

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## **ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЗОЛЫ**

Издание официальное

## ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

## Методы определения химического состава золы

Solid fuel. Methods for determination of chemical composition of ash

ГОСТ  
10538—87МКС 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 ( $\text{SiO}_2$ ), оксида железа ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), оксида алюминия ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), оксида магния ( $\text{MgO}$ ), оксида кальция ( $\text{CaO}$ ), оксида калия ( $\text{K}_2\text{O}$ ), оксида натрия ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), оксида фосфора ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ), диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ), триоксида серы ( $\text{SO}_3$ ), смешанного оксида марганца ( $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ).

## 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.

## С. 2 ГОСТ 10538—87

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:

$$\text{Si} = 0,4674 \cdot \text{SiO}_2$$

$$\text{Fe} = 0,6994 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$$

$$\text{Al} = 0,5293 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$$

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

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

$$\text{P} = 0,4365 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$$

$$\text{S} = 0,4005 \cdot \text{SO}_3$$

$$\text{Ti} = 0,5995 \cdot \text{TiO}_2$$

$$\text{Mn} = 0,7203 \cdot \text{Mn}_3\text{O}_4$$

$$\text{Na} = 0,7419 \cdot \text{Na}_2\text{O}$$

$$\text{K} = 0,8301 \cdot \text{K}_2\text{O}$$

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

$$X_{\text{бс}} = \frac{X \Sigma_k}{\Sigma_k - \text{SO}_3},$$

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

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

$\text{SO}_3$  — 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<sup>3</sup> 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 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), безводный, измельченный по ГОСТ 83.

Калия-натрия карбонат ( $\text{KNaCO}_3$ ), безводный, измельченный.

Натрия тетраборат 10-водный ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) по ГОСТ 4199, прокаленный при 600 °С, измельченный.

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

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 плотностью 1,13 г/см<sup>3</sup>.

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

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

1 г желатина растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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  $\frac{1}{3}$ .

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<sup>3</sup> 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 расплюснутым 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<sup>3</sup> соляной кислоты, а через несколько минут 100—150 см<sup>3</sup> воды и слегка нагревают, помешивая раствор.

2.4.1.4. После отстаивания раствор фильтруют через фильтр (белая лента) в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>. Приставшие к чашке частицы кремниевой кислоты переносят на фильтр при помощи увлажненных кусочков фильтра. Осадок кремниевой кислоты на фильтре промывают 50 см<sup>3</sup> горячего 1 %-ного раствора соляной кислоты до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с раствором роданида аммония), а затем 100—150 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, дают остыть и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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.