

4453-74

чм. 1, 2, 3, 4, 5 +



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**УГОЛЬ АКТИВНЫЙ ОСВЕТЛЯЮЩИЙ
ДРЕВЕСНЫЙ ПОРОШКООБРАЗНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 4453—74

Издание официальное

Б3 5-92

**ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва**

**УГОЛЬ АКТИВНЫЙ ОСВЕТЛЯЮЩИЙ
ДРЕВЕСНЫЙ ПОРОШКООБРАЗНЫЙ**

Технические условия

Active adsorbing powder charcoal.
Specifications

ГОСТ

4453—74

ОКП 21 6236

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на активный осветляющий древесный порошкообразный уголь, получаемый обработкой древесного угля-сырца водяным паром при температуре выше 800 °С с последующим измельчением.

Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь предназначается для очистки пищевых, фармацевтических и других продуктов, а также различных растворов.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.
(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

I. МАРКИ

1.1. В зависимости от назначения активный осветляющий древесный порошкообразный уголь изготавливают четырех марок:

ОУ-А — осветляющий уголь сухой щелочной предназначается для очистки сиропов в сахароррафинадной промышленности, воды и растворов в производствах органических кислот, масел и жиров;

ОУ-Б — осветляющий уголь влажный кислый предназначается для очистки медицинских препаратов, растворов в крахмало-паточных производствах и на гидролизных заводах;



ОУ-В — осветляющий уголь сухой щелочной предназначается для очистки и осветления различных растворов в отраслях пищевой промышленности;

ОУ-Г — осветляющий уголь сухой щелочной предназначается для очистки жидкостей от высокомолекулярных смолистых и окрашивающих примесей в органическом синтезе.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь должен изготавляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

2.2. По физико-химическим показателям активный осветляющий древесный порошкообразный уголь должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки				Метод анализа
	ОУ-А ОКП-21 6236 0100	ОУ-Б ОКП-21 6236 0200	ОУ-В ОКП-21 6236 0300	ОУ-Г ОКП-21 6236 0400	
1. Внешний вид	Тонкодисперсный порошок черного цвета, не содержащий посторонних включений				Визуально
2. Адсорбционная активность по индикатору в миллиграммах на 1 г продукта, не менее					
по метиленовому голубому или метиленовому синему по метиленовому оранжевому	225 210	210 205	Не нормируется Не нормируется	По п. 4.4 По п. 4.4а.1	
3. Адсорбционная активность по мелассе, %, не менее	100	100	75 50	По п. 4.5 По ГОСТ	
4. Массовая доля золы, %, не более	10	6	10 10	12596—67 По ГОСТ	
5. Массовая доля влаги, %, не более	10	58	10 10	12597—67	
6. Массовая доля водорасстворимой золы, %, не более	2	1	2 2	П. п. 4.6 По п. 4.7	
7. pH водной вытяжки	Не нормирует- ся	4—6	Не нормируется		
8. Степень измельчения, остаток на сетке 0,1 К, % не более	5	—	5 5	По п. 4.8	

Продолжение

Наименование показателя	Норма для марки				Метод анализа
	ОУ-А ОКП 21 6236 0100	ОУ-Б ОКП 21 6236 0200	ОУ-В ОКП 21 6236 0300	ОУ-Г ОКП 21 6236 0400	
9. Массовая доля соединений железа в пересчете на Fe, %, не более	0,2	0,2	0,2	0,2	По п. 4.9 или по п. 4.9а.1
10. Содержание водорасторимых соединений железа		Отсутствие			По п. 4.10

Примечания:

- Для угля, предназначенного для фармацевтической промышленности, массовая доля соединений железа не должна превышать 0,05%.
 - По согласованию с потребителем допускается массовая доля влаги в сухом щелочном угле до 15% с пересчетом фактической массы на 10%-ную влажность.
 - По согласованию с потребителем адсорбционную активность угля оценивают по одному из показателей — метиленовому голубому или синему, метиловому оранжевому или мелассе.
 - Показатели 7 таблицы для угля марки ОУ-А определяют только для витаминной промышленности.
 - (Исключен, Изм. № 5).
- (Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 5445—79 со следующими дополнениями:

