

7752



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

## СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

МЕТОД УСКОРЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ  
ДВУОКИСИ УГЛЕРОДА КАРБОНАТОВ

ГОСТ 7752-74

Издание официальное

**РАЗРАБОТАН** Научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом по обогащению твердых горючих ископаемых (ИОТТ)

Директор института Молявко А. Р.  
Руководитель темы Коновалов Л. Н.  
Исполнитель Сорокина Л. П.

**ВНЕСЕН** Министерством угольной промышленности СССР

Зам. министра Никитин В. Д.

**ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ** Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор Гличев А. В.

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 2805

## СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

**Метод ускоренного определения содержания двуокиси углерода карбонатов**

**Combustible shales. Method for the accelerated determination of carbon dioxide content of the carbonates**

ГОСТ

7752-74

Взамен  
ГОСТ 7752-55

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 2605 срок действия установлен

с 01.01. 1976 г.  
до 01.01. 1981 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на эстонские и ленинградские горючие сланцы, продукты их обогащения и породные прослойки, сопровождающие пласты горючих сланцев, и устанавливает метод ускоренного определения содержания в них двуокиси углерода карбонатов.

Метод основан на разложении карбонатов сланца соляной кислотой при кипячении и определении выделившейся при этом двуокиси углерода титрованием избытка кислоты едким кали.

**1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

- 1.1. Для проведения испытания должны применяться:  
 колба стеклянная коническая с нормальным шлифом № 29 вместимостью 250 мл по ГОСТ 10394-72;  
 холодильник воздушный длиной 750 мм, диаметром 9-11 мм с нормальным шлифом № 29 на нижнем конце;  
 бюретки вместимостью 25 мл по ГОСТ 1770-64;  
 стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 7148-70;  
 капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 9876-73;  
 весы аналитические;  
 бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-66;  
 кислота соляная х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 3118-67, 0,5 н. раствор;

калия гидрат окиси (кали едкое) х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4203-65, 0,5 н. раствор;  
 спирт этиловый (гидролизный) ректифицированный;  
 фенолфталеин по ГОСТ 5850-72, 1%-ный спиртовой раствор;  
 серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-63, 1%-ный раствор;  
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, свежепрокипяченная.

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение производят параллельно в двух навесках аналитической пробы сланца, приготовленной по ГОСТ 16479-70.

Сланец перемешивают в банке шпателем или ложечкой и берут для испытания в предварительно взвешенный стаканчик навеску сланца массой  $1 \pm 0,1$  г при содержании  $\text{CO}_2$  до 25% или  $0,5 \pm 0,01$  г при содержании  $\text{CO}_2$  более 25%. Одновременно производят определение содержания аналитической влаги по ГОСТ 11014-70. Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,2 мг.

2.2. Навеску сланца переносят в коническую колбу. Точную массу взятой навески устанавливают по разности массы стаканчика до и после перенесения сланца в колбу.

В колбу с навеской сланца наливают 20 мл дистиллированной воды, тщательно обмывая при этом шлиф колбы, затем из бюретки приливают 25 мл раствора соляной кислоты и вставляют воздушный холодильник. Если испытуемая пробы плохо смачивается водой (продукты обогащения), перед прибавлением соляной кислоты следует добавить 1 мл спирта.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Содержимое колбы нагревают до кипения и кипятят 15 мин, не допуская бурного кипения, после чего колбу осторожно охлаждают водой. Кислоту с внутренней поверхности холодильника смывают в колбу дистиллированной водой из промывалки. Вынимают холодильник и тщательно обмывают над колбой шлиф холодильника и шлиф колбы. Объем раствора в колбе должен составлять около 125 мл.

3.2. К суспензии в колбе добавляют пять капель раствора фенолфталеина и оттитровывают избыток соляной кислоты раствором едкого кали до слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение 0,5-1 мин.

При образовании темноокрашенных суспензий для более точного установления точки перехода окраски в слаборозовую титрование следует производить медленно, а при образовании очень темных суспензий следует предварительно отфильтровать твердый

осадок через складчатый фильтр и тщательно отмыть его до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра).

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание двуокиси углерода карбонатов в аналитической пробе сланца  $(CO_2)_k^a$  в процентах вычисляют по формуле

$$(CO_2)_k^a = \frac{0,011 (V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot 100}{m},$$

где 0,011 — масса двуокиси углерода карбонатов, соответствующая 1 мл точно 0,5 н. раствора едкого кали, г;

$V_1$  — объем 0,5 н. раствора соляной кислоты, взятый для испытания, мл;

$K_1$  — коэффициент для приведения раствора соляной кислоты к точно 0,5 н. раствору;

$V_2$  — объем 0,5 н. раствора едкого кали, израсходованный на нейтрализацию избытка соляной кислоты, мл;

$K_2$  — коэффициент для приведения раствора едкого кали к точно 0,5 н. раствору;

$m$  — масса навески испытуемой аналитической пробы сланца, г.

4.2. Содержание двуокиси углерода карбонатов в абсолютно сухом сланце  $(CO_2)_k^c$  в процентах вычисляют по формуле

$$(CO_2)_k^c = (CO_2)_k^a \cdot \frac{100}{100 - W_2},$$

где  $W_2$  — содержание аналитической влаги в испытуемой пробе, определенное по ГОСТ 11014-70, %.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Содержание двуокиси углерода карбонатов, %	Допускаемые расхождения между результатами, %	
	двух параллельных определений в одной лаборатории	двух определений по дубликатам одной лабораторной пробы в разных лабораториях
До 10	0,3	0,5
Св. 10 . 25	0,5	0,7
. 25 . 35	0,7	0,9

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, производят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

Все вычисления производят до второго десятичного знака, окончательные результаты округляют до первого десятичного знака.

---

Редактор *Н. Е. Шестакова*  
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*  
Корректор *А. Г. Старостин*

---

Сдано в наб. 13.01.75 Подп. в печ. 24.02.75 0,375 п. л. Тир. 6000 Цена 2 коп.

Издательство «Стачартов», Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лихий пер., 6, Зак. 59