ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59176— 2020

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания ртути на основе прямого сжигания

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Топливо твердое минеральное»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 ноября 2020 г. № 1103-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта АСТМ Д6722-11 «Стандартный метод определения общей ртути в углях и продуктах их сжигания путем прямого сжигания» (ASTM D6722-11 «Standard Test Method for Total Mercury in Coal and Coal Combustion Residues by Direct Combustion Analysis», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания ртути на основе прямого сжигания

Solid mineral fuels.
Determination of mercury by direct combustion

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли общей ртути в бурых и каменных углях, антраците, коксе, брикетах, отходах добычи и обогащения углей, а также в твердых остатках сжигания углей и в материалах на их основе (далее — топливо, твердое минеральное топливо). Метод основан на термическом разложении пробы, сопровождающемся атомизацией ртути, переносе атомарной ртути в аналитическую кювету анализатора потоком воздуха и измерении атомного поглощения ртути с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана. Диапазон измерений массовой доли ртути — от 0,010 до 4,000 млн$^{-1}$.

Примечание — 1 млн$^{-1}$ соответствует 1 г/т или 1 мкг/г.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 9815 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

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

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 17321 Уголь. Обогащение. Термины и определения

ГОСТ 27313 Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа на различные состояния топлива

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33503 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе

ГОСТ 33654—2015 Угли бурые, каменные и антрацит. Общие требования к методам анализа

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

ГОСТ Р 57011 Отходы добычи и обогащения углей. Классификация

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2016 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Издание официальное

ГОСТ Р ИСО 13909-6 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 6. Кокс. Подготовка проб для испытаний

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

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070, ГОСТ Р 57011, ГОСТ 17321.

4 Сущность метода

Определение массовой доли общей ртути основано на дифференциальном атомно-абсорбционном методе измерения массовой концентрации паров ртути, который реализуется с помощью зеемановской поляризационной спектроскопии с высокочастотной модуляцией. При термическом разложении пробы происходит атомизация ртути, которая затем переносится в аналитическую кювету анализатора потоком воздуха, где происходит измерение атомного поглощения ртути на резонансной длине волны 253,7 нм с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана. Массовую долю общей ртути в пробе топлива определяют с использованием предварительно установленной градуировочной характеристики.

5 Подготовка пробы

Отбор проб осуществляют по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ 9815, ГОСТ Р ИСО 18283. Подготовку аналитической пробы проводят по ГОСТ 10742, ГОСТ Р ИСО 13909-6, ГОСТ Р ИСО 18283. Аналитическая проба должна быть измельчена до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм. Допускается использовать пробу, проходящую через сито с размером отверстий 200 мкм. Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, которое характеризуется установлением равновесия между влажностью пробы и влажностью окружающей атмосферы. Для достижения воздушно-сухого состояния аналитическую пробу раскладывают тонким слоем и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 часа. До начала определения аналитическую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин. Одновременно с пробой для определения массовой доли общей ртути отбирают пробу для определения содержания аналитической влаги. Определение содержания влаги в аналитической пробе проводят в соответствии с ГОСТ 33503 и ГОСТ 27589. Определение содержания влаги в брикетах, в пробах отходов добычи и обогащения углей, в твердых остатках сжигания углей, а также в материалах на их основе, измельченных до размера менее 212 (200) мкм и доведенных до воздушно-сухого состояния, проводят высушиванием навески пробы отходов в сушильном шкафу в воздушной среде при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы. Массовую долю влаги в пробе рассчитывают по потере массы навески и выражают в процентах.

Отбор и подготовку проб допускается проводить в соответствии с иными нормативными и (или) техническими документами, действующими на предприятии.

6 Аппаратура

6.1 Анализатор ртути атомно-абсорбционный с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана, работающий на длине волны резонансного поглощения ртути 253,7 нм и включающий в себя: устройство для термического разложения пробы, нагреваемую аналитическую

кювету, систему для переноса газообразных продуктов термодеструкции в аналитическую кювету (далее — анализатор).