- масса партии — не более 5 т;
 - в документе о качестве указывают количество упаковочных единиц в партии без указания массы брутто;
 - объем выборки — 10% от партии, но не менее 10 упаковочных единиц, если партия менее 100 упаковочных единиц.
- (Измененная редакция, Изм. № 3).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 5445—79 со следующими дополнениями:

- объем точечной пробы должен быть не менее 0,5 дм³;
- точечные пробы угля марки ОУ-Б отбирают совком вручную из двух мест верхнего слоя мешка, тщательно перемешивают деревянной или пластмассовой лопаткой и сокращают методом квартования;
- объем средней лабораторной пробы должен быть не менее 1 дм³.

4.2. Среднюю лабораторную пробу помещают в сухую, чистую, плотно закрывающуюся банку, на которую наклеивают этикетку с обозначениями по ГОСТ 5445—79.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Сокращение средней пробы производят квартованием ручным способом до объема, необходимого для проведения анализа. Пробу угля марки ОУ-Б предварительно протирают через сито со штампованной сеткой № 34 по ТУ 23.2.2067—89, ТУ 23.2.2068—89.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 4).

4.3а. Общие указания

При проведении анализа применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

4.4. Определение адсорбционной активности по индикатору метиленовому голубому или метиленовому синему

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4.1. Аппаратура, посуда и реактивы:

фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-М, КФК-2; центрифуга угловая малогабаритная типа ЦУМ-1 или другая, обеспечивающая полное разделение фаз, устанавливаемое по равенству оптических плотностей дистиллированной воды и водной вытяжки после центрифугирования угля, определяемых с помощью фотоэлектроколориметра;

аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВ с частотой 80—90 колебаний в минуту или типа АВУ-1, АВУ-6с с частотой 130—140 колебаний в минуту;

спектрофотометр типа СФ-26;

кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм;

экскаватор 2—250 по ГОСТ 25336—82 с обезвоженным хлоридом кальция по ТУ 6—09—4711—81 или силикагелем по ГОСТ 3956—76;

колба мерная 1(2)—25—2 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-2—50—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 2(6)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2(6)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2(6)—2—25 по ГОСТ 20292—74;

стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
метиленовый голубой (индикатор) или метиленовый синий фармакопейный (индикатор) с массовой долей основного вещества не менее 80%; раствор массовой концентрации 1500 мг/дм³.

Массовую долю основного вещества индикатора проверяют периодически, но не реже одного раза в полгода (см. приложение).

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.4а. Определение адсорбционной активности по метиловому оранжевому

4.4а.1. Аппаратура, посуда и реактивы:

фотоэлектроколориметр типа КФК-2;

куветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм;

центрифуга угловая малогабаритная типа ЦУМ-1 или другая, обеспечивающая полное разделение фаз, устанавливаемое по равенству оптических плотностей дистиллированной воды и водной вытяжки после центрифугирования угля, определяемых с помощью фотоэлектроколориметра;

аппарат для встряхивания жидкости в сосудах типа АВУ-1 или АВУ-6с с частотой колебаний 135—140 колебаний в минуту;

колба мерная 1(2)—25—2 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 1(2)—50—2 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

колба Кн-2—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 1(4; 5)—2—1 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2(6)—2—5 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2(6)—2—10 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2(6)—2—25 по ГОСТ 20292—74;

стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336—82;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

метиловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 1500 мг/дм³.

4.4а.2. Построение градуировочного графика

0,15 г индикатора метилового оранжевого взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 200 см³ горячей дистиллированной воды, затем раствор охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки (получают рабочий раствор массовой концентрации 150 мг/дм³). Рабочий раствор следует хранить в герметично закрывающейся посуде из темного стекла не более двух недель.

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в 10 мерных колб вместимостью 100 см³ каждая вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см³ рабочего раствора метилового оранжевого массовой концентрации 150 мг/дм³, после чего объемы доводят водой температурой

(20 ± 2) °C до метки. Полученные растворы содержат в 1 дм³ соответственно 0,75; 1,50; 3,00; 4,50; 6,00; 7,50; 9,00; 10,50; 12,00; 13,50 мг/дм³ метилового оранжевого.

Оптическую плотность приготовленных растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с длиной волны (λ) от 390 до 410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

В качестве контрольного раствора применяют дистиллированную воду.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массовой концентрации раствора сравнения.

Проверку градуировочного графика проводят при ремонте и замене прибора, при замене реактива, но не реже 1 раза в месяц.

4.4а.3. Проведение анализа

Для проведения анализа готовят раствор индикатора массовой концентрации 1500 мг/дм³, 1,5 г индикатора взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 200 см³ горячей воды (70—80 °C). Затем раствор охлаждают, доводят объем раствора до метки, перемешивают.

Навеску угля массой 0,09—0,11 г, предварительно высушенного по ГОСТ 12597—67, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака).

Навеску угля помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 25 см³ раствора метилового оранжевого массовой концентрации 1500 мг/дм³, закрывают пробкой и взбалтывают на аппарате для встряхивания жидкости в сосудах в течение 20 мин. После взбалтывания угольную суспензию переносят в пробирки для центрифугирования и центрифугируют в течение 15 мин. Осторожно отбирают пипеткой 1 см³ осветленного раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор в колбе разбавляют дистиллированной водой до метки. Оптическая плотность раствора после разбавления должна быть от 0,2 до 0,8 оптических единиц. Коэффициент разбавления при этом будет равен 100.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят остаточную массовую концентрацию метилового оранжевого в разбавленном растворе.

4.4а.4. Обработка результатов

Адсорбционную активность угля по индикатору (X) в миллиграммах на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2 K) \cdot 0,025}{m},$$

где C_1 — массовая концентрация исходного раствора индикатора, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

C_2 — массовая концентрация раствора после контактирования с активным углем, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

K — коэффициент разбавления раствора;

0,025 — объем раствора индикатора, взятого для осветления, дм^3 ;

m — масса навески активного угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 мг на 1 г продукта.

4.4.1—4.4.4. (Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.4.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в 10 мерных колб, вместимостью 50 см^3 каждая, вводят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см^3 раствора индикатора, после чего объемы доводят водой с температурой $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ до метки. Полученные растворы содержат в 1 дм^3 соответственно 15; 30; 45; 60; 90; 120; 150; 180; 210; 240 $\text{мг}/\text{дм}^3$ индикатора. Оптическую плотность приготовленных растворов сравнения замеряют на фотозелектроколориметре при синем светофильтре с длиной волны (λ) 400 нм в кюветах с толщиной поглощающего света слоя 10 мм. В качестве контрольного раствора применяют дистиллированную воду. По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массовой концентрации растворов сравнения.

4.4.3. Проведение анализа

Около 0,1 г угля, предварительно высушенного по ГОСТ 12597—67, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака). Навеску угля помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 , прибавляют 25 см^3 раствора индикатора, закрывают пробкой и взбалтывают на аппарате для встряхивания жидкости в сосудах в течение 20 мин. После взбалтывания угольную суспензию переносят в пробирки для центрифугирования и центрифугируют в течение 15 мин, осторожно отбирают пипеткой 5 см^3 осветленного раствора и определяют его оптическую плотность на том же фотозелектроколориметре. Если оптическая плотность осветленного раствора превышает 0,8 оптических единиц, то 5 см^3 этого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см^3 в зависимости от его оптической плотности. Раствор в колбе разбавляют дистиллированной водой до метки. Оптическая плотность раствора после разбавления должна быть от 0,1 до 0,8 оптических единиц. Коэффициент разбавления при этом будет равен 5 или 10.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, определяют остаточную массовую концентрацию индикатора в осветленном растворе.

4.4.2, 4.4.3. (Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.4.4. Обработка результатов

Адсорбционную активность по индикатору (X) в миллиграммах на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2 K) \cdot 0,025}{m},$$

где C_1 — массовая концентрация исходного раствора индикатора, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

C_2 — массовая концентрация раствора после контактирования с активным углем, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

K — коэффициент разбавления раствора, взятого для анализа, после контактирования с углем;

m — масса навески активного угля, г;

0,025 — объем раствора индикатора, взятого для осветления, дм^3 .

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 мг на 1 г продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4, 5).

