

**Изменение № 1 ГОСТ 13455—91 Топливо твердое минеральное. Методы определения диоксида углерода карбонатов**

**Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 по переписке от 01.07.2002)**

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KZ, KG, MD, RU, TJ, TM, UZ, UA [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: (ИСО 925—80) на (ИСО 925—97).

Пункт 1.3. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Реактивы должны быть квалификации ч. д. а. Для анализа следует использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709 без диоксида углерода».

Пункт 1.3.2 изложить в новой редакции; дополнить подпунктами — 1.3.2.1—1.3.2.3:

*«1.3.2. Поглотители сульфида водорода*

*1.3.2.1. Фосфат меди (II), гранулированный с размером частиц 0,7—1,2 мм*

Гранулированный фосфат меди (II) готовят следующим образом. Смешивают порошкообразный фосфат меди (II) с 1%-ным раствором крахмала до состояния густой пасты. Продавливают пасту через перфорированный лист металла с отверстиями диаметром 1 мм. Высушивают при температуре 110 °С. Просеивают материал для отделения частиц требуемого размера.

*1.3.2.2. Сульфат меди (II) на пористой основе — гранулах пемзы*

Поглотитель на основе сульфата меди (II) готовят следующим образом.

Измельчают пемзу и отделяют частицы размером от 0,7 до 2,8 мм. 60 г пемзы с указанным размером частиц помещают в выпарительную чашку, наливают насыщенный раствор сульфата меди (II) так, чтобы частицы пемзы были целиком погружены в раствор. Содержимое выпаривают досуха при постоянном перемешивании, а затем выдерживают при тем-

*(Продолжение см. с. 23)*

пературе от 150 до 160 °С в течение 3—4 ч. Далее поглотитель охлаждают в эксикаторе и хранят в стеклянной посуде со стеклянной крышкой.

*1.3.2.3. Сульфат серебра, гранулированный.*

Пункт 1.3.3. Первый абзац. Заменить слова: «Перхлорат магния сухой» на «Перхлорат магния, ангидрон»;

последний абзац исключить.

Пункты 1.3.4, 1.3.5 изложить в новой редакции:

«1.3.4. Гидроксид натрия на инертной основе, аскарит, с размером частиц 1,2—1,7 мм.

1.3.5. Смачивающий реагент, пригодный для использования в растворе кислоты, например, раствор этанола (96 % об.) концентрацией 100 см<sup>3</sup>/дм<sup>3</sup>».

Пункт 1.3.6 исключить.

Пункт 1.3.7 изложить в новой редакции:

«1.3.7. Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3.8:

«1.3.8. Реактивы для контрольного испытания

Для проведения контрольного испытания могут быть использованы безводный натрий углекислый по ГОСТ 83 или безводный кальций углекислый по ГОСТ 4530».

Пункт 1.4. Первый абзац исключить;

дополнить абзацем:

«При сборке установки все соединения выполняют встык «стекло к стеклу» при помощи толстостенной эластичной резиновой трубки. Боковые отводы сосудов очистительной и поглотительной систем должны иметь одинаковый наружный диаметр»;

чертеж 1. Подрисуночная подпись. Заменить слова: «с натронным асбестом» на «с аскаритом» (позиции 2 и 7); «с фосфорнокислой медью» на «с поглотителем сульфида водорода» (позиция 6).

Пункт 1.4.1. Заменить слова: «натронным асбестом» на «аскаритом»;

дополнить абзацем:

«Допускается исключить из поглотительной цепи барботер с серной кислотой».

Пункт 1.4.2. Заменить слово: «Плоскодонная» на «Круглодонная»;

дополнить абзацем:

«Между U-образными трубками 6 и 7 должен быть помещен кран, перекрывающий систему».

Пункт 1.4.3. Третий абзац. Заменить слова: «гранулированным фосфатом меди 6 для поглощения сероводорода» на «поглотителем сульфида водорода»;

(Продолжение см. с. 24)

четвертый абзац. Заменить слова: «натронным асбестом» на «аскаритом» (2 раза);

дополнить абзацами:

«В качестве трубки для поглощения  $\text{CO}_2$  7 обычно применяют стеклянную трубку типа ТХ-У-3—150 с кранами по ГОСТ 25336. Допускается использовать трубку ТХ-У-2—150 без кранов по ГОСТ 25336.

Для уверенности в полноте поглощения диоксида углерода допускается использовать две последовательно расположенные поглотительные трубки, наполненные аскаритом».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.4.5, 1.4.6:

«1.4.5. Насос для продувания установки воздухом со скоростью 50 см<sup>3</sup>/мин. Насос присоединяют через измеритель потока к тройнику, один отвод которого снабжен запорным краном.

1.4.6. Нагреватель реакционной колбы подходящей формы электрический или газовая горелка».

Пункт 1.5 изложить в новой редакции:

«1.5. Приготовление пробы

Аналитическую пробу топлива приготавливают по ГОСТ 10742.

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее выдерживают на воздухе в тонком слое минимальное время, необходимое для достижения приблизительного равновесия между влагой пробы и влажностью атмосферы в лаборатории.

Перед проведением испытания пробу тщательно перемешивают в течение не менее 1 мин, желательно механическим способом.

Одновременно проводят определение аналитической влаги по ГОСТ 27314».

Пункт 1.6. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Удаляют пробку и смывают попавшие на нее частицы пробы в колбу. Собирают установку как показано на черт. 1, держа кран на выходе воздуха из установки закрытым, и с помощью насоса (п. 1.4.5) пропускают через нее воздух со скоростью 50 см<sup>3</sup>/мин в течение 10 мин.

Прекращают продувку воздухом, закрывают кран между трубками 6 и 7 (п. 1.4.2), а также краны на обоих концах поглотительной трубки 7 и отсоединяют поглотительную трубку 7. Если в качестве поглотительной используют U-образную трубку без кранов (п. 1.4.3), то на концы соединительных отростков трубки 7 надевают отрезки резиновых шлангов, закрытых с одной стороны оплавленными стеклянными палочками; перед взвешиванием отрезки шлангов снимают. Вытирают поглотительную трубку чистой сухой тканью, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Вновь присоединяют поглотительную трубку к прибору, открывают

(Продолжение см. с. 25)



краны на обоих концах поглотительной трубки и пропускают воздух, как прежде. Наливают в воронку 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты (п. 1.3.1), соединяют систему с атмосферой, открывая кран на выходе воздуха из установки, дают стечь кислоте в реакционную колбу, снова закрывают кран на выходе воздуха из установки и продолжают продувать ее со скоростью около 50 см<sup>3</sup>/мин. Поднимают температуру жидкости в реакционной колбе с такой скоростью, чтобы она закипела через 15 мин. Продолжают кипячение в течение 30 мин; интенсивность кипения регулируют таким образом, чтобы пары полностью конденсировались в холодильнике. Прекращают продувку воздухом, отсоединяют поглотительную трубку, охлаждают и взвешивают, как прежде;

примечание дополнить словами: «но не менее, чем до 0,5 г».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.6а (после п. 1.6):

#### «1.6а. К о н т р о л ь н о е   и с п ы т а н и е

Для проверки герметичности установки и чистоты реактивов проводят контрольное испытание, как описано в п. 1.6, используя вместо навески пробы приблизительно 60 мг реактива для контрольного испытания (п. 1.3.8), взвешенного с точностью до 0,1 мг.

Рассчитывают теоретическую массу диоксида углерода (приложение 2, п. 2), который должен выделяться при разложении взятой навески реактива, и сравнивают ее с массой, полученной при проведении контрольного испытания. Результаты проверки считают удовлетворительными, если экспериментальная величина отличается от теоретической не более чем на 10 % отн. В противном случае тщательно проверяют аппаратуру для устранения возможных утечек и (или) заменяют реактивы. Контрольное испытание повторяют до тех пор, пока не будут получены удовлетворительные результаты.

Контрольные испытания проводят после сборки новой установки, после замены частей установки или реактивов, а также перед проведением определений».

Пункт 1.7 изложить в новой редакции:

#### «1.7. О б р а б о т к а   р е з у л ь т а т о в

Результат может быть выражен в виде массовой доли диоксида углерода карбонатов и в виде массовой доли углерода карбонатов.

Массовую долю диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе  $\text{CO}_2^a$ , в процентах, вычисляют по формуле

$$\text{CO}_2^a = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1},$$

(Продолжение см. с. 26)

где  $m_2$  — увеличение массы поглотительной трубки, г;  
 $m_1$  — масса навески пробы, г.

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе  $C_{CO_2}^a$ , в процентах, вычисляют по формуле

$$C_{CO_2}^a = \frac{m_2 \cdot 0,2729 \cdot 100}{m_1},$$

где 0,2729 — коэффициент пересчета массы  $CO_2$  на С (приложение 2, п. 3).

Результат, равный среднему арифметическому результатов параллельных определений, записывают с точностью до 0,01 %.

Пункт 1.8.1. Заменить слова: «Повторяемость» на «Сходимость»; «в табл. 1» на «в табл. 1 и 1а»;

таблицу 1 изложить в новой редакции:

Т а б л и ц а 1

Массовая доля диоксида углерода	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 1 %	0,05 % абс.	0,10 % абс.
1 % и более	5 % отн.	10 % отн.

пункт дополнить таблицей — 1а:

Т а б л и ц а 1а

Массовая доля углерода карбонатов	Максимально допустимые расхождения между результатами (рассчитанными на одинаковое содержание влаги)	
	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,4 %	0,02 % абс.	0,04 % абс.
0,4 % и более	5 % отн.	10 % отн.

Пункт 1.8.2. Заменить слова: «в табл. 1» на «в табл. 1 и 1а».

Пункт 2.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«фарфоровый тигель высокой формы № 3 по ГОСТ 9147»;

(Продолжение см. с. 27)

дополнить абзацем (после третьего):

«спиральный прибор»;

дополнить примечанием:

«П р и м е ч а н и е. Взамен спирального прибора с серной кислотой для поглощения влаги допускается использовать U-образную трубку с ангидроном (п. 1.3.3.). Взамен U-образной трубки с поглотителем сульфида водорода допускается добавлять сернокислую медь непосредственно в реакционную склянку к навеске».

Пункт 2.2.5 дополнить абзацем:

«Допускается не заполнять рубашку водой. Воздушная рубашка является достаточной для поддержания постоянной температуры во время испытания».

Пункт 2.3.1 дополнить примечанием:

«П р и м е ч а н и е. Если в установке отсутствует U-образная трубка, наполненная пемзой с сернокислой медью, к навеске для поглощения сульфида водорода добавляют 1 г сернокислой меди».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.3.7:

«2.3.7. Для проверки герметичности установки и правильности получаемых результатов проводят контрольное испытание по пп. 2.3.1 — 2.3.6, используя вместо навески пробы реактив для контрольного испытания (п. 1.6а)».

Пункт 2.4.1. Таблица 2. Заменить обозначение:  $(\text{CO}_2)_M^a$  на  $(\text{CO}_2)^a$ ;

дополнить абзацем:

«Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе  $C_{\text{CO}_2}^a$ , в процентах, вычисляют по формуле

$$C_{\text{CO}_2}^a = (\text{CO}_2)^a \cdot 0,2729 \text{ »}.$$

Стандарт дополнить приложением — 2:

## «ПРИЛОЖЕНИЕ 2 Информационное

### Расчет коэффициентов, используемых в формулах настоящего стандарта

#### 1. Общий

В настоящем стандарте относительные атомные массы и относительные молекулярные массы представлены в виде химических формул и символов, заключенных в квадратные скобки. При расчетах использованы относительные атомные массы, приведенные в таблице.

(Продолжение см. с. 28)

Элемент	Символ	Относительная атомная масса
Водород	H	1,008
Углерод	C	12,011
Кислород	O	15,999
Натрий	Na	22,990
Кальций	Ca	40,078

## 2. Контрольное испытание

Теоретическую массу диоксида углерода  $m_{\text{CO}_2}$ , выделяющегося из навески карбоната натрия, равной  $m_{\text{Na}}$ , при проведении контрольного испытания, вычисляют по формуле

$$m_{\text{CO}_2} = \frac{[\text{CO}_2]}{[\text{Na}_2\text{CO}_3]} m_{\text{Na}} = \frac{44,009}{105,998} m_{\text{Na}} = 0,4152 m_{\text{Na}}.$$

Теоретическую массу диоксида углерода  $m_{\text{CO}_2}$ , выделяющегося из навески карбоната кальция, равной  $m_{\text{Ca}}$ , при проведении контрольного испытания, вычисляют по формуле

$$m_{\text{CO}_2} = \frac{[\text{CO}_2]}{[\text{CaCO}_3]} m_{\text{Ca}} = \frac{44,009}{100,086} m_{\text{Ca}} = 0,4397 m_{\text{Ca}}.$$

## 3. Испытание пробы

Массовую долю углерода карбонатов в аналитической пробе  $C_{\text{CO}_2}^a$ , в процентах, вычисляют по формуле

$$C_{\text{CO}_2}^a = \frac{[\text{C}]}{[\text{CO}_2]} \frac{m_2}{m_1} \frac{100}{m_1} = \frac{27,29}{m_1} \frac{m_2}{m_1},$$

где  $m_1$  — масса навески пробы, г;

$m_2$  — увеличение массы поглотительной трубки при проведении испытания, г%.

(ИУС № 2 2003 г.)