ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55879— 2013

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЗОЛЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2061-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 4326-11 «Стандартный метод определения макро- и микроэлементов в золе углей и коксов методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии» (ASTM D 4326-11 «Standard Test Method for Major and Minor Elements in Coal and Coke Ash By X–Ray Fluorescence», MOD). Дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики, выделены курсивом и изложены во введении к настоящему стандарту.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 3
6 Приготовление проб твердого минерального топлива 3
7 Приготовление золы 4
8 Приготовление препарата для анализа 4
9 Подготовка к работе на рентгенофлуоресцентном спектрометре 5
10 Градуировка рентгенофлуоресцентного спектрометра 6
11 Облучение препарата, регистрация спектра и обработка результатов измерений 6
12 Прецизионность 6
13 Протокол испытаний 7

Введение

Определение химического состава золы необходимо для полной характеристики качества твердых горючих ископаемых.

Химический состав золы — один из важнейших факторов, влияющих на температуры плавления золы, поэтому состав золы предопределяет выбор технологии сжигания топлив, свойства получающихся шлаков и зольных уносов, способы их удаления и утилизации.

Зола, полученная стандартным методом в лаборатории, отличается по составу от минеральной массы исходного топлива и от твердых остатков сжигания топлив в промышленных условиях. Однако, зная состав золы исходного угля и общее направление изменений, происходящих в минеральной массе углей при сжигании, можно получить представление о составе твердых остатков сжигания.

В текст настоящего стандарта включены дополнительные по отношению к национальному стандарту АСТМ Д 4326-11 требования, отражающие потребности национальной экономики Российской Федерации, и при его написании учтены особенности изложения национальных российских стандартов, а именно:

- в область распространения включены все виды твердого минерального топлива;
- регламентирован арбитражный метод определения химического состава золы;
- в отдельные разделы выделены «Градуировка прибора» и «Протокол испытаний»;
- установлена стандартная температура озоления углей (815 ± 10) °С;
- перечень ссылочных стандартов дополнен стандартами на реактивы, посуду и оборудование.

Указанные дополнительные требования выделены курсивом.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ЗОЛЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Solid mineral fuels. Determination of chemical composition of ash by X-Ray fluorescence

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные *и бурые* угли, *лигниты, антрациты, горючие сланцы,* кокс, *торф, брикеты, продукты обогащения, переработки и сжигания твердого топлива, включая золу уноса (далее — твердое минеральное топливо),* и устанавливает рентгенофлуоресцентный метод определения химического состава золы твердого минерального топлива.

Под химическим составом золы твердого минерального топлива понимают содержание в золе основных 11 элементов в пересчете на оксиды: кремния, алюминия, трехвалентного железа, кальция, магния, титана, фосфора, марганца, калия, натрия и серы. В настоящем стандарте в составе золы дополнительно определяют два микроэлемента — барий и стронций.

При определении химического состава золы арбитражными являются методы химического анализа, регламентированные в ГОСТ 10538.

Примечание — В настоящем стандарте не приведены требования безопасности, связанные с применением рентгенофлуоресцентного спектрометра. Правила безопасной эксплуатации рентгенофлуоресцентного спектрометра содержатся в документации к оборудованию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10538 Топливо твердое. Методы определения химического состава золы

ГОСТ 10742 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 11303 Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

ГОСТ 11306 Торф и продукты его переработки. Методы определения зольности

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23083 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

ГОСТ 27589 (ИСО 687—74) Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ Р ИСО 18283 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 52917 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007)[1)] Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55661 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Метод рентгенофлуоресцентной спектрометрии основан на зависимости интенсивности характеристической флуоресценции элемента от его массовой доли в пробе. Характеристическое флуоресцентное излучение, поступающее от пробы во время анализа, является результатом возбуждения атомов пробы первичным излучением рентгеновской трубки.

Возбуждение пробы, выделение из всего потока излучения пробы спектральных линий, принадлежащих каждому из определяемых элементов, и измерение их интенсивности происходит с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра. Интенсивность характеристической флуоресценции определяемых элементов пересчитывают в единицы концентраций по математическим моделям, полученным в результате градуировки спектрометра.

3.2 Анализируемую пробу твердого минерального топлива озоляют в стандартных условиях при *(815 ± 10) °С*. Золы, полученные в других или неизвестных условиях (например, уносы, шлаки), прокаливают до постоянной массы в стандартных условиях.

Золу сплавляют с флюсами на основе боратов лития до полной гомогенизации расплава. Из расплава подготавливают препарат для анализа в виде литого диска или прессованной таблетки.