Рекомендуется, чтобы управление работой анализатора, регистрация и обработка данных осуществлялись при помощи персонального компьютера, на котором установлено специальное программное обеспечение.

6.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления шкалы 0,1 мг.

6.3 Лодочки для взвешивания пробы и внесения ее в устройство для термического разложения, выполненные из кварца, никеля, нержавеющей стали или керамические, размеры которых соответствуют применяемому анализатору (далее — лодочки).

6.4 Пипетки градуированные 2-1-2-1, 2-1-2-2, 2-1-2-5 и 2-1-2-10 по ГОСТ 29227.

6.5 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 или 2а-50-2, 2а-100-2, 2а-1000-2 по ГОСТ 1770.

6.6 Цилиндр стеклянный 1-50-2 по ГОСТ 1770 или из полипропилена, имеющий аналогичные параметры.

6.7 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мм^3 и 100—1000 мм^3 с относительной систематической погрешностью дозирования не более ±3 %.

7 Реактивы

7.1 Для работы используют воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501 (далее — вода).

7.2 Азотная кислота по ГОСТ 11125, концентрированная.

7.3 Калий двухромовокислый, х. ч. по ГОСТ 4220.

7.4 Активированный уголь дробленый, крупностью 0,42—1,7 мм.

7.5 Стандартный образец утвержденного типа состава раствора ионов ртути (номинальное значение массовой концентрации 1 г/дм^3, погрешность ± 1,0 %) для градуировки анализатора.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка анализатора к работе

Подготавливают анализатор (6.1) к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программного обеспечения. Устанавливают и при необходимости оптимизируют параметры работы анализатора, включая температуру разложения и температуру аналитической кюветы в зависимости от типа анализируемых проб в соответствии с руководством по эксплуатации. Ложечку очищают от следов ртути путем отжига в устройстве для термодеструкции проб согласно руководству по эксплуатации анализатора.

8.2 Градуировка анализатора

8.2.1 Градуировку используют для диапазона измерений, приведенного в таблице 1. При измерениях в качестве сорбента применяют активированный уголь, поэтому предварительно проводят проверку его пригодности по приложению А.

Градуировочные характеристики устанавливают, варьируя концентрации градуировочных растворов ионов ртути (приготовление растворов — по приложению Б), либо дозируемый объем этих растворов таким образом, чтобы перекрыть, по возможности равномерно, весь диапазон масс ртути. Общее число градуировочных точек должно быть не менее четырех.

Таблица 1 — Рекомендуемые градуировочные растворы ртути

Диапазон измерений массовой доли общей ртути в топливе, млн$^{-1}$	Диапазон масс ртути в дозируемых объемах градуировочных растворов, нг	Рекомендуемые концентрации градуировочных растворов, мкг/дм^3	Рекомендуемые объемы градуировочных растворов, мм^3
От 0,010 до 4,0 включ.	1,0—4000	От 10 до 20000	100—200

Перед началом градуировки проводят подготовку анализатора к работе по 8.1.

В лодочку (6.3) помещают от 200 до 250 мг активированного угля по 7.4. Затем пипеточным дозатором (6.7) равномерно наносят на активированный уголь от 100 до 200 мм^3 градуировочных растворов ртути № 1—6 (см. приложение Б). Температура лодочки при взятии навески активированного

угля и дозировании раствора ртути должна соответствовать температуре окружающей среды в лаборатории. Вводят уголь с нанесенным на него градуировочным раствором в устройство для термической деструкции и регистрируют сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика. Остатки угля удаляют из ложечки, перевернув ее в керамическую чашку, легкими постукиваниями по ложечке вытряхивают остатки угля. Допускается после вытряхивания дополнительно обжечь ложечку в устройстве для термического разложения пробы. Массу ртути в дозируемом объеме градуировочного раствора m_{CO}, нг, вычисляют по формуле

$$m_{CO} = 0{,}001 \cdot C_{CO} \cdot V_{CO}, \quad (1)$$

где C_{CO} — массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

V_{CO} — дозируемый объем градуировочного раствора, мм^3;

0,001 — коэффициент согласования размерностей.

Аналогично проводят измерения для остальных масс ртути.

Используя программное обеспечение к анализатору, устанавливают градуировочную характеристику (A, усл. ед. · нг$^{-1}$) как зависимость интегрального сигнала S_{CO}, усл. ед., от массы ртути.

8.2.2 Проверяют приемлемость установленной по 8.2.2 градуировочной характеристики, вычисляя для каждого дозируемого объема градуировочного раствора значение массы ртути с использованием установленной градуировочной характеристики $m_{CO,P}$, нг

$$m_{CO,P} = \frac{S_{CO}}{A}. \quad (2)$$

Затем по формуле (3) определяют относительное отклонение d, %, вычисленного значения массы ртути от значения, вычисленного по формуле (1)

$$d = \frac{|m_{CO,P} - m_{CO}|}{m_{CO}} \cdot 100. \quad (3)$$

Градуировочная характеристика признается приемлемой, если значения d для каждой градуировочной точки не превышают по абсолютной величине 10 %.

9 Проведение измерений

9.1 Пробу топлива для измерений готовят в соответствии с разделом 5. Для каждой пробы проводят не менее двух параллельных измерений, выполняемых в условиях повторяемости.

9.2 Массу навески топлива выбирают в зависимости от предполагаемого содержания ртути в пробе согласно таблице 2. На весах (6.2) взвешивают навеску выбранной массы и записывают массу с точностью до 1 мг. Температура лодочки при взятии навески должна соответствовать температуре окружающей среды в лаборатории.

Таблица 2 — Рекомендуемые навески проб

Диапазон измерений, млн$^{-1}$	Навеска пробы, мг
От 0,010 до 4,0 включ.	От 100 до 300

Вводят лодочку с пробой в устройство для термического разложения и регистрируют сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика. Остатки топлива удаляют из ложечки, перевернув ее в керамическую чашку, легкими постукиваниями по ложечке вытряхивают остатки топлива. Допускается после вытряхивания дополнительно обжечь ложечку в устройстве для термического разложения пробы.

9.3 Используя программное обеспечение к анализатору, проверяют уровень неселективного поглощения и при положительных результатах контроля измеренное значение интегрального сигнала используют для вычисления массовой доли ртути в пробе (см. раздел 10). При отрицательных результатах контроля пробу уменьшают не более чем в 1,5—2 раза, но не менее чем до 30—50 мг, либо уменьшают температуру термического разложения.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Пересчитывают массу анализируемой пробы на сухое состояние (W_s^d, г) в соответствии с ГОСТ 27313.

10.2 Используя градуировочную характеристику анализатора по 8.2.2, по величине интегрального сигнала по 9.3 с помощью программного обеспечения к анализатору вычисляют массовую долю ртути в сухой пробе X, млн$^{-1}$, по формуле

$$X = \frac{S_{пр}}{A \cdot W_s^d}, \quad (4)$$

где $S_{пр}$ — интегральный сигнал для пробы, усл. ед.;

A — градуировочный коэффициент по 8.2.2, усл. ед. нг$^{-1}$;

W_s^d — масса анализируемой пробы в пересчете на сухое состояние, мг.

10.3 За результат измерений массовой доли ртути принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений X_1 и X_2 при выполнении следующего условия:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (5)$$

где X_1 и X_2 — результаты параллельных определений, вычисленные по формуле (5) млн$^{-1}$;

r — значение предела повторяемости, рассчитанного по таблице 4, млн$^{-1}$.

При невыполнении условия (5) проводят еще два параллельных измерения и используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2016 (пункт 5.2).

10.4 Для удобства представления результатов измерений, в зависимости от содержания ртути, могут быть использованы различные внесистемные единицы массовой доли. Коэффициенты пересчета для различных единиц массовой доли приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Коэффициенты пересчета различных единиц измерения содержания ртути

Исходные единицы измерений	Единицы измерений, в которые пересчитываются результаты			
	нг/г	г/т (мкг/г)	ppm (млн$^{-1}$)	ppb (млрд$^{-1}$)
нг/г	1	10^{-3}	10^{-3}	1
г/т (мкг/г)	10^3	1	1	10^3
ppm (млн$^{-1}$)	10^3	1	1	10^3
ppb (млрд$^{-1}$)	1	10^{-3}	10^{-3}	1

11 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в пределах короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предела повторяемости r, рассчитанного по таблице 4.

Расхождение двух результатов, полученных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должно превышать предела воспроизводимости R, рассчитанного по таблице 4.

Таблица 4 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости результатов измерений (при доверительной вероятности P = 0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации общей ртути, млн$^{-1}$	Предел повторяемости r, млн$^{-1}$	Предел воспроизводимости R, млн$^{-1}$
От 0,010 до 4,0 включ.	0,01 + 0,1 · ⟨X⟩ X — среднеарифметическое значение двух параллельных определений	0,01 + 0,2 · ⟨Y⟩ Y — среднее значение результатов, выполненных в двух разных лабораториях в условиях воспроизводимости

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с использованием градуировочных растворов ртути, применявшихся при градуировке анализатора.

Для этого анализируют контрольную пробу в соответствии с 8.2.2 таким образом, чтобы масса ртути, внесенной в анализатор, вычисляемая по формуле (1), находилась в диапазоне градуировочной характеристики. Используя действующую градуировочную характеристику анализатора, находят массу ртути, введенной в анализатор ($m_{CO.к}$, нг).

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$100 \cdot \frac{|m_{CO.к} - m_{CO}|}{m_{CO}} \le 10\ \%, \qquad (6)$$

где 100 — коэффициент перехода к процентам;

$m_{CO.к}$ — измеренное значение массы ртути, нг;

m_{CO} — масса ртути, внесенной в анализатор, нг;

10 — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

При неудовлетворительных результатах контроля градуировку анализатора проводят заново.

12.2 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности результатов измерений проводят с использованием стандартных образцов состава объектов, анализируемых по настоящему стандарту. Желательно, чтобы матрица и состав образца максимально соответствовали составу анализируемых проб.

Образец для контроля анализируют в точном соответствии с установленной процедурой по 9, а затем обрабатывают результаты измерений, проверяют их приемлемость и устанавливают окончательный результат измерений $\overline{X}_к$, мкг/г, согласно разделу 10.

Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении условия:

$$|\overline{X}_к - C_д| \le CD_{0,95}, \qquad (7)$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}, \qquad (8)$$

где $\overline{X}_к$ — результат измерений массовой доли общей ртути в образце для контроля, мкг/г;

$C_д$ — опорное (аттестованное) значение массовой доли ртути в образце для контроля, мкг/г;

R и r — значения, рассчитанные по таблице 4.

При неудовлетворительных результатах контроля находят и устраняют их причины, после чего всю процедуру повторяют.

12.3 Контроль стабильности результатов измерений

Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений массовой доли ртути.

Контроль стабильности результатов измерений рекомендуется проводить с использованием контрольных карт в соответствии с [1], ГОСТ Р ИСО 5725-6 или ГОСТ 33654—2015 (приложение Д).

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений определяют по ГОСТ 33654—2015 (приложение Д) или регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

При неудовлетворительных результатах контроля выясняют причины этих отклонений и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(обязательное)

Проверка пригодности активированного угля и его очистка

А.1 В ложечку помещают от 200 до 250 мг активированного угля, вводят уголь в устройство для термической деструкции и регистрируют сигнал (см. 8.2.2). По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из ложечки и, если был зарегистрирован пик сигнала, то проводят интегрирование сигнала в пределах зарегистрированного пика.

А.2 Затем в ложечку помещают новую порцию активированного угля (см. А.1) и пипеточным дозатором равномерно наносят на активированный уголь 100 мм^3 градуировочного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 (см. приложение Б). Регистрируют пик сигнала и проводят его интегрирование по 8.2.2.

А.3 Если пик сигнала от активированного угля не регистрируется (см. А.1) или если интегральный сигнал не превышает 3 % от интегрального сигнала для градуировочного раствора (см. А.2), то активированный уголь считают пригодным для проведения измерений. В противном случае следует заменить партию активированного угля или провести его очистку.

А.4 Очищаемый активированный уголь помешают в фарфоровую чашку и прокаливают в муфельной печи в течение 3—6 ч при температуре 300 °С. Время прокаливания зависит от степени загрязнения угля ртутью.

А.5 После остывания проводят повторную проверку чистоты активированного угля по А.1, А.2. При отрицательных результатах контроля чистоты прокаленного угля рекомендуется заменить его партию, которую перед применением проверяют на чистоту в соответствии с А.1, А.2.

А.6 Хранить активированный уголь рекомендуется в сухом, герметично закрывающемся сосуде в помещении, в котором массовая концентрация паров ртути не превышает 30 нг/м^3.

Приложение Б
(обязательное)

Приготовление градуировочных растворов

Б.1 Приготовление раствора разбавления

500—600 см^3 дистиллированной воды помещают в химический термостойкий стакан и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 см^3 концентрированной азотной кислоты (7.2). Когда раствор остынет растворяют в нем 200 мг двухромовокислого калия (7.3), охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 (6.5) и доводят до метки водой по 7.1. Тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла с притертой пробкой — не более 3 мес.

Перед употреблением приготовленный раствор проверяют на чистоту, для чего регистрируют интегральный сигнал от одинаковых объемов (100 мм^3) этого раствора и от раствора массовой концентрации ртути 100 мкг/дм^3 согласно 8.2.2. Чистоту раствора признают удовлетворительной, если интегральный сигнал от раствора разбавления не превышает 3 % величины интегрального сигнала от раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3.

Б.2 Приготовление основного раствора ртути массовой концентрации 100 мг/дм^3

В мерную колбу (6.5) вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 раствора разбавления, пипеткой (6.4) вносят 5,0 см^3 стандартного образца состава раствора ионов ртути массовой концентрации 1 г/дм^3 (7.5) и доводят до метки раствором разбавления, тщательно перемешивают.

Приписанное значение массовой концентрации ртути вычисляют по формуле

$$C_{пр} = C_о \frac{V_а}{V_к}, \quad (Б.1)$$

где $C_{пр}$ — приписанное значение массовой концентрации ртути в растворе, мг/дм^3;

$C_о$ — опорное (аттестованное) значение массовой концентрации ртути в стандартном образце состава раствора ртути, мг/дм^3;

$V_а$ — объем аликвоты, см^3;

$V_к$ — объем мерной колбы, см^3.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 6 мес.

Б.3 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы массовой концентрации ртути от 10 до 20000 мкг/дм^3 (номинальное значение) готовят путем разбавления в соответствующих мерных колбах (6.5) основного раствора ртути, приготовленного по Б.2 настоящего приложения, или градуировочных растворов № 4 и № 6 раствором разбавления. Примеры разбавления растворов для получения градуировочных растворов № 1—6 показаны в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Градуировочные растворы ртути

Показатель	Номер градуировочного раствора					
	1	2	3	4	5	6
Массовая концентрация ртути в градуировочном растворе (номинальные значения), мкг/дм^3	10	100	500	1000	5000	20000
Объем мерной колбы, см^3	100	100	100	100	100	50
Объем основного раствора ртути (100 мг/дм^3), см^3	—	—	—	—	5	10
Объем градуировочного раствора № 6 (20 000 мкг/дм^3), см^3	—	0,5	2,5	5	—	—
Объем градуировочного раствора ртути № 4 (1000 мкг/дм^3), см^3	1	—	—	—	—	—
Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 С, мес	1		3			6

Приписанные значения массовой концентрации ртути в растворе вычисляют по формуле (Б.1), используя в качестве $C_о$ приписанное значение массовой концентрации ртути в растворе, взятом для приготовления данного раствора.

Библиография

[1] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 662.62:543.632.495:006.86 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, ртуть, прямое сжигание, метод испытания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 19.11.2020. Подписано в печать 14.12.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
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.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru