ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70263— 2022

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Метод определения массовой доли галлия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 5 августа 2022 г. № 742-ст

4 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

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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

Метод определения массовой доли галлия

Solid mineral fuel. Method for determination of mass fraction of gallium

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрацит, отходы добычи и обогащения углей (далее — топливо, твердое минеральное топливо) и устанавливает метод определения массовой доли галлия в топливе. Галлий определяют путем озоления топлива с последующим разложением золы смесью кислот и определением содержания галлия в полученном растворе методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Метод применим при массовой доле галлия в золе не менее 0,001 % (10 мкг/г).

Настоящий метод альтернативен фотоколориметрическому методу определения галлия по ГОСТ 12711.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12711 Угли бурые, каменные, антрацит и сланцы горючие. Метод определения массовой доли галлия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ 17321 Уголь. Обогащение. Термины и определения

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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—2022 Угли бурые, каменные и антрацит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 33756 Упаковка потребительская полимерная. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 33814 Угли и продукты их переработки. Отбор проб со склада

ГОСТ ISO 13909-2 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков

ГОСТ ISO 13909-3 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий

ГОСТ ISO 13909-4 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Подготовка проб для испытаний

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

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

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

ГОСТ Р 57011 Отходы добычи и обогащения углей. Классификация

ГОСТ Р 58973 Оценка соответствия. Правила к оформлению протоколов испытаний

ГОСТ Р 59248 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ Р 59252 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

ГОСТ Р 59253 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора эксплуатационных проб

ГОСТ Р 59254 Угли бурые и каменные. Метод отбора проб бурением скважин

ГОСТ Р 59257 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и брикеты. Метод приготовления сборных проб

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

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 17321 и ГОСТ Р 57011.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в озолении твердого минерального топлива при температуре (500 ± 10) °С с последующим растворением золы в смеси концентрированных азотной, соляной и фтористоводородной кислот. Содержание галлия в полученном растворе определяют методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

5 Оборудование

5.1 Весы класса точности I по ГОСТ OIML R 76-1 с ценой деления шкалы 0,1 мг.

5.2 Шкаф сушильный с электронагревом, терморегулятором и регулируемой вентиляцией, с максимальной температурой нагрева 350 °С, обеспечивающий устойчивость температуры нагрева в диапазоне 105 °С — 110 °С.

5.3 Печь муфельная с максимальной температурой нагрева не ниже 900 °С, снабженная вентиляцией, обеспечивающей воздухообмен в камере не менее одного объема камеры в минуту, терморегулятором с программируемым режимом нагрева, поддерживающим устойчивую температуру нагрева (500 ± 10) °С.

5.4 Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой.

5.5 Система подготовки проб с достаточным количеством мест для пробирок (5.6), с регулируемым обогревом, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева (110 ± 5) °С.

Примечание — Пригодна система Environmental Express HotBlock или аналогичная.

5.6 Пробирки градуированные вместимостью 50 $см^3$ из фторопласта или другого термически и химически стойкого полимера с герметично завинчивающимися крышками.

5.7 Лодочки фарфоровые для озоления подходящего размера по ГОСТ 9147.

5.8 Цилиндры стеклянные исполнения 1 (с носиком) вместимостью 5 $см^3$ и 10 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770 и из полипропилена, имеющие аналогичные параметры.

5.9 Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 50 и 100 $см^3$ с пришлифованной или пластмассовой пробкой 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

5.10 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1 и 5 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

5.11 Пипетки градуированные вместимостью 5 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29227.

5.12 Эксикатор по ГОСТ 25336 без осушающего вещества.

5.13 Упаковка полимерная для хранения растворов, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена по ГОСТ 33756, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками.

5.14 Сита лабораторные, изготовленные из сеток с размером стороны ячеек:

- 0,2 мм (№ 02) — по ГОСТ 6613;
- 212 мкм — по ГОСТ Р 51568.