Для изготовления диска жидкий горячий расплав охлаждают таким образом, чтобы не началась его кристаллизация и после затвердевания сохранилась чистая поверхность для анализа.

Для изготовления таблетки остывший расплав измельчают, и полученный порошок прессуют в пресс-форме под давлением.

3.3 Препарат помещают в рентгенофлуоресцентный спектрометр. Измеренную спектрометром интенсивность характеристической флуоресценции определяемых элементов обрабатывают с использованием программного обеспечения по предварительно выполненным градуировкам и устанавливают массовую долю оксидов главных элементов и микроэлементов химического состава золы.

3.4 В настоящем стандарте при определении всех основных элементов и стронция используют наиболее интенсивные спектральные линии *K*-серии ($K\alpha$), а для определения бария — спектральную линию *K*-серии ($K\alpha$) или *L*-серии ($L\alpha$) в зависимости от модели используемого рентгенофлуоресцентного спектрометра.

4 Реактивы

4.1 *При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч.д.а. (чистый для анализа) по ГОСТ 13867, и воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501.*

4.2 Газ для детектора рентгеновского излучения при использовании проточно-пропорционального детектора. Характеристики газа указаны в инструкции к спектрометру.

[1)] Действует ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007).

4.3 Тяжелые поглотители. В качестве таких добавок используют оксид лантана или оксид бария, степень чистоты которых не менее 99,99 %. В случае использования оксида бария в качестве поглотителя определение оксида бария в составе золы невозможно.

4.4 Реактивы для плавления золы на основе боратов лития, которые поставляют в виде готовых флюсов или изготавливают с помощью имеющегося оборудования путем смешения компонентов по методике, принятой в лаборатории.

Флюс не должен содержать анализируемых элементов в количествах больших, чем предел обнаружения используемого рентгенофлуоресцентного спектрометра, а также элементов, вызывающих спектральные помехи при анализе.

4.5 Связующие вещества для изготовления прессованных таблеток.

Связующие вещества не должны содержать определяемых элементов в количествах больших, чем предел обнаружения используемого рентгенофлуоресцентного спектрометра.

4.6 Государственные стандартные образцы (ГСО) химического состава зол твердых минеральных топлив или силикатных горных пород.

5 Аппаратура

5.1 Муфельная печь для озоления проб с электронагревом, терморегулятором и достаточной вентиляцией в соответствии с требованиями *ГОСТ Р 55661*. Печь должна обеспечивать подъем температуры до *(815 ± 10) °С* с установленной скоростью и поддержание этой температуры при прокаливании зольного остатка до постоянной массы.

5.2 Муфельная печь или другое устройство для сплавления зол с рабочей температурой не менее 1200 °С.

5.3 Тигли для плавления зол:

- из золото-платинового сплава ПлЗл5 *по ГОСТ 6563*;
- из графита или стеклоуглерода высокой степени чистоты.

5.4 Оборудование для измельчения, в том числе ступки с пестиком минимальной вместимостью 25 $см^3$, изготовленные из агата, муллита или карбида вольфрама.

5.5 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки *по ГОСТ Р 51568* с номинальным размером ячеек 212 (250) мкм и 71 (63) мкм.

5.6 Весы лабораторные *по ГОСТ Р 53228* с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг.

5.7 Пресс для изготовления таблеток, с помощью которого можно создавать давление, превышающее $1,72 \times 10^8$ Па (25 000 psi).

5.8 Рентгенофлуоресцентный спектрометр, позволяющий измерять интенсивность характеристической флуоресценции определяемых элементов.

Для анализа могут быть использованы волнодисперсионные или энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры, снабженные вакуумной камерой или системой продувки измерительной камеры гелием.

6 Приготовление проб твердого минерального топлива

Проба твердого минерального топлива представляет собой аналитическую пробу, приготовленную *по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 18283, ГОСТ 23083 или ГОСТ 11303*. Проба, измельченная до прохождения ее через сито (5.5) с размером отверстий 212 мкм, должна находиться в воздушно-сухом состоянии. Для этого ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение минимального времени, необходимого для достижения равновесия между влажностью топлива и атмосферы лаборатории.

Отбирают порции пробы для озоления по 7.1. Одновременно отбирают навески для определения содержания аналитической влаги *по ГОСТ Р 52917, ГОСТ 27589 или ГОСТ 11305* и зольности *по ГОСТ Р 55661 или ГОСТ 11306*.

Перед взятием порций и навесок пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом.

Все взвешивания производят с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг.

