

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ФГБОУ ВПО «УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЛЕСОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра химической технологии древесины

И.К. Гиндулин

Ю.Л. Юрьев

# **ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Методические указания  
для выполнения лабораторных работ  
для студентов очной и заочной форм обучения  
направления 240100 «Химическая технология и биотехнология»

Екатеринбург

2011

Печатается по рекомендации методической комиссии ИЭФ.  
Протокол № 3 от 4 октября 2010 г.

Рецензент – доцент кафедры ФОХ и НТ канд. техн. наук А.В. Свиридов

Редактор Е.Л. Михайлова  
Оператор компьютерной верстки Г.И. Романова

---

Подписано в печать 17.10.11	Поз. 78
Плоская печать	Формат 60×84 1/16
Заказ №	Тираж 40 экз.
	Печ. л. 0,93
	Цена 5 руб. 68 коп.

---

Редакционно-издательский отдел УГЛТУ  
Отдел оперативной полиграфии УГЛТУ

## **Анализ активных углей**

Активные угли относятся к нанопористым материалам, поскольку имеют в своей структуре поры размером от десятых долей нанометра до 100 нм и более.

В Российской Федерации выпускают два типа активных углей на основе древесного угля – дроблёные (БАУ) с преимущественно развитой микропористостью и порошковые (ОУ) с преимущественно развитой мезопористостью.

В промышленности степень развития микро-, мезо- и макропористой структуры в активных углях определяют с помощью индикаторов.

### **Определение влажности**

Пробу угля в объеме примерно 10 мл взвешивают на аналитических весах в бюксе с известной массой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105...110 °С в течение трех часов. Затем бюкс с углем помещают в эксикатор и через 30 мин взвешивают.

Влажность, %, определяют по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_3},$$

где  $m_1$  – масса бюкса с углем до высушивания, г;

$m_2$  – масса бюкса с углем после высушивания, г;

$m_3$  – масса высушенного бюкса, г.

### **Определение суммарного объема пор по воде**

Пробу угля после определения влажности высыпают через воронку в коническую колбу на 250 мл, заливают 100 мл дистиллированной воды и отмечают на колбе ее уровень. Содержимое колбы кипятят в течение 15 мин, после чего добавляют холодную дистиллированную воду до первоначального объема и наружную поверхность колбы охлаждают водой из-под крана до температуры 20 °С. На дно воронки Бюхнера укладывают бумажный фильтр и смачивают его водой. Присоединяют воронку к колбе Бунзена и с помощью вакуум-насоса создают разрежение 0,5 атм.

После фильтрования уголь ссыпают в бюкс, в котором проводилось взвешивание перед испытанием. Оставшиеся на фильтре зерна угля сни-

мают шпателем, переносят в бюкс без потерь и закрывают крышкой. Бюкс с влажным углем взвешивают на аналитических весах.

С воронки Бюхнера снимают фильтр, из колбы выливают воду и испытание повторяют с новой навеской угля.

Суммарный объем пор в древесном угле, см<sup>3</sup>/г, вычисляют по формуле

$$СОП = \frac{m_4 - m_2}{m_2 - m_1},$$

где  $m_1$  – масса бюкса с углем до высушивания, г;

$m_2$  – масса бюкса с углем после высушивания, г;

$m_4$  – масса бюкса с влажным углем, г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух определений.

### **Определение насыпной плотности угля**

Уголь помещают в предварительно взвешенный цилиндр на 20 мл, встряхивают в течение одной минуты. Отмечают объем, занимаемый углем, и взвешивают цилиндр с углем.

Насыпную плотность, г/л, определяют по формуле

$$НП = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где  $m_1$  – масса цилиндра с углем, г;

$m_2$  – масса пустого цилиндра, г;

$V$  – объем, занимаемый углем, мл.

### **Определение адсорбционной активности по йоду**

Около 1 г угля взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора йода в йодистом калии, закрывают пробкой и вручную каждую минуту взбалтывают в течение 30 мин. Затем раствору дают отстояться и из колбы пипеткой осторожно, чтобы не попали частички угля, отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора, помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия. В конце титрования добавляют 3...5 капель раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски. Одновременно проводят определение начального содержания йода в растворе, для этого 10 см<sup>3</sup> раствора йода

в йодистом калии помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия, добавив в конце титрования раствор крахмала.

Адсорбционную активность угля по йоду, % ,вычисляют по формуле

$$A_1 = \frac{(V_1 - V_2)0,0127 \cdot 100 \cdot 100}{10 m (1 - W)},$$

где  $V_1$  – объем раствора тиосульфата натрия концентрацией точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н), израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора йода в йодистом калии, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем раствора тиосульфата натрия концентрацией точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н), израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора йода в йодистом калии, после обработки углем, см<sup>3</sup>;

0,0127 – масса йода, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрацией точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н), г;

100 – объем раствора йода в йодистом калии, взятый для осветления углем, см<sup>3</sup>;

$W$  – влажность навески угля, %;

$m$  – масса навески угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

## Определение сорбционной емкости угля по щелочи

Около 0,5 г угля взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> 0,1 н раствора едкого натра, закрывают пробкой и вручную каждую минуту взбалтывают в течение 60 мин. Затем раствору дают отстояться и из колбы пипеткой осторожно, чтобы не попали частички угля, отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора, помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н раствором соляной кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина до исчезновения окраски. Одновременно проводят холостой опыт, для этого 10 см<sup>3</sup> 0,1 н раствора едкого натра помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н раствором соляной кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина до исчезновения окраски.

Сорбционную емкость угля по щелочи, мг-экв/г, вычисляют по формуле

$$A_2 = \frac{(V_1 - V_2)115}{m (1 - W)},$$

где  $V_1$  – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора едкого натра, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора едкого натра, после обработки углем, см<sup>3</sup>;

115 – поправочный коэффициент;

$W$  – влажность навески угля, %;

$m$  – масса навески угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

### **Определение сорбционной емкости угля по кислоте**

Около 0,5 г угля взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> 0,1 н раствора соляной кислоты, закрывают пробкой и вручную каждую минуту взбалтывают в течение 60 мин. Затем раствору дают отстояться и из колбы пипеткой осторожно, чтобы не попали частички угля, отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора, помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н едкого натра в присутствии индикатора фенолфталеина до появления окраски. Одновременно проводят холостой опыт, для этого 10 см<sup>3</sup> 0,1 н раствора соляной кислоты помещают в коническую колбу и титруют 0,1 н раствором едкого натра в присутствии индикатора фенолфталеина до появления окраски.

Сорбционную емкость угля по кислоте, мг-экв/г, вычисляют по формуле

$$A_3 = \frac{(V_1 - V_2) 1,33}{m(1 - W)},$$

где  $V_1$  – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, после обработки углем, см<sup>3</sup>;

1,33 – поправочный коэффициент;

$W$  – влажность навески угля, %;

$m$  – масса навески угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

## Определение содержания нелетучего углерода

Пробу угля в объеме примерно 10 мл взвешивают на аналитических весах в тигле с крышкой с известной массой. Затем тигель с углем, закрытый крышкой, помещают в муфельную печь, разогретую до температуры 800 °С, на 4...6 мин.

Содержание нелетучего углерода FC, %, определяют по формуле

$$FC = \frac{(m_1 - m_2) 10000}{(m_3 - m_2) W},$$

где  $m_1$  – масса тигля с крышкой после выдержки в печи, г;

$m_2$  – масса тигля с крышкой, г;

$m_3$  – масса тигля с углем с крышкой, г;

$W$  – влажность навески угля, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

## Определение зольности

Озоление продолжают после определения содержания нелетучего углерода. Тигель с навеской угля после определения содержания нелетучего углерода помещают в муфельную печь, разогретую до температуры 800 °С, до исчезновения черных кусочков в тигле.

Зольность, %, определяют по формуле

$$Z = \frac{(m_4 - m_2 - m_5) 10000}{(m_3 - m_2) W},$$

где  $m_4$  – масса тигля с золой, г;

$m_2$  – масса тигля с крышкой, г;

$m_3$  – масса тигля с углем с крышкой, г;

$m_5$  – масса крышки, г;

$W$  – влажность навески угля, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %.

## **Анализ осветляющих углей ОУ**

### **Адсорбционная активность по метиленовому голубому (или по метиленовому синему)**

0,15 г индикатора метиленового голубого взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, затем раствор охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки (получают рабочий раствор массовой концентрацией 150 мг/дм<sup>3</sup>).

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения. Для этого в 10 мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора метиленового голубого массовой концентрации 150 мг/дм<sup>3</sup>, после чего объемы доводят водой температурой (20±2) °С до метки. Полученные растворы содержат в 1 дм<sup>3</sup> соответственно 0,75; 1,50; 3,00; 4,50; 6,00; 7,50; 9,00; 10,50; 12,00; 13,50 мг/дм<sup>3</sup> раствора метиленового голубого.

Оптическую плотность приготовленных растворов сравнения измеряют на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с длиной волны  $\lambda$  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.

Для проведения анализа готовят раствор индикатора массовой концентрации 1500 мг/дм<sup>3</sup>, 1,5 г индикатора взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> горячей воды (70...80 °С). Затем раствор охлаждают, доводят объем раствора до метки, перемешивают.

Навеску угля помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 25 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого массовой концентрацией 1500 мг/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> осветленного раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.



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 раствора метиленового голубого в разбавленном растворе.

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2K) 0,025}{m},$$

где  $C_1$  – массовая концентрация исходного раствора индикатора, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_2$  – массовая концентрация раствора после контакта с активным углем, мг/дм<sup>3</sup>;

$K$  – коэффициент разбавления раствора;

0,025 – объем раствора - индикатора, взятого для осветления, дм<sup>3</sup>;

$m$  – 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.

### **Определение адсорбционной активности по мелассе**

Раствор мелассы готовят следующим образом: около 50 г мелассы разбавляют 800 см<sup>3</sup> 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 измеряют на фотоэлектроколориметре при синем светофильтре с длиной волны  $\lambda$  400 нм. В качестве контрольного раствора применяют дистиллированную воду.

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 см<sup>3</sup> 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.

Адсорбционную активность анализируемого угля по мелассе  $X_1$  в процентах вычисляют по формуле

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

где  $d$  – оптическая плотность исходного раствора мелассы;

$d_1$  – оптическая плотность раствора, обработанного образцовым 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 %.

### **Определение массовой доли водорастворимой золы**

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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 80 °С. 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 °С до постоянной массы.

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 %.

### **Определение рН водной вытяжки**

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 см<sup>3</sup> 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 рН.

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

### **Определение степени измельчения**

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.

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 %.

## Определение массовой доли соединений железа в пересчете на $\text{Fe}^{3+}$

Массовую долю соединений железа в пересчете на  $\text{Fe}^{3+}$  определяют роданидным или сульфосалициловым методом.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли соединений железа в пересчете на  $\text{Fe}^{3+}$  определение проводят роданидным методом.

### *Роданидный метод*

Золу, полученную по ГОСТ 12596-67, количественно переносят в коническую колбу, смывая  $50 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты, и нагревают до кипения. Затем к содержимому колбы добавляют  $1 \text{ см}^3$  азотной кислоты, кипятят 1 мин и охлаждают до температуры окружающей среды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , прибавляют  $20 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты и объем доводят водой до метки (раствор 1).

В цилиндр вместимостью  $50 \text{ см}^3$  наливают  $5 \text{ см}^3$  раствора,  $1,5 \text{ см}^3$  раствора роданистого аммония,  $20 \text{ см}^3$  изоамилового спирта или этилового эфира и, закрыв пробкой, тщательно перемешивают. В другой такой же цилиндр наливают  $3,25 \text{ см}^3$  воды,  $0,5 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты,  $1,25 \text{ см}^3$  соляной кислоты, 1...2 капли азотной кислоты для создания одинаковой кислотности раствора,  $5 \text{ см}^3$  раствора роданистого аммония,  $20 \text{ см}^3$  изоамилового спирта и из бюретки 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 бюретки.

Массовую долю железа в пересчете на  $\text{Fe}^{3+}$   $X_3$  в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  – объем раствора, содержащего железо, израсходованный на уравнение окрасок,  $\text{см}^3$ ;

0,00001 – масса железа, содержащаяся в  $1 \text{ см}^3$  раствора, г;

200 – объем раствора 1, в котором растворена зола,  $\text{см}^3$ ;

5 – объем раствора 1, взятый для анализа,  $\text{см}^3$ ;

$m$  – 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 %.

#### *Сульфосалициловый метод*

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см<sup>3</sup> раствора железа с содержанием 0,01 мг/см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, прибавляют 5 см<sup>3</sup> 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.

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 коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, кипятят 20 мин и фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> при концентрации Fe до 0,07 % или 250 см<sup>3</sup> при концентрации выше 0,07 %, избегая попадания угля на фильтр. Попавший на фильтр уголь смывают обратно в колбу. Затем в колбу приливают 30 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, кипятят 10 мин и фильтруют в те же колбы. Раствор в мерной колбе охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 5 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и перемешивают. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака, доводят объем водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор сравнения. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> приливают 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 2 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака, перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Через 10 мин измеряют оптические плотности анализируемого раствора по отношению к контрольному так же, как при построении градуи-

ровочного 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.

Массовую долю соединений железа в пересчете на  $\text{Fe}^{3+} X_3$  в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m V \cdot 100}{V_1 m_1 \cdot 1000},$$

где  $m$  – масса железа, найденного по градуировочному графику, мг;

$V$  – объем раствора в мерной колбе,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  – объем раствора, взятый для анализа,  $\text{см}^3$ ;

$m_1$  – масса угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое 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.

## Определение водорастворимых соединений железа

2 г угля помещают в коническую колбу или стакан и кипятят в течение 5 мин со 100  $\text{см}^3$  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 железистосинеродистого калия, а в другую пробирку – 3...5 капель раствора железосинеродистого калия, при этом не должна появляться синяя окраска.

После выполнения работы необходимо определить марку исследованного образца в соответствии со стандартом (прил. 1, 2).

## Требования ГОСТ 6217-74 к активным углям типа БАУ

Показатель	Норма для марки		
	БАУ-А	ДАК	БАУ-МФ
1. Внешний вид	Зерна черного цвета без механических примесей		
2. Адсорбционная активность по йоду, %, не менее	60	30	70
3. Суммарный объем пор по воде, см <sup>3</sup> /г, не менее	1,6	1,4	Не нормируется
4. Насыпная плотность, г/дм <sup>3</sup> , не более	240	Не нормируется	
5. Фракционный состав, массовая доля остатка на сите с полотном:			Не нормируется
№ 36, %, не более	2,5	2,5	
№ 10, %, не менее	95,5	95,5	
на поддоне, %, не более	2,0	2,0	-
№ 15, %, не более	-	-	-
№ 5, %, не менее	-	-	-
на поддоне, %, не более	-	-	25
6. Массовая доля золы, %, не более	6	6	70 5
7. Массовая доля влаги, %, не более	10	10	10

## Требования ГОСТ 4453-74 к активным углям типа ОУ

Показатель	Норма для марки				Метод анализа
	ОУ-А	ОУ-Б	ОУ-В	ОУ-Г	
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	225	210	Не нормируется		По п.4.4
по метиленовому оранжевому	210	205	Не нормируется		По п.4.4а.1
3. Адсорбционная активность по мелассе, %, не менее	100	100	75	50	По п.4.5
4. Массовая доля золы, %, не более	10	6	10	10	По ГОСТ 12596-67
5. Массовая доля влаги, %, не более	10	58	10	10	По ГОСТ 12597-67
6. Массовая доля водорастворимой золы, %, не более	2	1	2	2	По п.4.6
7. рН водной вытяжки	Не нормируется	4-6	Не нормируется		По п.4.7
8. Степень измельчения, остаток на сетке 0,1 К, %, не более	5	-	5	5	По п.4.8
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 водорастворимых соединений железа	Отсутствие				По п.4.10

## Примечания:

1. Для угля, предназначенного для фармацевтической промышленности, массовая доля соединений железа не должна превышать 0,05 %.

2. По согласованию с потребителем допускается массовая доля влаги в сухом щелочном угле до 15 % с пересчетом фактической массы на 10 %-ную влажность.

3. По согласованию с потребителем адсорбционную активность угля оценивают по одному из показателей – метиленовому голубому или синему, метиленовому оранжевому или мелассе.

4. Показатель 7 таблицы для угля марки ОУ-А определяют только для витаминной промышленности.





И.К. Гиндулин  
Ю.Л. Юрьев

# **ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НАНОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Екатеринбург  
2011