5.15 Все приборы и оборудование, перечисленные в разделе 5, следует эксплуатировать с соблюдением требований безопасности и в условиях, указанных в паспортах к ним или руководствах по эксплуатации, а также в соответствии с указаниями [1].

Все применяемые средства измерений должны быть поверены, испытательное оборудование — аттестовано.

Примечание — Допускается применение оборудования по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортного, если полученные с их использованием результаты соответствуют требованиям к прецизионности раздела 11.

6 Реактивы

6.1 Кислота азотная (HNO_3) особой чистоты по ГОСТ 11125.

6.2 Кислота соляная (HCl) особой чистоты по ГОСТ 14261, плотностью 1,174—1,185 $г/см^3$.

6.3 Кислота фтористоводородная (HF) особой чистоты по [2].

Примечание — Для хранения фтористоводородной кислоты и работы с ней и ее растворами следует использовать только посуду из полиэтилена или полипропилена.

6.4 Вода 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

6.5 Стандартный образец состава раствора ионов галлия концентрацией 1000 $мг/дм^3$, например, ICP стандарт фирмы Merck (аттестованное значение концентрации ионов галлия 1000 $мг/дм^3$).

6.6 Аргон газообразный сжатый, высший сорт, по ГОСТ 10157.

6.7 Стандартный образец состава горной породы гранат-биотитового плагиогнейса ГПБг-1 (ГСО 8871-2007).

6.8 Стандартный образец состава алюмосиликатных рыхлых отложений СГХМ-4 (ГСО 3486-86).

6.9 Стандартный образец состава горной породы габбро эссекситовое СГД-2А (ГСО 8670-2005).

Примечание — Допускается применять реактивы по другим нормативным документам и технической документации, в том числе импортных, если полученные с их использованием результаты соответствуют требованиям к прецизионности раздела 11.

6.10 При работе с реактивами следует соблюдать требования безопасности в соответствии с [1].

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Подготовка посуды

Перед использованием всю посуду тщательно моют, ополаскивают сначала водопроводной водой, а затем — 2—3 раза водой по 6.4.

Пронумерованные фарфоровые лодочки (5.7) прокаливают в муфельной печи (5.3) при температуре не ниже 800 °С в течение 2—3 ч, охлаждают на воздухе 5—7 мин и помещают в эксикатор (5.12) для хранения.

7.2 Приготовление реактивов

Для приготовления растворов используют воду по 6.4.

7.2.1 Раствор «царской водки»

Смешивают по объему одну часть азотной кислоты (6.1) и три части соляной кислоты (6.2). Готовят раствор непосредственно перед использованием в необходимом количестве.

7.2.2 Основной раствор для градуировки с концентрацией ионов галлия 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 (5.9) наливают 10—15 см^3 воды. Пипеткой (5.10) вносят в колбу 1 см^3 раствора с концентрацией ионов галлия 1000 мг/дм^3 (6.5) и добавляют 4 см^3 азотной кислоты (6.1), используя цилиндр. Доводят раствор в колбе до метки водой и тщательно перемешивают.

Переносят из колбы основной раствор в полимерную емкость подходящей вместимости с плотно закрывающейся крышкой (5.13).

При использовании стандартного образца состава раствора ионов галлия другой концентрации объем раствора стандартного образца $V_{ГСО}$, см^3, необходимый для приготовления основного раствора для градуировки с концентрацией ионов галлия 10 мкг/см^3, вычисляют по формуле

$$V_{ГСО} = \frac{C \cdot V_к}{C_{ГСО}}, \quad (1)$$

где C — заданная концентрация основного раствора галлия для градуировки, равная 10 мкг/см^3;

$V_к$ — объем мерной колбы, используемой для приготовления раствора для градуировки, см^3;

$C_{ГСО}$ — концентрация ионов галлия в стандартном образце состава раствора согласно паспорту, мкг/см^3.

7.2.3 Разбавленный раствор для градуировки с концентрацией ионов галлия 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 (5.9) наливают 10—15 см^3 воды (6.4). Используя пипетку (5.10), в колбу добавляют 5 см^3 основного раствора с концентрацией ионов галлия 10 мкг/см^3 (7.2.2), а затем из цилиндра — 2 см^3 азотной кислоты (6.1). Доводят раствор в колбе до метки водой и тщательно перемешивают.

7.2.4 Раствор «нулевой точки» градуировочной характеристики

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 (5.9) наливают 10—15 см^3 воды, добавляют из цилиндра 2 см^3 азотной кислоты (6.1), доводят до метки водой и тщательно перемешивают раствор.

7.3 Подготовка атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой к измерению

Спектрометр (5.4) готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 33814, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ ISO 13909-4, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253, ГОСТ Р 59254, ГОСТ Р 59257, ГОСТ Р ИСО 18283.

Допускается проводить отбор и подготовку проб отходов добычи и обогащения углей в соответствии с другими нормативными и/или техническими документами, действующими на предприятии.

Проба должна быть измельчена до прохождения через сетку с размером стороны ячейки 200 (212) мкм (5.14). Измельченную (аналитическую) пробу доводят до воздушно-сухого состояния, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при температуре лабораторного помещения в течение минимального времени, необходимого для достижения равновесия между влажностью пробы и влажностью окружающей атмосферы.

До начала определения воздушно-сухую аналитическую пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом. В течение короткого промежутка времени отбирают порцию пробы для озоления и навески пробы для определения массовой доли влаги. Определение массовой доли влаги в воздушно-сухой аналитической пробе проводят в соответствии с ГОСТ 33503.

Определение влаги воздушно-сухой пробы отходов добычи и обогащения углей проводят высушиванием навески пробы в сушильном шкафу (5.2) на воздухе при температуре от 105 °С до 110 °С до постоянной массы. Массовую долю влаги в пробе вычисляют по потере массы навески при ее высушивании и выражают в процентах по отношению к массе исходной навески.

9 Проведение испытания

9.1 Озоление пробы

В подготовленную по 7.1 и взвешенную фарфоровую лодочку (5.7) помещают навеску пробы, подготовленной по разделу 8, массу которой оценивают приблизительно, исходя из зольности испытуемой пробы (см. примечание). Навеску распределяют равномерно по дну лодочки таким образом, чтобы толщина слоя топлива не превышала 3 мм. Взвешивают лодочку с навеской. Все взвешивания проводят на весах (5.1) с точностью до 0,0001 г.

Примечание — Для определения содержания галлия масса золы должна быть 0,2 г для одного измерения. В соответствии с количеством необходимых измерений минимальную массу навески топлива рассчитывают индивидуально, исходя из зольности конкретной пробы.

Помещают лодочку с навеской в холодную муфельную печь (5.3), нагревают в течение 1 ч до температуры (500 ± 10) °С и выдерживают при данной температуре не менее 2 ч. Озоление продолжают до постоянства массы лодочки с золой. Озоление считают завершенным, когда расхождение результатов двух последовательных взвешиваний лодочек с золой после контрольных прокаливаний составит менее 0,001 г. Общее время озоления не должно превышать 18 ч.

Лодочки сначала охлаждают на воздухе, а затем — в эксикаторе (5.12). Для хранения полученную золу переносят в герметичный контейнер.

9.2 Приготовление анализируемого раствора

Взвешивают (0,200 ± 0,001) г золы в сухой пробирке (5.6) вместимостью 50 см^3, приготовленной по 9.1. Отбирают не менее двух навесок золы каждой пробы топлива для проведения параллельных испытаний. Все взвешивания проводят на весах (5.1) с точностью до 0,0001 г.

Примечание — Если конструкция весов не позволяет взвесить навеску золы непосредственно в пробирке, то навеску взвешивают в отдельной емкости, после чего переносят в пробирку. Точную массу взятой навески определяют по разности между массой емкости с навеской и массой емкости после переноса навески в пробирку.

В пробирки с золой цилиндрами (5.8) приливают 5 см^3 раствора «царской водки» (7.2.1) и 1,5 см^3 фтористоводородной кислоты (6.3) (см. примечание к 6.3). Содержимое пробирок перемешивают осторожно и тщательно.

Помещают пробирки с открытыми крышками в предварительно нагретую до температуры 110 °С систему подготовки проб (5.5) и выпаривают содержимое досуха.

Удаляют и охлаждают пробирки на воздухе до температуры лабораторного помещения.

Затем в пробирки цилиндром приливают 2 см^3 азотной кислоты (6.1), снова помещают их в нагретую до температуры 110 °С систему подготовки проб (5.5), где выдерживают в течение 30 мин. Пробирки вынимают и охлаждают на воздухе до температуры лабораторного помещения.

Доводят до метки содержимое пробирок водой (6.4) и перемешивают. Полученные растворы используют для определения содержания галлия в пробе.

Примечание — Допускаются другие методы разложения золы пробы при условии достижения полноты извлечения ионов галлия. Для этого разложение предварительно проводят с использованием стандартного образца (6.7—6.9), сравнивая полученный результат анализа с аттестованным значением.

9.3 Приготовление раствора холостого опыта

Раствор холостого опыта готовят одновременно с приготовлением анализируемых растворов по 9.2, но без навески пробы.

9.4 Градуировка спектрометра

9.4.1 Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики спектрометра, подготовленного к работе в соответствии с 7.3, используют основной (7.2.2) и разбавленный (7.2.3) растворы ионов галлия и раствор «нулевой» точки (7.2.4). Для каждого раствора выполняют не менее трех измерений интенсивности аналитической линии галлия при длине волны 294,3 нм. Количество измерений зависит от величины достигнутого среднеквадратичного отклонения (СКО) для данной точки градуировочной характеристики, являющегося достаточным в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Если не удается достичь нужного значения СКО, устраняют возможные причины несоответствия и повторяют измерения.

Примечание — В связи с разнообразием моделей спектрометров невозможно указать приборные настройки и условия проведения измерений, пригодные для всех случаев. Допускается применять другие методы установления градуировочной характеристики, если это предусмотрено программным обеспечением прибора.

9.4.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют путем измерения одного из растворов для градуировки (7.2.2 или 7.2.3) через каждые 15 мин в процессе измерений интенсивности излучения галлия в анализируемых растворах (9.2) и растворе холостого опыта (9.3), а также перед каждой серией измерений.

Градуировочную характеристику признают стабильной, если расхождение между измеренной и приписанной концентрациями галлия в градуировочном растворе не превышает ±10 %. В противном случае анализ проб прекращают, устраняют вероятные причины несоответствия и заново проводят градуировку спектрометра, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

9.4.3 Измерения анализируемого раствора и раствора холостого опыта

Проводят измерения в соответствии с инструкцией по эксплуатации конкретного атомно-эмиссионного спектрометра на длине волны аналитической линии галлия 294,3 нм.

Для каждого раствора проводят не менее трех измерений. Вычисляют среднее значение концентрации галлия в анализируемом растворе (9.2) и растворе холостого опыта (9.3).

Если концентрация галлия в анализируемом растворе превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то разбавляют водой (6.4) анализируемый раствор и записывают коэффициент разбавления K. При этом раствор холостого опыта разбавляют во столько же раз.

При разбавлении применяют мерные колбы (5.9) и пипетки (5.11), при этом объем аликвоты должен быть не менее 1 см^3. Коэффициент однократного разбавления не должен превышать 100.

10 Обработка результатов

10.1 Зольность воздушно-сухой аналитической пробы твердого минерального топлива при температуре 500 °С A^a_{500}, %, вычисляют по формуле

$$A^a_{500} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где m_3 — масса лодочки с золой, г;

m_1 — масса пустой лодочки, г;

m_2 — масса лодочки с навеской пробы, отобранной для озоления, г.

10.2 Содержание галлия в золе топлива Ga_A, мкг/г, вычисляют по формуле

$$Ga_A = \frac{(C_1 - C_{x.o}) \cdot V \cdot K}{m}, \qquad (3)$$

где C_1 — концентрация галлия в растворе пробы, измеренная на спектрометре, мкг/см^3;

$C_{x.o}$ — концентрация галлия в растворе холостого опыта, измеренная на спектрометре, мкг/см^3;

V — объем измеряемого раствора пробы и раствора холостого опыта, см^3;

K — коэффициент разбавления;

m — масса навески золы, взятая для приготовления анализируемого раствора (9.2), г.

10.3 Содержание галлия в воздушно-сухой аналитической пробе топлива Ga^a, мкг/г, вычисляют по формуле

$$Ga^a = \frac{Ga_A \cdot A^a_{500}}{100}. \quad (4)$$

Пересчет результатов на другие состояния топлива, отличные от аналитического, проводят по ГОСТ 27313.

Если абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости *r* (см. таблицу 1), то за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

При превышении допускаемого расхождения используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата определений по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подраздел 5.2).

10.4 Окончательный результат, выраженный на сухое состояние топлива, округляют до 0,1 мкг/г.

11 Прецизионность метода

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью и воспроизводимостью полученных результатов.

11.1 Предел повторяемости

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,* указанного в таблице 1.

11.2 Предел воспроизводимости

Работы по оценке воспроизводимости проводятся в настоящее время.

Таблица 1 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения содержания галлия в золе топлива

Диапазон содержания галлия в золе топлива, мкг/г	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % отн.	
	Предел повторяемости *r*	Предел воспроизводимости *R*
От 10,0 до 30,0 включ.	20	—
Св. 30,0	10	—

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен быть оформлен в соответствии с ГОСТ Р 58973 и включать:

а) дату и место проведения испытаний;

б) идентификацию анализируемой пробы;

в) обозначение настоящего стандарта;

г) тип и характеристики используемого спектрометра;

д) результаты испытаний с указанием, к какому состоянию топлива они относятся, а также все показатели, необходимые для проведения пересчета;

е) особенности и обстоятельства, отмеченные при проведении испытаний, которые могли повлиять на результат;

ж) подпись лица, ответственного за оформление протокола.

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений предусматривает следующие виды контроля:
- контроль погрешности результатов измерений по 13.2;
- контроль стабильности результатов измерений по 13.3.

13.2 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности измерений проводят с использованием стандартных образцов состава объектов, анализируемых по настоящему стандарту. Желательно, чтобы состав стандартного образца как можно лучше соответствовал составу анализируемых проб.

Образец для контроля анализируют в точном соответствии с установленной процедурой (9.1—9.4), а затем обрабатывают результаты измерений, проверяют их приемлемость и вычисляют окончательный результат измерений Ga^d, мкг/г, согласно разделу 10. Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении условия:

$$\left|Ga^d - C_0\right| \le CD_{0,95}, \tag{5}$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}, \tag{6}$$

где C_0 — опорное (аттестованное) значение массовой доли галлия в образце для контроля, мкг/г;
$CD_{0,95}$ — критическая разность для вероятности 0,95, мкг/г;
R и r — предел воспроизводимости и предел повторяемости в соответствии с разделом 11.

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

При отсутствии стандартных образцов или их ограниченном количестве в качестве средств контроля могут быть использованы рабочие пробы стабильного состава или стандартный образец предприятия (СОП).

13.3 Контроль стабильности результатов измерений

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

Контроль стабильности результатов измерений рекомендуется проводить в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ 33654—2022 (приложение Д) или с использованием контрольных карт в соответствии с [3].

Периодичность контроля стабильности результатов измерений определяют по ГОСТ 33654—2022 (приложение Д) или регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

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

Библиография

[1]	ПНД Ф 12.13.1-03	Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)
[2]	ТУ 2612-028-69886968-2014	Фтористоводородная кислота ОСЧ 27
[3]	РМГ 76—2014	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, метод определения массовой доли галлия

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.08.2022. Подписано в печать 18.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
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