7 Приготовление золы

7.1 Озоление аналитической пробы твердого минерального топлива в лаборатории

Золу получают из представительной порции тщательно перемешанной аналитической пробы твердого топлива, приготовленной в соответствии с разделом 6. Порцию топлива помещают ровным слоем в предварительно прокаленный лоток из фарфора (*по ГОСТ 9147*), кварца (*по ГОСТ 19908*) или платины (*по ГОСТ 6563*). Толщина слоя топлива не должна превышать 6 мм. Лоток с топливом помещают в холодную муфельную печь (5.1), которую нагревают до температуры *(815 ± 10) °С* со скоростью, установленной для медленного озоления данного вида топлива по *ГОСТ Р 55661*. Золу прокаливают при температуре *(815 ± 10) °С* до постоянной массы, после чего ее охлаждают и растирают в агатовой ступке до прохождения через сито с размером отверстий 71 (63) мкм. Повторно прокаливают золу при температуре *(815 ± 10) °С* в течение 1 ч, охлаждают и отбирают навески для анализа по возможности сразу. Если необходимо хранить золу в течение некоторого времени, то сухую золу помещают в эксикатор.

Если золу хранят вне эксикатора, то существует вероятность поглощения золой влаги и CO_2. В этом случае прежде чем отбирать навески для анализа, золу вновь прокаливают при температуре *(815 ± 10) °С*. Альтернативно, отбирают навеску золы для анализа и вторую навеску — для определения потери массы при прокаливании. Полученную величину потери при прокаливании используют для внесения поправки в результаты анализа данной пробы.

Каждую пробу золы перед отбором навесок тщательно перемешивают.

7.2 Приготовление золы для анализа из материалов, озоленных в неизвестных условиях

Материалы, поступившие в лабораторию в озоленном виде, например, летучая зола (зола уноса) или зола из промышленных установок для сжигания топлива (твердые остатки сжигания), усредняют, чтобы приготовить представительную пробу. Приготовленную пробу измельчают до максимального размера частиц 71 (63) мкм. Отбирают порции пробы в лотки, прокаливают до постоянной массы при температуре *(815 ± 10) °С* и охлаждают в вакуумном эксикаторе. Лотки с пробой взвешивают до и после прокаливания для определения потери при прокаливании. Альтернативно потерю при прокаливании определяют в отдельной навеске пробы, доведенной до постоянной массы в тех же условиях. Определенную при прокаливании потерю или увеличение массы используют для пересчета результатов анализа на исходное состояние пробы.

8 Приготовление препарата для анализа

8.1 Приготовление смеси для плавления

Навеску золы, полученной по 7.1 или 7.2, помещают в тигель (5.3), добавляют реактивы для плавления (4.4) в следующем соотношении: на 1 г золы от 2 до 10 г плавня. Если это предусмотрено методикой анализа, смесь разбавляют тяжелым поглотителем (4.3) в количестве, равном навеске пробы, и тщательно перемешивают. Поверх смеси дополнительно насыпают небольшую порцию плавня, чтобы «смыть» со стенок тигля прилипшие частицы золы.

Примечания

1 Расчет количества пробы и плавня проводят исходя из необходимости получения диска или таблетки толщиной 2 мм, которые затем помещают в держатель спектрометра.

2 Реактивы для плавления золы (4.4) гигроскопичны и неустойчивы при нагревании, вследствие чего теряют массу при плавлении. Это может привести к погрешностям результатов анализа. Возможны три альтернативных способа определения потери массы при плавлении.

Первый способ. Реактив (4.4) целиком извлекают из банки, в которой он хранится, переносят в емкость для плавления, расплавляют, охлаждают, снова измельчают и хранят в эксикаторе.

Второй способ. Из каждой банки с реактивами (4.4) отбирают навеску и определяют величину потери массы при плавлении каждой навески. Эту величину учитывают при приготовлении препаратов для анализа с плавнем из данной банки.

Третий способ. При приготовлении препаратов для анализа смесь, состоящую из навесок золы, плавня и тяжелого поглотителя (4.3), если он применяется, взвешивают до и после плавления. Потерю массы при плавлении рассчитывают для каждой смеси индивидуально.

3 Применение тяжелых поглотителей (4.3) позволяет изготавливать препараты необходимой толщины. Использование тяжелых поглотителей позволяет изменять разбавление смеси в целях уменьшения матричного эффекта. Однако, тяжелые поглотители мешают определению некоторых микроэлементов и не рекомендуются при работе на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре.

8.2 Плавление золы

Тигель со смесью золы и плавня помещают в муфельную печь (5.2) или в другое нагревательное оборудование, предназначенное для плавления проб, и выдерживают при температуре 1000—1200 °С в течение времени, достаточного для получения однородного расплава. Вращательным движением тигля расплав осторожно перемешивают с помощью щипцов с платиновыми наконечниками до полного растворения золы и удаления пузырьков воздуха.

8.3 Приготовление плавленого (стекловидного) диска

Жидкий расплав, полученный по 8.2, быстро переливают в подложку из сплава золото-платина (ПлЗл5), никелевого листа или графита, формируя диск путем приложения давления. Скорость охлаждения препарата в виде диска, с одной стороны, должна быть достаточно большой, чтобы предотвратить кристаллизацию, а с другой — она не должна вызывать внутри препарата локальных напряжений, которые могут привести к разрушению диска. Дефектные диски (содержащие трещины, сколы на облучаемой поверхности, газовые пузырьки, зоны кристаллизации) при необходимости повторно расплавляют и изготавливают из них новые диски, что не влечет за собой потери прецизионности результатов анализа.

8.4 Приготовление таблетки

Массу, расплавленную в тигле по 8.2, выливают в подложку, медленно охлаждают, а затем измельчают в тонкий порошок. Чем меньше и однороднее будет размер частиц пробы, тем более однородной будет спрессованная из порошка таблетка.

Порошкообразные пробы прессуют под давлением не менее $1{,}72\times10^8$ Па в таблетки с помощью или без помощи связующего реагента (4.5).

Для рентгенофлуоресцентного анализа порошковых проб наиболее важным условием является однородность и мелкозернистость пробы.

8.5 Качество препарата

Качество подготовки препаратов для рентгенофлуоресцентного анализа не менее важно, чем качество измерений на спектрометре.

Независимо от способа приготовления препарата для анализа, называемого также излучателем, он должен удовлетворять следующим требованиям:

- воспроизводить соотношение содержаний определяемых элементов в анализируемой пробе;
- быть однородным;
- иметь толщину, большую чем глубина выхода характеристического излучения определяемых элементов;
- иметь бездефектную рабочую поверхность.

Рабочая поверхность излучателя должна быть плоской, однородной, гладкой и чистой. С ухудшением перечисленных свойств поверхности прецизионность измерений снижается. Излучатели, приготовленные для работы, до измерений хранят в эксикаторе.

9 Подготовка к работе на рентгенофлуоресцентном спектрометре

Сборку, наладку и первичную подготовку прибора к работе проводят представители фирмы-изготовителя в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации.

Прибор должен пройти поверку и иметь соответствующий документ.

Все действия, связанные с контролем параметров прибора и проведением измерений, осуществляют в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации от изготовителя.

К работе на рентгенофлуоресцентном спектрометре допускаются лица не моложе 18 лет, имеющие образование не ниже среднего, получившие допуск по состоянию здоровья и имеющие опыт работы в рентгеноспектральной лаборатории. Оператор должен пройти инструктаж по технике безопасной работы на рентгенофлуоресцентном спектрометре, изучить инструкцию по эксплуатации прибора, освоить метод и провести тренировочные испытания под контролем специалиста.

При выполнении анализа необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные в Инструкции по технике безопасности при лабораторных работах и руководстве по эксплуатации прибора.

10 Градуировка рентгенофлуоресцентного спектрометра

10.1 Градуировку рентгенофлуоресцентного спектрометра выполняют с помощью препаратов, изготовленных из стандартных образцов состава зол или силикатных горных пород (4.6).

Стандартные образцы должны быть близкими по составу к анализируемым пробам. При этом диапазон содержаний элементов в используемом комплекте стандартных образцов должен целиком перекрыть определяемую область концентраций элемента в анализируемых пробах.

Допускается приготовление препаратов из смеси различных государственных стандартных образцов.

10.2 Способы приготовления препаратов из стандартных образцов и из проб неизвестного состава (см. 7 и 8) должны быть абсолютно одинаковыми (соотношение масс пробы и плавня, методика приготовления диска, степень измельчения, распределение по размерам частиц, способ прессования таблеток и др.).

Даже при небольших изменениях процедуры необходимо заново изготавливать препараты для анализа всех стандартных образцов с учетом этих изменений.

При замене газа для проточно-пропорционального детектора или других компонентов спектрометра требуется проверка градуировки спектрометра, и, в случае необходимости, выполняется повторная градуировка.

11 Облучение препарата, регистрация спектра и обработка результатов измерений

11.1 Препарат (излучатель) помещают в камеру прибора для облучения проб. При этом следует избегать прикосновений к поверхности препарата и любых других его загрязнений. Препарат облучают и регистрируют спектр, как указано в инструкции по эксплуатации прибора.

11.2 После градуировки прибора проводят анализ препарата, изготовленного из стандартного образца, как образца неизвестного состава. К анализу проб приступают только в том случае, если расхождение между паспортным значением массовой доли элемента в стандартном образце и массовой долей, полученной экспериментально, удовлетворяет требованиям настоящего стандарта (см. 12).

11.3 Из каждой пробы изготавливают, по крайней мере, два препарата для анализа. Измерение интенсивности излучения каждого препарата повторяют дважды, при этом для повторного измерения препарат помещают в прибор заново. При работе в стационарном помещении лаборатории допускается проводить одно измерение, если прецизионность получаемых результатов соответствует требованиям настоящего стандарта.

11.4 Результат анализа представляют как массовую долю определяемого элемента, выраженную в процентах.

Результат анализа может быть рассчитан с помощью характеристик, полученных опытным путем, или с использованием уравнений линейной регрессии.

Современные рентгенофлуоресцентные спектрометры снабжены программным обеспечением для обработки результатов измерений, учета матричных эффектов, внесения поправок на взаимное влияние элементов.

12 Прецизионность

12.1 Общие положения

Прецизионность настоящего метода определения макро- и микроэлементов в золах твердого минерального топлива была рассчитана по результатам круговых испытаний, проведенных в нескольких лабораториях. Для этих испытаний были использованы золы твердых топлив, в которых массовые доли определяемых элементов находились в диапазонах, указанных в таблице 1.

Примечание — Для первых девяти оксидов, приведенных в таблице 1, были рассчитаны пределы повторяемости и воспроизводимости. Определения MnO, SO_3, SrO и BaO не входило в первоначальную задачу круговых

испытаний, поэтому пределы повторяемости и воспроизводимости для этих оксидов приведены в таблице только с информационной целью.

12.2 Предел повторяемости

Расхождение между абсолютными результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на навесках, отобранных случайным образом от одной и той же порции гомогенного материала, не должно превышать предела повторяемости с вероятностью около 95 %.

12.3 Предел воспроизводимости

Расхождение между абсолютными результатами испытаний, проведенных в разных лабораториях разными исполнителями на представительных пробах, отобранных случайным образом от одной и той же порции гомогенного материала, не должно превышать предела воспроизводимости с вероятностью около 95 %.

Таблица 1 — Области концентраций и пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения оксидов макро- и микроэлементов в золах твердого минерального топлива

Оксид элемента	Массовые доли, %, в расчете на сухую золу		
	Диапазон концентраций	Предел повторяемости (*r*)	Предел воспроизводимости (*R*)
SiO_2	33,2—57,5	1,26	4,39
Al_2O_3	11,6—33,1	0,83	0,51 + 0,10 (*x*)
Fe_2O_3	3,1—41,8	0,21 + 0,005 (*x*)	0,99 + 0,035 (*x*)
CaO	1,5—25,2	0,16 + 0,01 (*x*)	0,22 + 0,07 (*x*)
MgO	0,4—4,5	0,09 + 0,04 (*x*)	0,14 + 0,09 (*x*)
Na_2O	0,2—7,41	0,20	0,42
K_2O	0,3—3,1	0,14	0,16
P_2O_5	0,1—3,4	0,05 + 0,4 (*x*)	0,23
TiO_2	0,5—1,5	0,06	0,24
MnO*	0,008—0,26	0,01 + 0,18 (*x*)	0,02 + 0,045 (*x*)
SrO*	0,02—0,95	0,04	0,14
BaO*	0,05—2,84	0,02 + 0,03 (*x*)	0,06 + 0,20 (*x*)
SO_3*	0,41—14,72	0,20 + 0,09 (*x*)	0,52 + 0,3 (*x*)

x — среднеарифметическое значение двух результатов определения.
* Данные приведены для информации.

12.4 Систематическая погрешность метода

Рентгенофлуоресцентный анализ является относительным методом. Точность этого метода зависит от точности определения массовой доли элементов в стандартных образцах, используемых для градуировки прибора, и от степени соответствия условий определения требованиям настоящего стандарта. Никакие другие факторы не приводят к возникновению систематической погрешности при проведении определений настоящим методом.

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию.

а) идентификация пробы;

б) ссылка на настоящий стандарт;

в) наименование лаборатории, проводившей испытания, и дата испытания;

г) результаты испытания с указанием, к какому состоянию топлива они относятся;

д) тип и параметры спектрометра;

е) любые особенности, замеченные во время испытания, которые могли повлиять на результат.

УДК 622.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, уголь, кокс, зола, рентгено-флуоресцентная спектрометрия, макроэлементы, микроэлементы

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 21.11.2019. Подписано в печать 29.11.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru