно среднее арифметическое двух определений, см. разд. 9) записывают с точностью до 0,1 %.

Примечания:

1. Расчет содержания минерального вещества, исходя из зольности (%) — по ГОСТ 27313.

2. Коэффициент 1,1 позволяет приблизительно учесть гидратную воду соединений алюминия и кремния, входящих в состав деминерализованного угля. В большинстве случаев поправка является незначительной и может не учитываться.

9. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

9.1. Сходимость

Расхождение результатов двух определений, выполненных в разное время в одной лаборатории одним лаборантом с применением одной аппаратуры из одной и той же аналитической пробы, не должно превышать значения, указанного в таблице.

Минеральное вещество	Максимально допустимое расхождение результатов	
	в одной лаборатории (сходимость)	в разных лабораториях (воспроизводимость)
	0,4% абс.	(см. п. 9.2)

9.2. Воспроизводимость

Из-за отсутствия достаточных данных установить воспроизводимость для определений, проводимых в различных лабораториях, не представляется возможным.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол должен содержать следующие данные:

- а) идентификацию испытуемого продукта;
- б) ссылку на применяемый метод;
- в) результаты и метод их выражения;
- г) отклонения, замеченные в ходе определения;
- д) операции, не включенные в настоящий стандарт или необязательные.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Пример расчета на сухое состояние

	мас. %	г	
1. Масса исходного угля	—	6,836	(m_1)
2. Зольность исходного угля	52,8	—	(A^d)
3. Масса экстрагированного угля	—	3,205	(m_2)
4. Зольность экстрагированного угля	6,03	—	(A^d_1)
5. Количество соляной кислоты, адсорбированное экстрагированным углем	1,05	—	(P_1)
6. Количество оксида железа в золе экстрагированного угля	4,2	—	(P_2)
7. Потеря массы пробы ($m_1 - m_2$)	—	3,631	—
8. Масса адсорбированной соляной кислоты ($P_1 \cdot m_2 / 100$)	—	0,034	(m_A)
9. Масса пирита в экстрагированном угле ($1,5 \cdot P_2 m_2 / 100$)	—	0,202	(m_3)
10. Масса остаточной золы $\{1,1 m_2 (A_1 - P_2) / 100\}$	—	0,065	($1,1 m$)
11. Общая масса минерального вещества $(m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1 m_5)$	—	3,932	(m_6)
12. Процентное содержание минерального вещества ($100 m_6 / m_1$)	67,5	—	(MM)
13. Коэффициент (фактор) минерального вещества (MM/A)	1,09	—	(K_{MM})

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

Дополнения, допускаемые в народном хозяйстве

Разд. 6. Отбор и подготовка проб для испытаний — по ГОСТ 10742.

Разд. 8. Массовую долю минерального вещества обозначают символом «М» — по ГОСТ 27313.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом 179
«Уголь и продукты его переработки»**РАЗРАБОТЧИКИ**

А. П. Егоров, канд. геолого-минералогических наук (руководитель темы); **И. В. Августевич**, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета по стандартизации и метрологии СССР от 09.08.91 № 1343

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 602—1983 «Уголь. Определение содержания минерального вещества» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 5 лет.**4. Введен впервые****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, приложение
ГОСТ 8606—72	2
ГОСТ 9326—90	2
ГОСТ 9516—60	2
ГОСТ 10742—71	Приложение 2
ГОСТ 11022—90	2
ГОСТ 27313—89	2, 8, приложение 2
ГОСТ 27314—87	2

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 05.09.91 Подп. в печ. 13.12.91 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,42 уч.-изд. л.
Тир. 420 экз. Цена 24 р.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 640