4.5. Определение адсорбционной активности по мелассе

4.5.1. Поставка и реагенты:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М, ФЭК-56;

куветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 5 мм;

колба П-2—250—34(40) по ГОСТ 25336—82 или стакан В(Н)-1—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;

баня водяная;

кизельгур или силикагель марки КСК по ГОСТ 3956—76;

уголь осветляющий — образец, утвержденный в установленном порядке;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76;

меласса, раствор готовят следующим образом: около 50 г мелассы разбавляют 800 см³ дистиллированной воды и затем водой или мелассой доводят оптическую плотность раствора до 0,6—0,7 оптических единиц при замере в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм и до 1,2—1,4 оптических единиц при замере в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, затем добавляют 1 г кизельгура или силикагеля, растертого в порошок с частицами размером не более 1 мм и взбалтывают. Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Оптическую плотность полученного раствора мелассы замеряют на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре с длиной волны (λ) 400 нм. В качестве контрольного раствора применяют дистиллированную воду.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

4.5.2. Проведение анализа

По 0,5 г анализируемого и образцового угля (в пересчете на сухой уголь) взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), помещают в плоскодонные колбы или стаканы и добавляют по 100 см³ раствора мелассы. Содержимое колб нагревают на водяной бане до 80 °С при непрерывном взбалтывании и выдерживают при этой температуре в течение 5 мин, не прекращая взбалтывать, или содержимое стакана перемешивают с помощью механической мешалки (число оборотов не менее 70 об/мин) на кипящей водяной бане в течение 7 мин. После взбалтывания растворы сразу же фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Растворы после фильтрации должны быть совершенно прозрачными.

Растворы охлаждают до комнатной температуры и определяют их оптическую плотность по отношению к дистиллированной воде при условиях, соответствующих определению оптической плотности исходного раствора мелассы.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.5.3. Обработка результатов

Адсорбционную активность анализируемого угля по мелассе (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(d - d_2) \cdot 100}{d - d_1},$$

где d — оптическая плотность исходного раствора мелассы;

d_1 — оптическая плотность раствора, обработанного образцовыми углем;

d_2 — оптическая плотность раствора, обработанного анализируемым углем.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.6. Определение массовой доли водорастворимой золы

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.6.1. Посуда и реактивы:

колба П-1—500—34(40) ТХС по ГОСТ 25336—82 или колба Кн-2—500—34(40) ТХС по ГОСТ 25336—82;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76;
 холодильник типа ХПТ длиной кожуха 300—400 мм или деф-
 легматор высотой наколов 300—350 мм по ГОСТ 25336—82;
 чаша выпарительная по ГОСТ 9147—80;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 5).

4.6.2. Проведение анализа

Около 5 г угля (в пересчете на сухой) взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), помещают в коническую или плоскодонную колбу, добавляют 250 см³ воды и кипятят с обратным холодильником в течение 2 ч, затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в другую колбу. Осадок на фильтре промывают 100 см³ воды, нагретой до 80°C. Фильтрат и промывные воды собирают в колбу, выпаривают в выпарительной чашке, предварительно взвешенной (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака), на кипящей водяной или воздушной бане и остаток сушат при 110°C до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 4, 5).

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимой золы (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса сухого остатка, г;

m — масса навески угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.7. Определение pH водной вытяжки

4.7.1. Аппаратура, посуда и реактивы:

иономер универсальный ЭВ-74;

колба Кн-2—250—34(40) ТХС по ГОСТ 25336—82;

холодильник типа ХПТ длиной кожуха 300—400 мм по ГОСТ 25336—82;

бумага фильтровальная лабораторная марки ФО по ГОСТ 12026—76;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.7.2. Проведение анализа

Около 10 г анализируемого угля (в пересчете на сухой уголь) взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до

второго десятичного знака), помещают в колбу, добавляют 100 см³ воды и кипятят в течение 3 мин, закрыв колбу пробкой с обратным холодильником. Затем содержимое колбы быстро фильтруют через бумажный фильтр, отбросив первые порции фильтрата. Фильтрат охлаждают и определяют его pH.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.8. Определение степени измельчения

4.8.1. Проведение анализа

Взвешивают около 20 г угля, просеивают вручную на сите с сеткой 01К по ГОСТ 6613—86 легким постукиванием сита о поверхность стола до прекращения выпадения мелкой фракции. Остаток на сетке взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

4.8.2. Обработка результатов

Степень измельчения угля (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка угля на сетке, г;

m — масса навески угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.9. Определение массовой доли соединений железа в пересчете на Fe

Массовую долю соединений железа в пересчете на Fe определяют роданидным или сульфосалициловым методом.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли соединений железа в пересчете на Fe определение проводят роданидным методом.

Роданидный метод

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

4.9.1. Посуда и реактивы:

колба Кн-2—100—22 ТС по ГОСТ 25336—82;

колба мерная 2—50—2 по ГОСТ 1770—74;

колба мерная 2—200—2 по ГОСТ 1770—74;

цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770—74;

бюretka 6—2—2 по ГОСТ 20292—74;

бюretka 3—2—10 по ГОСТ 20292—74;
 липетка 4(5)—2—1 по ГОСТ 20292—74;
 липетка 4(5)—2—2 по ГОСТ 20292—74;
 пипетка 2(6)—2—5 по ГОСТ 20292—74;
 цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74;
 кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор 1 : 3;
 кислота азотная по ГОСТ 4461—77;
 кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 4 \text{ моль/дм}^3$;
 аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, ч. д. а., раствор молярной концентрации $c(\text{NH}_4\text{CNS}) = 4 \text{ моль/дм}^3$;
 спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79 или эфир этиловый;
 раствор, содержащий железо (Fe III), готовят по ГОСТ 4212—76, перед употреблением разбавляют водой 1 : 100, 1 см³ этого раствора содержит 0,00001 г железа;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4, 5).

4.9.2. Проведение анализа

Золу, полученную по ГОСТ 12596—67, количественно переносят в коническую колбу, смывая 50 см³ раствора соляной кислоты и нагревают до кипения. Затем к содержимому колбы добавляют 1 см³ азотной кислоты, кипятят 1 мин и охлаждают до температуры окружающей среды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ раствора серной кислоты и объем доводят водой до метки (раствор 1).

В цилиндр вместимостью 50 см³ наливают 5 см³ раствора 1, 5 см³ раствора роданистого аммония, 20 см³ изоамилового спирта или этилового эфира и, закрыв пробкой, тщательно перемешивают. В другой такой же цилиндр наливают 3,25 см³ воды, 0,5 см³ раствора серной кислоты, 1,25 см³ соляной кислоты, 1—2 капли азотной кислоты для создания одинаковой кислотности раствора, 5 см³ раствора роданистого аммония, 20 см³ изоамилового спирта и из бюretki по каплям прибавляют раствор, содержащий железо, до уравнения окраски слоев в обоих цилиндрах. Объемы растворов в цилиндрах уравнивают водой.

При массовой доле железа в угле 0,05% и меньше прибавление раствора, содержащего железо, проводят из бюretki 3—2—10.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

4.9.3. Обработка результатов

Массовую долю железа в пересчете на Fe (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,00001 \cdot 200 \cdot 100}{5 \cdot m},$$

где V — объем раствора, содержащего железо, израсходованный на уравнение окрасок, см³;

0,00001 — масса железа, содержащаяся в 1 см³ раствора, г;

200 — объем раствора 1, в котором растворена зола, см³;

5 — объем раствора 1, взятый для анализа, см³;

t — масса навески угля, взятая для определения зольности, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,004%.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.9а. Сульфосалициловый метод

4.9а.1. Применяемые аппаратура, посуда и реактивы:
фотоколориметр типа КФК-2;

кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм;

колба Кн-2—100—22 ТС по ГОСТ 25336—82;

цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770—74;

колба 1—50—2 по ГОСТ 1770—74;

колба 1—100—2 по ГОСТ 1770—74;

колба 1—250—2 по ГОСТ 1770—74;

воронка В 36—80 ХС по ГОСТ 25336—82;

пипетка 2—1—5 по ГОСТ 20292—74;

пипетка 2—1—10 по ГОСТ 20292—74;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., раствор молярной концентрации *c* (HCl) = 2,0 моль/дм³;

кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 10%;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а.;

раствор, содержащий железо (Fe), готовят по ГОСТ 4212—76.

Перед употреблением раствор разбавляют водой 1 : 100, 1 см³ этого раствора содержит 0,01 мг железа;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.9а.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ раствора железа с содержанием 0,01 мг/см³, что соответствует содержанию железа 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050; 0,060; 0,070 мг. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий железа. К каждому раствору прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 см³ раствора аммиака, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптические плотности растворов по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 410—425 нм. По полученным

данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а по оси ординат — оптическую плотность.

(Измененная редакция, Изд. № 4, 5).

4.9а.3. Проведение анализа

Навеску угля массой 0,9—1,1 г, предварительно высушенного по ГОСТ 12597—67, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака), помещают в кинетическую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты, кипятят 20 мин и фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см³ при концентрации Fe до 0,07% или 250 см³ при концентрации выше 0,07%, избегая попадания угля на фильтр. Попавший на фильтр уголь смывают обратно в колбу. Затем в колбу приливают 30 см³ горячей дистиллированной воды, кипятят 10 мин и фильтруют в та же колбы. Раствор в мерной колбе охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 5 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 см³ раствора аммиака, доводят объем водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор сравнения. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают 2 см³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см³ раствора аммиака, перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Через 10 мин измеряют оптические плотности анализируемого раствора по отношению к контролльному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности по градуировочному графику находят массу железа в анализируемом растворе в миллиграммах. Окраска сульфосалицилового комплекса устойчива в течение 24 ч.

(Измененная редакция, Изд. № 4, 5).

4.9а.4. Обработка результатов

Массовую долю соединений железа в пересчете на Fe (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1 \cdot 1000}, \quad (3)$$

где m — масса железа, найденного по градуировочному графику, мг;

V — объем раствора в мерной колбе, см³;

V_1 — объем раствора, взятый для анализа, см³;

m_1 — масса угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное рас-

хождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 40% при содержании железа до 0,1%, 20% при содержании железа более 0,1%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 20\%$ при содержании железа до 0,1%, $\pm 10\%$ при содержании железа более 0,1% при доверительной вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5).

4.10. Определение водорастворимых соединений железа

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.10.1. Реактивы и посуда:

кислота соляная по ГОСТ 3118-77;

калий железисто-синеродистый 3-водный по ГОСТ 4207-75, раствор с массовой долей 10%;

калий железосинеродистый по ГОСТ 4206-75, раствор с массовой долей 10%;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

бумага индикаторная универсальная;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76;

колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82

или стакан В(Н)-1-250 ТХС по ГОСТ 25336-82;

пробирки по ГОСТ 25336-82.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

4.10.2. Проведение анализа

2 г угля помещают в коническую колбу или стакан и кипятят в течение 5 мин со 100 см³ воды, подкисленной соляной кислотой до pH 4,5. Горячий раствор фильтруют. Фильтрат подкисляют соляной кислотой до pH 2 и разливают в две пробирки, прибавляют в одну пробирку 3-5 капель раствора 3-водного железисто-синеродистого калия, а в другую пробирку — 3-5 капель раствора железосинеродистого калия, при этом не должна появляться синяя окраска.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь упаковывают в четырех-, пятислойные бумажные мешки по ГОСТ 2226-88 марок НМ с полиэтиленовым вкладышем (ГОСТ 19360-74), ПМ, ВМ или ВМП.

Допускается уголь марки ОУ-Б упаковывать в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811-78.

Масса нетто мешков с углем марок ОУ-А, ОУ-В и ОУ-Г — не более 20 кг, марки ОУ-Б — не более 30 кг.

Для районов Крайнего Севера и труднодоступных районов уголь упаковывают в четырех-, пятислойные бумажные мешки по

ГОСТ 2226—75 марок ПМ, ВМ, ВМП с полиэтиленовым вкладышем (ГОСТ 19360—74) или специализированные контейнеры по нормативно-технической документации.

Бумажные мешки с углем зашивают машинным способом пряжей из вискозного волокна по ТУ 17—04—51—91, хлопчатобумажной пряжей или другой, обеспечивающей прочность упаковки. Полиэтиленовые вкладыши и мешки завариваются или зашиваются машинным способом.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4, 5).

5.1а. (Исключен, Изм. № 3).

5.2. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением основных, дополнительных и информационных надписей. Для угля марок ОУ-А, ОУ-В, ОУ-Г наносится манипуляционный знак «Беречь от влаги».

На каждую упаковочную единицу прикрепляют бумажный ярлык или наносят трафарет со следующими дополнительными надписями:

условное наименование или товарный знак предприятия-изготовителя;

наименование продукта и его марка;

номер партии;

масса брутто и нетто;

дата изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

5.3. (Исключен, Изм. № 3).

5.4. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь транспортируют транспортом всех видов, кроме воздушного, в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

Уголь по железной дороге и при водных перевозках транспортируют пакетами в соответствии с ГОСТ 26663—75 и ГОСТ 24597—81.

Для пакетирования мешков с углем применяют плоские поддоны по ГОСТ 9557—87 и ГОСТ 9078—84, поддоны типов 4ЯРК, 4ССО по ГОСТ 9570—84 или поддон № 3 по ГОСТ 21133—87.

Для районов Крайнего Севера и труднодоступных районов, для пакетирования мешков с углем применяют плоские поддоны одноразового использования по ГОСТ 26381—84.

Средства скрепления — по ГОСТ 21650—76: стальная низкоуглеродистая общего назначения проволока, стальная упаковочная лента, капроновая и полукапроновая лента, полиэтиленовая термоусадочная пленка.

По железной дороге уголь транспортируют повагонными отправками.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4, 5).

5.5. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь хранят в упаковке предприятия-изготовителя в закрытых чистых складах, защищенных от попадания грунтовых вод и атмосферных осадков.

При хранении мешки с углем укладывают в штабеля высотой не более 2 м.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.6. Транспортирование и хранение активного угля совместно с продуктами, выделяющими в атмосферу пары и газы, не допускается.

5.7. (Исключен, Изм. № 3).

5.8. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь не относится к опасным грузам.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения со дня изготовления — три года для углей марок ОУ-А, ОУ-В и ОУ-Г и один год для угля марки ОУ-Б.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь не обладает вредными для организма человека свойствами, но пыль, попадая в легкие человека, может вызывать заболевания. Предельно допустимая концентрация (ПДК) пыли активного угля в воздухе рабочих помещений — 10 мг/м³.

Активный уголь относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007—76.

7.2. Активный осветляющий древесный порошкообразный уголь — горючее вещество с температурой тления в слое 195°C. Пыль активного угля склонна к самовозгоранию. Условия теплового самовозгорания активного порошкообразного угля марок ОУ-А, ОУ-В, ОУ-Г по ГОСТ 12.1.044—89. Активный уголь марки ОУ-Б до 200°C не самовозгорается.

Пыль активного угля с воздухом образует взрывоопасные смеси. Нижний концентрационный предел воспламенения аэровзвеси — 100 г/м³, температура самовоспламенения аэровзвеси — 490°C, максимальное давление взрыва — 800 кПа, минимальное взрывоопасное содержание кислорода — 14% (по объему).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

7.3. При работе с активным осветляющим древесным порошкообразным углем необходимо пользоваться противопылевым респиратором типа Ф-62ш или У-2к. Места пересыпания активного угля должны быть оборудованы в соответствии с нормами противопожарной безопасности: наличие вытяжной вентиляции, отсутствие открытых источников огня и т. д.

7.4. При загорании уголь следует тушить водой или пеной.

7.5. При погрузочно-разгрузочных работах должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.009—76.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ:

Обязательное.

**Определение массовой доли основного вещества индикаторов
метиленового голубого и метиленового синего**

1. Пробу отбирают по ГОСТ 3885—73.

2. 0,05 г метиленового голубого или метиленового синего взвешивают (результат извещивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака), растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 250 см³, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор 1).

3 см³ раствора 1 разбавляют дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью 200 см³ (раствор 2).

Измеряют поглощение раствора 2 на спектрофотометре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм в области длин волн 660—670 нм через каждые 2 нм по отношению к дистиллированной воде.

Массовую долю основного вещества метиленового голубого и метиленового синего (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{D \cdot 319,85 \cdot 250 \cdot 200 \cdot 100}{84000 \cdot 0,05 \cdot 3 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - X_b},$$

где D — оптическая плотность анализируемого раствора в максимуме кривой светопоглощения;

319,85 — молекулярная масса индикатора;

250 — объем раствора 1, см³;

200 — объем раствора 2, см³;

84000 — молярный коэффициент поглощения безводного продукта с массовой долей 100 %;

0,05 — масса навески индикатора, г;

3 — объем раствора 1, см³;

X_b — массовая доля воды, %, определенная по ГОСТ 14870—77 (разд. 3), масса навески 1 г, температура высушивания 100—150 °C.

(Измененная редакция, Изд. № 5).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Ф. Олонцев, канд. техн. наук; С. Л. Глушанков, канд. техн. наук; Ю. А. Романов, канд. хим. наук; Г. Н. Спешилов; Э. К. Корелина; М. Ф. Токарева; Л. Ф. Коротаева; О. В. Пахарева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 02.08.74 № 1865

3. ВЗАМЕН ГОСТ 4453—48

4. Срок проверки — 1996 г. Периодичность проверок — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	7.1
ГОСТ 12.1.044—89	7.2
ГОСТ 12.3.009—76	7.5
ГОСТ 1770—74	4.4.1, 4.4a.1, 4.9.1, 4.9a.1
ГОСТ 2226—88	5.1
ГОСТ 3118—77	4.9.1, 4.9a.1, 4.10.1
ГОСТ 3760—79	4.9a.1
ГОСТ 3885—73	Приложение
ГОСТ 3956—76	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 4204—77	4.9.1
ГОСТ 4206—75	4.10.1
ГОСТ 4207—75	4.10.1
ГОСТ 4212—76	4.9.1, 4.9a.1
ГОСТ 4461—77	4.9.1
ГОСТ 4478—78	4.9a.1
ГОСТ 5445—79	3.1, 4.1, 4.2
ГОСТ 5830—79	4.9.1
ГОСТ 6613—86	4.8.1
ГОСТ 6709—72	4.4.1, 4.4a.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.9.1, 4.9a.1, 4.10.1
ГОСТ 9078—84	5.4
ГОСТ 9147—80	4.6.1
ГОСТ 9557—87	5.4
ГОСТ 9670—84	5.4
ГОСТ 12026—76	4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.9a.1, 4.10.1
ГОСТ 12596—67	2.2, 4.9.2
ГОСТ 12597—67	2.2, 4.4.3, 4.4a.3, 4.9a.3

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 14192-77	5.2
ГОСТ 14870-77	Приложение
ГОСТ 17811-78	5.1
ГОСТ 19360-74	5.1
ГОСТ 20292-74	4.4.1, 4.4а.1, 4.9.1, 4.9а.1
ГОСТ 21133-87	5.4
ГОСТ 21650-76	5.4
ГОСТ 24597-81	5.4
ГОСТ 25336-82	4.4.1, 4.4а.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1, 4.9.1, 4.9а.1, 4.10.1
ГОСТ 26381-84	5.4
ГОСТ 26663-85	5.4
ГОСТ 27067-86	4.9.1
ТУ 6-09-4711-81	4.4.1
ТУ 23.2.2067-89	4.3
ТУ 23.2.2068-89	4.3
ТУ 17-04-51-91	5.1

6. Проверен в 1991 г.

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 18.12.91 № 1979

7. Переиздание (январь 1993 г.) с Изменениями №№ 1, 2, 3, 4, 5, утвержденными в декабре 1977 г., августе 1980 г., октябре 1985 г., декабре 1989 г., декабре 1991 г. (ИУС 1-78, 11-80, 1-86, 3-90, 3-92)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в набор 23.08.93. Подп. в печ. 28.05.93. Усл. печ. л. 1,5. Улаж. кр.-отв. 1,5.
Уч.-изд. л. 1,35. Тир. 740 экз. С 232.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Ладин пер., 6. Зак. 183