ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52205— 2004

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Метод спектрометрического определения генетических и технологических параметров

Издание официальное

БЗ 9—2003/157

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Задачи, основные принципы и правила проведения работ по государственной стандартизации в Российской Федерации установлены ГОСТ Р 1.0—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Основные положения» и ГОСТ Р 1.2—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Порядок разработки государственных стандартов»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» ФГУП «ВУХИН»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 21 января 2004 г. № 25-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2004

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст этих изменений — в информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты» и в журнале «Бюллетень строительной техники»

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью и частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Средства измерения 2
7 Выполнение измерения и обработка результатов 3
8 Точность метода 3
Приложение А (обязательное) Подготовка образца 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Метод спектрометрического определения генетических и технологических параметров

Hard coals. Method for the spectrometric determination
of genetic and technological parameters

Дата введения — 2004—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический метод определения выхода летучих веществ, толщины пластического слоя, показателя отражения витринита, суммы фюзенизированных компонентов и зольности (далее — параметров) в каменных углях в диапазонах значений:

выход летучих веществ V^{daf} — от 11,0 % до 39,0 %;

толщина пластического слоя y — от 0 мм до 33 мм;

показатель отражения витринита R_o — от 0,60 % до 2,00 %;

сумма фюзенизированных компонентов ΣOK — от 4,0 % до 65,0 %;

зольность A^d — от 4,0 % до 13,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1186—87 Угли каменные. Метод определения пластометрических показателей

ГОСТ 6382—2001 (ИСО 562—98, ИСО 5071-1—97) Топливо твердое минеральное. Методы определения выхода летучих веществ

ГОСТ 9414.3—93 (ИСО 7404-3—84) Уголь каменный и антрацит. Методы петрографического анализа. Часть 3. Метод определения групп мацералов

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 11022—95 (ИСО 1171—81) Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности

ГОСТ 12113—94 (ИСО 7404-5—85) Угли бурые, каменные, антрацит, твердые рассеянные органические вещества и углеродистые материалы. Метод определения показателей отражения

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины и соответствующие им определения:

3.1 **МВИ Спектротест**: Сокращенное название настоящей методики выполнения измерений.

3.2 **образец**: Часть пробы испытуемого материала, используемая в процессе измерения для получения одного результата измерения.

3.3 **измерение**: Автоматизированный процесс съемки спектра, обработки результатов съемки, расчет численных значений параметров, включая выдачу результатов измерения на бумажном носителе.

3.4 **параметр**: Одно из измеряемых свойств испытуемого материала.

3.5 **результат измерения**: Значение параметра, полученное после проведения измерения.

3.6 **условия повторяемости**: Выполнение измерений из представительной части одной и той же пробы одним и тем же исполнителем, на одной и той же аппаратуре в течение короткого промежутка времени по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.7 **предел повторяемости**: Абсолютная разность результатов максимального и минимального значений из указанного числа измерений, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.8 **условия промежуточной прецизионности**: Выполнение измерений из представительной части одной и той же пробы разными исполнителями, на одной и той же аппаратуре в разное время года по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.9 **предел промежуточной прецизионности**: Абсолютная разность результатов максимального и минимального значений из указанного числа измерений, выполненных в условиях промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4 Сущность метода

4.1 Сущность метода заключается в съемке инфракрасного спектра в области волновых чисел от 4000 до 400 $см^{-1}$ и обработке спектра по программе, преобразующей значения интенсивностей полос, выбранных для каждого параметра угля, в значения спектральных характеристик, а набор спектральных характеристик — в значения параметров угля.

Программа вычисления параметров по спектральной характеристике основана на теории распознавания образов и включает в себя следующие блоки:

выбор интервалов спектра и спектральных полос, связанных с измеряемым параметром угля на основе модели строения углей с привлечением эмпирически найденных полос;

математическую обработку интенсивностей выбранных спектральных полос с целью нахождения спектральной характеристики, наилучшим образом связанной с измеряемым параметром угля. Каждая спектральная характеристика относится к одному свойству угля. Поскольку технологические и генетические параметры, как правило, отражают несколько свойств угля, для каждого параметра определяют набор спектральных характеристик;

построение уравнения, связывающего технологические и генетические параметры угля с набором спектральных характеристик;

обобщение всех процедур в управляющую программу, позволяющую выполнять указанные выше операции в автоматическом режиме с нахождением численного значения измеряемого параметра угля по спектральным характеристикам с использованием заложенного в программу уравнения.

5 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 10742. Используют аналитическую пробу, доведенную до воздушно-сухого состояния. Перед началом определения воздушно-сухую пробу тщательно перемешивают.

6 Средства измерения

6.1 Для измерения параметров применяют инфракрасный спектрометр с Фурье-преобразователем для области спектра 400—4000 $см^{-1}$, содержащий приспособление (измерительную камеру) для получения спектров, а также персональный компьютер с управляющей программой, обеспечивающей управление спектрометром, обработку спектров и выдачу результатов измерений на электронном и бумажном носителях*.

* Управляющая программа может быть представлена институтом ВУХИН.

В комплект спектрометра должны входить:

- кювета для загрузки пробы в измерительную камеру, представляющая собой углубление вместимостью 0,2—0,8 $см^3$, в горизонтально расположенном металлическом держателе. Держатель, как правило, имеет несколько кювет.

Допускается применять кюветы других конструкций аналогичной вместимости, обеспечивающие ровную горизонтальную поверхность образца угля;

- имитатор 100 %-ного отражения для проверки исправности спектрометра и управляющей программы.

6.2 Спектрометр должен обладать следующими метрологическими характеристиками:

- соотношение сигнал — шум в области спектра 2200—2100 $см^{-1}$ при разрешении 4 $см^{-1}$, времени сканирования 4 с и скорости перемещения зеркала 2,8 мм/с должно быть не менее 20000;

- расхождение последовательных значений коэффициентов пропускания пленки полистирола при тех же условиях получения спектров для волновых чисел 2850,5 $см^{-1}$, 1607 $см^{-1}$ и 1181,4 $см^{-1}$ не должно превышать ± 0,5 %;

- положение максимумов линий поглощения спектра пленки полистирола при указанных выше условиях получения спектров и регистрации спектра в области 3000—900 $см^{-1}$ не должно отличаться от эталонных значений (1601,4 $см^{-1}$ и 1181,4 $см^{-1}$) более чем на 1 $см^{-1}$.

Этим характеристикам отвечают спектрометры фирм «Шимадзу» (Япония), «Брукер» (Германия) и «Николе» (США).

Применение рекомендуемых моделей спектрометров позволяет определить спектры поглощения по спектрам отражения углей, что существенно облегчает процесс измерения и исключает специальную подготовку проб.

6.3 Допускается использовать спектрометры других моделей с такими же возможностями получения спектров и соответствующими метрологическими характеристиками.

Примечание — Допускается использовать дисперсионные спектрометры с метрологическими характеристиками, соответствующими спектрометру Specord — IR-75 фирмы «Карл Цейс Иена» (Германия).

7 Выполнение измерения и обработка результатов

7.1 Специальную кювету, поставляемую вместе со спектрометром, заполняют испытуемым углем и заравнивают по верхнему краю шпателем.

Если на держателе несколько кювет, то одну заполняют имитатором 100 %-ного отражения, а все другие — испытуемым углем.

Держатель с кюветой устанавливают в спектрометр и запускают программу регистрации спектра в соответствии с инструкцией к прибору. Затем запускают программу обработки спектра и вывода результатов измерения на электронный и бумажный носители.

При использовании дисперсионного спектрометра образец угля готовят в соответствии с приложением А.

7.2 За результат измерения параметров при доверительной вероятности P = 0,95 принимают результат однократного (единичного) измерения.

Результат измерения параметра X представляют в виде

$$X \pm \Delta,$$

где Δ — показатель точности (таблица 1).

Для повышения точности измерений допускается рассчитывать окончательный результат как среднеарифметическое двух и более результатов измерений.

8 Точность метода

8.1 Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Расчет повторяемости и прецизионности — по ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Таблица 1 — Показатели точности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Наименование параметра	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r, $\overset{\circ}{\Delta}$	Показатель внутрилабораторной прецизионности (среднеквадратичное отклонение внутрилабораторной прецизионности) σ_{Rw}, $\overset{\circ}{\Delta}$	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R, $\overset{\circ}{\Delta}$	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность) Δ
Зольность, %	0,21	0,23	0,29	0,58
Выход летучих веществ, %	0,18	0,20	0,36	0,72
Толщина пластического слоя, мм	0,4	0,4	1,1	2,2
Показатель отражения витринита, %	0,011	0,012	0,029	0,058
Сумма фюзенизированных компонентов, %	1,40	1,60	1,80	3,60

Примечание — Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность) Δ_c принимают незначимым

8.2 Результатом измерения каждого параметра является результат однократного измерения. Если за результат измерения параметра принято среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, расхождение между ними не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 2.

При превышении предела повторяемости r необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных измерений. Если при этом размах $(X_{max} - X_{min})$ результатов четырех параллельных измерений равен или меньше предела повторяемости r_1, то за окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов четырех параллельных измерений. Пределы повторяемости r_1 для четырех результатов параллельных измерений приведены в таблице 2.

