
**Уголь. Определение минеральной
массы**

Coal — Determination of mineral matter

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 602:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/800be3ea-1bd7-48c9-9eb4-04a308c99e8d/iso-602-2015>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 602:2015(R)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 602:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/800be3ea-1bd7-48c9-9eb4-04a308c99e8d/iso-602-2015>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2015

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода.....	1
4 Реактивы	1
5 Аппаратура.....	2
6 Подготовка пробы	2
7 Проведение испытания.....	2
8 Обработка результатов	3
9 Прецизионность метода.....	4
9.1 Повторяемость	4
9.2 Воспроизводимость	4
10 Протокол испытаний.....	4
Приложение А (нормативное) Пример вычислений	6
Библиография.....	7

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 602:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/800be3ea-1bd7-48c9-9eb4-04a308c99e8d/iso-602-2015>

Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией национальных органов стандартизации (членов ISO). Работа по подготовке Международных стандартов проводится Техническими Комитетами ISO. Каждый член ISO имеет право быть представленным в Комитете, занимающемся интересующими его проблемами. В работе Комитетов принимают участие также различные правительственные и неправительственные международные организации, связанные с ISO. В своей работе ISO тесно взаимодействует с Международной электротехнической комиссией (IEC) по вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, в соответствии с которыми был разработан и утвержден настоящий документ, изложены в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, соблюдены все требования, касающиеся правил согласования документов ISO разного типа. Настоящий документ издан в соответствии с редакционными правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2. www.iso.org/directives

Обращаем Ваше внимание на то, что некоторые положения настоящего стандарта могут являться субъектами патентного права. ISO не несет ответственности за соблюдение патентных прав. Сведения о патентных правах, зарегистрированных в период подготовки настоящего документа, приведены в разделе Введение и/или в реестре патентных деклараций ISO. www.iso.org/patents

Торговые названия, использованные в настоящем документе, приведены для удобства пользователей, что не является нарушением авторских прав.

За пояснениями по поводу специфических терминов и выражений, используемых ISO, имеющих отношение к согласованию международного взаимодействия, например, информации о соответствии документов ISO требованиям ВТО в области Технических барьеров в торговле (ТБТ), обращайтесь на URL-адрес: Foreword – Supplementary Information.

Настоящий документ подготовлен Техническим Комитетом ISO/TC 27 *Твердые минеральные топлива*, Подкомитетом SC 5 *Методы анализа*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 602:1983) в результате его пересмотра и внесения минимальных изменений.

Уголь. Определение минеральной массы

1 Область применения

Настоящий Международный стандарт устанавливает метод определения количества минеральной массы в углях всех типов, включая бурые угли и лигниты.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт не содержит ссылок на другие нормативные документы.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в следующем:

- a) проводят частичную деминерализацию пробы угля, обрабатывая пробу соляной и фтористоводородной кислотами в условиях, при которых само угольное вещество не затрагивается;
- b) определяют потерю массы пробы при обработке кислотами, после чего не растворившуюся часть минеральной массы определяют путем озоления частично деминерализованной пробы;
- c) в золе определяют содержание железа, чтобы рассчитать содержание пирита в частично деминерализованной пробе;
- d) определяют количество соляной кислоты, абсорбированное углем.

4 Реактивы

При анализе используют только реактивы, степень чистоты которых не ниже х. ч., и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Соляная кислота плотностью, ρ 1,18 г/мл.

4.2 Соляная кислота, раствор концентрацией $c(\text{HCl})$ 5 моль/л.

4.3 Фтористоводородная кислота плотностью, ρ 1,13 г/мл.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ Фтористоводородная кислота очень токсична при попадании внутрь, при вдыхании паров и при контакте с кожей. Вызывает сильные ожоги.

Герметично закрытый контейнер с фтористоводородной кислотой храните в хорошо проветриваемом месте. При попадании кислоты в глаза немедленно промойте глаза большим количеством воды и обратитесь за медицинской помощью.

Работая с фтористоводородной кислотой, пользуйтесь защитной одеждой и перчатками. При несчастном случае или ощущении недомогания немедленно обратитесь за медицинской помощью (если это возможно, покажите врачу этикетку вещества, с которым работали).

5 Аппаратура

Вся аппаратура, указанная в настоящем разделе, должна быть устойчива к кислотам, особенно к фтористоводородной кислоте. Подходящим материалом для работы с фтористоводородной кислотой является поливинилхлорид (ПВХ).

5.1 **Стакан** химический вместимостью 200 мл и часовое стекло к нему.

5.2 **Карман для термометра:** трубка, запаянная с одного конца, в которую вставляется термометр.

5.3 **Мешалка.**

5.4 **Промывалка.**

5.5 **Фильтр** беззольный бумажный с размером пор 1 мкм и фильтрующая пластина из спекшегося алюминия, изображенная на Рисунке 1.

5.6 **Колба Бунзена для фильтрования под вакуумом.**

5.7 **Весы** с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6 Подготовка пробы

Для определения минеральной массы используют аналитическую пробу угля, измельченную до прохождения через сито с размером отверстий 200 мкм. При необходимости пробу раскладывают тонким слоем на минимальное время, необходимое для достижения равновесия между влажностью пробы и влажностью окружающей атмосферы (см. ISO 11722 на метод определения влаги в аналитической пробе).

ISO 602:2015

Перед началом испытания воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают (см. примечание) не менее 1 мин, преимущественно механическим способом.

ПРИМЕЧАНИЕ Альтернативно, перед началом испытания проба угля может быть высушена при температуре 105 °C — 110 °C.

7 Проведение испытания

В стакан (5.1) помещают навеску пробы приблизительно 6 г, взвешенную с точностью до 0,1 мг, и добавляют 40 мл раствора соляной кислоты (4.2) (примечание 1). Погружают в раствор мешалку (5.3) и трубку (5.2) с термометром и накрывают стакан часовым стеклом. Стакан переносят в водяную баню, способную поддерживать температуру раствора в диапазоне от 55 °C до 60 °C. Выдерживают стакан в водяной бане в течение 45 мин, перемешивая содержимое через каждые 5 мин, после чего вынимают стакан из бани и дают угольной суспензии осесть в течение 10 мин. Фильтруют содержимое стакана через фильтр (5.5), используя вакуумный или водоструйный насос.

Уголь на фильтре промывают водой. После отсасывания воды уголь переносят обратно в стакан, смывая его с фильтра водой из промывалки в количестве не более 5 мл. Эту операцию следует проводить осторожно, чтобы избежать брызг и, как следствие, потери угля (Примечание 2).

В стакан с пробой приливают 40 мл фтористоводородной кислоты (4.3) и повторяют процедуры нагрева и фильтрования, как описано выше. Уголь, оставшийся на фильтре, смывают обратно в стакан с помощью воды в количестве не более 5 мл. Добавляют в стакан 50 мл соляной кислоты (4.1), переносят его в водяную баню и повторяют процедуру нагрева, как описано выше. Уголь в стакане трижды промывают водой, давая каждый раз угольной суспензии отстояться и сливая на фильтр верхний осветленный раствор. После этого весь уголь переносят на фильтр и 20 раз промывают порциями горячей воды по 25 мл. Прилипший к стенкам стакана уголь удаляют с помощью палочки с

резиновым наконечником и переносят на фильтр с помощью холодной воды. Отсос воды из угля на фильтре продолжают в течение 5–10 мин.

Взрыхляют влажный уголь на фильтре и сушат фильтр с углем в вакуумном сушильном шкафу при температуре 50 °С и абсолютном давлении 3,5 кПа¹⁾ в течение 1,5 ч. Извлекают фильтр с углем из сушильного шкафа, охлаждают на воздухе в течение приблизительно 1 ч, до достижения равновесия, и взвешивают. Уголь снимают с фильтра настолько тщательно, насколько это возможно, и переносят его в стеклянный, хорошо закрывающийся сосуд. Верхнюю часть фильтра и фильтровальную бумагу очищают от остатков угля и вновь взвешивают фильтр. Массу частично деминерализованного угля вычисляют как разность результатов взвешивания.

Частично деминерализованный уголь тщательно перемешивают и определяют в нем содержание влаги (ISO 11722), зольность (ISO 1171) и хлор (ISO 587), а также содержание железа в золе (ISO 157). В исходной пробе угля также определяют содержание влаги и зольность, используя стандартные методы (см. Библиографию). Вычисляют количество соляной кислоты, эквивалентное хлору, найденному в пробе, и количество пирита, эквивалентное общему железу, найденному в золе.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При анализе реакционно способных углей, включая бурые угли и лигниты, в стакан сначала помещают кислоту, а затем пробу, чтобы избежать локальных перегревов.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Первичная обработка раствором соляной кислоты проб с массовой долей диоксида углерода менее 0,5 % не обязательна.

8 Обработка результатов

Все характеристики, используемые в расчетных формулах, должны быть вычислены на сухое состояние. Массовую долю минеральной массы MM , выраженную в процентах, вычисляют по Формуле (1)²⁾.

$$\frac{m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1 m_5}{m_1} \times 100 \quad \text{ISO 602:2015} \quad (1)$$

где

m_1 масса навески пробы, взятая для анализа, г;

m_2 масса пробы после обработки кислотами (частично деминерализованной пробы), г;

m_3 масса пирита в частично деминерализованной пробе, г;

m_4 масса хлористого водорода в частично деминерализованной пробе, г;

m_5 масса золы за вычетом оксида железа, эквивалентного количеству пирита в частично деминерализованной пробе, г.

Фактор минеральной массы, F_{mm} вычисляют по Формуле (2):

$$\frac{MM}{A} \quad (2)$$

1) 1кПа = 10 мбар.

2) См. примечание.

где

A зольность исходной пробы, %.

Пример вычислений приведен в Приложении А.

Окончательный результат (предпочтительно среднеарифметическое значение результатов двух определений, см. Раздел 9) записывают с точностью до 0,1 %.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для получения значения массовой доли минеральной массы расчетным путем, исходя из зольности пробы, используют формулу по ISO 1170.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Коэффициент 1,1 позволяет в некоторой степени учесть гидратную влагу, связанную с алюмосиликатами в частично деминерализованной пробе. В большинстве случаев эта поправка очень мала, и ее можно не принимать во внимание.

9 Прецизионность метода

Минеральные массы	Максимально допускаемые расхождения результатов, полученные	
	В одной лаборатории (повторяемость)	В разных лабораториях (воспроизводимость)
	0,4 % абс.	(см. 9.2)

9.1 Повторяемость

Результаты параллельных определений, проведенных не одновременно в одной лаборатории одним оператором с использованием одной и той же аппаратуры на навесках одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на величину, указанную в таблице 1.

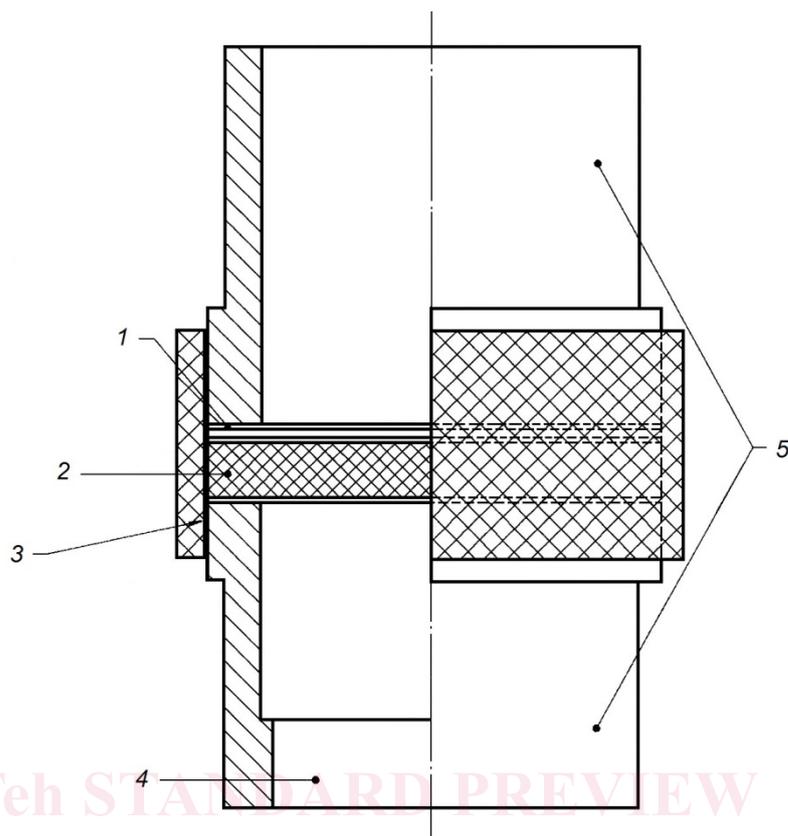
9.2 Воспроизводимость

Значение предела воспроизводимости не установлено из-за недостаточности данных о результатах определения в разных лабораториях.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- идентификацию пробы;
- ссылку на метод определения;
- результаты определения с указанием способов их обработки;
- особенности, замеченные в ходе анализа;
- операции, не включенные в настоящий стандарт, или идентифицированные как оптимальные.



Обозначения

- 1 бумажный фильтр, присоединяемый к верхнему цилиндру с помощью клеящего вещества;
- 2 фильтрующая пластина из спекшегося алюминия;
- 3 резиновое уплотнительное кольцо;
- 4 цилиндр из кислотоустойчивого материала (например, ПВХ);
- 5 цилиндр из кислотоустойчивого материала (например, ПВХ).

Рисунок 1 — Устройство для фильтрации (левая половина показана в разрезе)

Приложение А (нормативное)

Пример вычислений

Следующий пример иллюстрирует метод вычислений. Все результаты представлены на сухое состояние.

		% (м/м)	г
1	Масса навески исходной пробы	=	6,836 (m_1)
2	Зольность исходной пробы	=	52,8 (A)
3	Масса пробы после обработки кислотами	=	3,205 (m_2)
4	Зольность пробы после обработки кислотами	=	6,03 (A_1)
5	Массовая доля соляной кислоты, абсорбированной углем	=	1,06 (P_1)
6	Массовая доля оксида железа в золе угля, обработанного кислотами	=	4,2 (P_2)
7	Потеря массы частично деминерализованной пробы ($m_1 - m_2$)	=	3,631
8	Масса соляной кислоты, абсорбированной углем ($P_1 m_2 / 100$)	=	0,034 (m_4)
9	Масса пирита в угле, обработанном кислотами ($1,5 P_1 m_2 / 100$)	=	0,202 (m_3)
10	Масса золы пробы после обработки кислотами ($1,1 m_2 (A_1 - P_2) / 100$)	=	0,065 ($1,1 m_5$)
11	Общая масса минерального вещества ($m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1 m_5$)	=	3,932 (m_6)
12	Массовая доля минеральной массы ($100 m_6 / m_1$)	=	57,5 (MM)
13	Фактор минеральной массы (MM/A)	=	1,09 (F_{MM})