ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70264— 2022

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Метод определения массовой доли германия

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. № 743-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 германия

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

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 германия в твердом минеральном топливе путем озоления топлива с последующим разложением золы смесью кислот и определением содержания германия в полученном растворе методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Метод применим при массовой доле германия в золе не менее 0,001 % (10 мкг/г).

В указанном диапазоне концентрации германия в золе топлива настоящий метод альтернативен фотоколориметрическому методу определения германия по ГОСТ 10175.

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 10175 Угли бурые, каменные, антрациты, углистые аргиллиты и алевролиты. Метод определения содержания германия

ГОСТ 11125 Кислота азотная 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

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

Издание официальное

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 и фтористоводородной кислот. Содержание германия 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 $см^3$ и 100 $см^3$ с пришлифованной или пластмассовой пробкой 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

5.10 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1 $см^3$ 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.

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

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 [1].

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

6 Реактивы

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

6.2 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.

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

6.4 Стандартный образец состава раствора ионов германия концентрацией 1000 $мг/дм^3$, например ГСО 10926 Ge-1000.

6.5 Аргон газообразный сжатый, высший сорт по ГОСТ 10157.

6.6 Стандартные образцы состава угля бурого Павловского месторождения ГСО 10930-2017/ ГСО 10933-2017 (набор УБ-1 СО МИСиС).

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

При работе с реактивами необходимо 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 6.3.

Пронумерованные фарфоровые лодочки (5.7) прокаливают в муфельной печи (5.3) при температуре не менее 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 6.3.

7.2.1 Приготовление основного раствора для градуировки с концентрацией ионов германия 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 (5.9) наливают 10—15 см^3 воды. Пипеткой с одной отметкой (5.10) добавляют 1 см^3 раствора с концентрацией ионов германия 1000 мг/дм^3 (6.4), цилиндром добавляют 4 см^3 азотной кислоты (6.1), доводят содержимое до метки водой и тщательно перемешивают.

Из колбы основной раствор переносят в полимерную тару подходящей вместимости с плотно закрывающейся крышкой (5.13).

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

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

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

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

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

7.2.2 Приготовление разбавленного раствора для градуировки с концентрацией ионов германия 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 (5.9) наливают 10—15 см^3 воды и пипеткой с одной отметкой (5.10) добавляют 5 см^3 основного раствора для градуировки (7.2.1). В колбу из цилиндра добавляют 2 см^3 азотной кислоты (6.1), доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

7.2.3 Приготовление раствора 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 перемешивают.

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

Готовят спектрометр (5.4) к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор проб осуществляют по ГОСТ 33814, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253, ГОСТ Р 59254, ГОСТ Р 59257 или ГОСТ Р ИСО 18283.

Подготовку аналитической пробы проводят по ГОСТ ISO 13909-4, ГОСТ Р 59248 или 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). Доводят измельченную (аналитическую) пробу до воздушно-сухого состояния, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре 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. Массовую долю влаги в воздушно-сухой аналитической пробе определяют по 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 приблизительно оценивают, 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 германия 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 оконченным, 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, приготовленной по 9.1, в сухой пробирке (5.6) вместимостью 50 $см^3$. 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 тары с навеской и массой тары после переноса навески в пробирку.

В пробирки с золой из цилиндров (5.8) приливают 5 $см^3$ азотной кислоты (6.1) и 1,5 $см^3$ фтористоводородной кислоты (6.2) (см. примечание к 6.2). Содержимое пробирок осторожно и тщательно перемешивают.

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

Удаляют пробирки и охлаждают 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. Удаляют пробирки и охлаждают на воздухе до температуры лабораторного помещения.

Содержимое пробирок доводят водой (6.3) до метки и перемешивают. Полученные растворы используют для определения содержания германия в пробе.

Примечание — Допускаются другие методы разложения золы пробы при условии достижения полноты извлечения ионов германия. Для этого разложение предварительно проводят с использованием стандартного образца (6.6), сравнивая полученный результат анализа с аттестованным значением.

9.3 Приготовление раствора холостого опыта

Готовят раствор холостого опыта 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 (7.2.1) и разбавленный (7.2.2) растворы ионов германия и раствор нулевой точки (7.2.3). Для каждого раствора выполняют не менее трех измерений интенсивности

аналитической линии германия при длине волны 265,1 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 достичь нужного значения СКО не удается, находят и устраняют причину несоответствия и повторяют процедуру градуировки.

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 (7.2.1 или 7.2.2) через каждые 15 мин в процессе измерений интенсивности излучения германия 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 германия 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

Измерение проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации конкретного атомно-эмиссионного спектрометра на длине волны аналитической линии германия 265,1 нм.

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

Если концентрация германия в анализируемом растворе превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то анализируемый раствор, подготовленный по 9.2, разбавляют водой 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 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 германия в золе топлива Ge_A, мкг/г, вычисляют по формуле

$$Ge_A = \frac{(C_1 - C_{х.о}) \cdot V \cdot K}{m}, \qquad (3)$$

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

$C_{х.о}$ — концентрация германия 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 германия в воздушно-сухой аналитической пробе топлива Ge^a, мкг/г, вычисляют по формуле

$$Ge^a = \frac{Ge_A \cdot A^a_{500}}{100}. \qquad (4)$$

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 пределов повторяемости 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.

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

Диапазон содержания германия в золе топлива, мкг/г	Максимально допускаемое расхождение между результатами определения, % отн.	
	Предел повторяемости *r*	Предел воспроизводимости *R*
От 10,0 до 40,0 включ.	20	—
Св. 40,0	10	—

11.2 Предел воспроизводимости

Работы по оценке воспроизводимости проводятся в настоящее время.

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 испытания 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.

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

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

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

где C_o — опорное (аттестованное) значение массовой доли германия 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 германия.

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 германия

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.08.2022. Подписано в печать 16.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

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