Если размах $(X_{max} - X_{min})$ больше r_1, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных измерений.

Таблица 2 — Пределы повторяемости для результатов параллельных измерений

Наименование параметра	Предел повторяемости	
	для двух результатов измерений r	для четырех результатов измерений r_1
Зольность, %	0,58	0,76
Выход летучих веществ, %	0,50	0,66
Толщина пластического слоя, мм	1,0	1,3
Показатель отражения витринита, %	0,031	0,041
Сумма фюзенизированных компонентов, %	4,00	5,20

Таблица 3 — Пределы воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Наименование параметра	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R
Зольность, %	0,80
Выход летучих веществ, %	1,00
Толщина пластического слоя, мм	3,0
Показатель отражения витринита, %	0,080
Сумма фюзенизированных компонентов, %	5,0

8.3 Оценка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами определений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Пределы воспроизводимости приведены в таблице 3.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.

При неустранимых разногласиях в оценке результата измерения параметра определяют этот параметр стандартным методом: выход летучих веществ V^{daf} — по ГОСТ 6382; толщину пластического слоя y — по ГОСТ 1187; показатель отражения витринита R_o — по ГОСТ 12113; сумму фюзенированных компонентов ΣOK — по ГОСТ 9414.3; зольность A^d — по ГОСТ 11022.

Полученный результат принимают за окончательный.

8.4 Контроль погрешности результатов измерений

8.4.1 Проверка правильности

Правильность проверяют не менее чем на 12 представительных пробах угля.

Для этого в каждой пробе определяют контролируемые параметры по стандартным методикам (8.3) и по настоящему стандарту как среднеарифметическое результатов четырех измерений.

Проверку правильности проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-4, раздел 5.

Периодичность контроля правильности для параметров зольности, выхода летучих веществ и толщины пластического слоя не реже одного раза в месяц, а остальных — один раз в год.

8.4.2 Проверка повторяемости

Максимальную разность результатов измерений для каждой пробы (8.4.1) сравнивают со значениями, приведенными в таблице 2 для четырех измерений. Если предел повторяемости превышает допустимое на 5 % и более исследованного числа проб, принимают меры по установлению причины ошибки и ее устранению.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка образца

А.1 Для съемки спектра готовят таблетку, состоящую из бромида калия и угля в соотношении 245 : 5 (по массе).

Таблетку готовят измельчением навесок угля и бромида калия в виброизмельчителе с последующим прессованием смеси в специальной пресс-форме.

А.2. Оборудование

Весы с погрешностью взвешивания ± 0,2 мг.

Виброизмельчитель со специальным сферическим контейнером.

Пресс-форма.

Держатель таблетки.

Ступка агатовая.

Блок нагревательный, позволяющий поддерживать температуру 250 °С.

Кювета герметичная.

А.3 Приготовление таблетки

А.3.1 Для приготовления смеси угля с бромидом калия навески бромида калия массой 245,0 мг и угля массой 5,0 мг их помещают в сферический контейнер, который закрепляют в обойме виброизмельчителя.

А.3.2 Включают виброизмельчитель и секундомер. Уголь с бромидом калия дробят и перемешивают в течение 30 мин.

А.3.3 Смесь извлекают из контейнера виброизмельчителя. Навеску приготовленной смеси массой 200 мг помещают в пресс-форму. Если влажность воздуха в помещении свыше 43 %, то приготовленную смесь угля и бромида калия помещают в предварительно нагретую до 80—100 °С пресс-форму.

А.3.4 Разравнивают смесь в пресс-форме, накрывают пуансоном, слегка встряхивают пресс-форму, собирают ее полностью, помещают в пресс и прессуют при давлении 235 атм.

А.3.5 Разбирают пресс-форму, таблетку, находящуюся на поверхности пуансона, перемещают в держатель и помещают в нагревательный блок установки для осушки.

А.3.6 Для осушки таблетку прогревают при температуре 150 °С в течение 10 мин, затем при температуре 250 °С в течение 20 мин.

А.3.7 Таблетку в горячем состоянии быстро помещают в герметичную кювету, рабочее окно которой предварительно подогрето в течение 1 мин при 150 °С, затем кювету с таблеткой устанавливают в спектрометр для регистрации спектра.

УДК 622.333:543.06:006.354 ОКС 73.040 А19 ОКСТУ 0309

Ключевые слова: уголь каменный спектрометрический, метод измерения, параметры, условия повторяемости, предел повторяемости, условия промежуточной прецизионности, предел промежуточной прецизионности

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 28.01.2004. Подписано в печать 16.02.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,65.
Тираж 163 экз. С 808. Зак. 173.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru