ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1420-2003

Нефть и нефтепродукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Нафта і нафтапрадукты

ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ СЕРЫ МЕТАДАМ РЭНТГЕНАФЛУАРЭСЦЭНТНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

(ASTM D 4294-98, IDT)

Издание официальное

53.4-2003



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.6.014:543.632.461:543.427.4(083.74) МКС 75.080 (КГС Б09) IDT

Ключевые слова: нефть, нефтепродукты, спектрометрия рентгеновская флуоресцентная, метод определения, растворы калибровочные, массовая доля серы

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН Управлением стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 29 августа 2003 г. № 37

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 4294-98 «Standard test method for sulfur in petroleum and petroleum products by energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry» (ASTM D 4294-98 «Стандартный метод определения содержания серы в нефти и нефтепродуктах энергодисперсионным рентгеноспектральным флуоресцентным методом»), который относится к области полномочий Комитета ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.03 по контролю смазочных материалов.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандартов, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Назначение и применение 2
5 Интерференция (помехи) 2
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 3
8 Отбор и подготовка проб 4
9 Калибровка 4
10 Подготовка аппаратуры 6
11 Проведение контроля 6
12 Расчет 6
13 Протокол 6
14 Контроль качества 7
15 Точность и отклонение метода 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефть и нефтепродукты ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Нафта і нафтапрадукты ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ СЕРЫ МЕТАДАМ РЭНТГЕНАФЛУАРЭСЦЭНТНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

Oil and oil products DETERMINATION OF SULFUR CONTENT BY X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY METHOD

Дата введения 2004-03-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания серы в углеводородах, таких как дизельное топливо, керосин, остаточное топливо, смазочные масла, гидравлические масла, топливо для реактивных двигателей, сырая нефть, бензин (все неэтилированные) и другие дистиллятные продукты (далее – нефтепродукты). Кроме того, с помощью этого метода можно определить содержание серы в других продуктах, таких как топлива М-85 и М-100. Метод применим для продуктов с массовой долей серы 0,0150 – 5,00 %

1.2 Значения, выраженные в единицах системы СИ, следует считать стандартными. Для выражения концентрации используется массовая доля серы в процентах.

1.3 Целью настоящего стандарта не является рассмотрение всех проблем безопасности, если они существуют, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности и охрану здоровья и определяет необходимость использования регулирующих ограничений до его применения. Особые меры предосторожности изложены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ASTM D 3120[1] Метод определения микропримесей серы в легких жидких нефтяных углеводородах окислительной микрокулонометрией

ASTM D 4057[1] Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную

ASTM D 4177[1] Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов

ASTM E 29[2] Указания по применению разрядов значащих цифр для результатов испытания с целью подтверждения соответствия техническим условиям

3 Сущность метода

3.1 На пробу продукта воздействуют излучением, испускаемым источником рентгеновского излучения. Измеряют возбужденное характеристическое рентгеновское излучение и показание сравнивают с показаниями, полученными для проанализированных ранее калибровочных растворов с известной концентрацией серы. Для того чтобы охватить диапазон концентрации серы от 0,015 до 5 %, требуется две группы калибровочных растворов: от 0,015 % до 0,1 % и от 0,1 до 5,0 %.

[1] Сборник стандартов ASTM, ежегодный выпуск, том 05.02.
[2] Сборник стандартов ASTM, ежегодный выпуск, том 14.02.

Издание официальное

4 Назначение и применение

4.1 Настоящий метод испытания предусматривает быстрое и точное определение общего содержания серы в нефтепродуктах при минимальной подготовке пробы. На практике продолжительность анализа одной пробы составляет от 2 до 4 мин.

4.2 Качество большинства нефтепродуктов определяется количеством присутствующей в них серы. Сведения о концентрации серы необходимы при переработке нефтепродуктов. В различных странах существуют технические регламенты, принятые федеральными, государственными и местными органами управления, которые ограничивают содержание серы в некоторых топливах.

4.3 Настоящий метод испытания используется для подтверждения соответствия нефтепродуктов стандартам, техническим условиям или техническим регламентам, устанавливающим требования к содержанию серы в нефтепродуктах.

4.4 Если настоящий метод применяется для испытания нефтепродуктов, основной состав которых значительно отличается от состава калибровочных растворов, приготовленных согласно настоящему стандарту с использованием белого масла, то при интерпретировании результатов испытания следует соблюдать осторожность и рекомендации, указанные в разделе 5.

4.5 По сравнению с другими методами определения содержания серы, метод испытания, изложенный в настоящем стандарте, обеспечивает высокую производительность, требует минимальной подготовки проб, имеет высокую точность и позволяет определять концентрацию серы в более широком диапазоне. Оборудование, применяемое в методе настоящего стандарта, в большинстве случаев является менее дорогостоящим по сравнению с оборудованием альтернативных методов. Альтернативные методы испытания приведены в ежегодном сборнике стандартов ASTM (том 00.01).

5 Интерференция (помехи)

5.1 Спектральная интерференция появляется в тех случаях, когда элемент или элементы некоторых проб излучают рентгеновские лучи, которые детектор не может отделить от рентгеновского излучения серы. В результате спектр представляет собой взаимоперекрывающие спектральные пики. Причиной возникновения спектральной интерференции может быть присутствие в пробе воды алкилов свинца, кремния, фосфора, кальция, калия и галоидных соединений, если их концентрации больше чем 1/10 определенной концентрации серы или больше чем несколько сот миллиграмм/килограмм продукта. Для того чтобы компенсировать интерференцию, необходимо выполнять инструкции изготовителя по эксплуатации аппаратуры.

5.2 Изменение концентрации элементов в пробе влияет на интенсивность линий спектра основного состава пробы. Такие изменения непосредственно влияют на поглощение рентгеновских лучей и изменяют измеренную интенсивность каждого элемента. Например, присадки, улучшающие насыщение бензина кислородом, могут повлиять на результаты контроля содержания серы. Такие виды интерференции всегда присутствуют при рентгеновском флуоресцентном анализе и никак не связаны со спектральной интерференцией.

5.3 Оба вида интерференции компенсируются современными приборами с использованием встроенного программного обеспечения. Рекомендуется периодически проверять интерференции таких видов и не принимать за номинальные значения введенные поправки программного обеспечения, предлагаемого изготовителем. Внесение поправок следует проверять для продуктов нового состава.

5.4 М-85 и М-100 являются топливами, содержащими 85 и 100 % метанола соответственно. Эти топлива имеют высокое содержание кислорода и, следовательно, высокое поглощение излучения серы Kα. Испытания таких видов топлива может осуществляться с использованием метода настоящего стандарта, но при этом состав калибровочных растворов должен соответствовать составу пробы. В этом случае возможна потеря чувствительности или точности метода. Сходимость, воспроизводимость и отклонение, полученные для метода настоящего стандарта, не определялись для проб топлив М-85 и М-100.

5.5 Нефтепродукты, состав которых отличается от состава белого масла, согласно 9.1 могут быть проконтролированы с использованием калибровочных растворов, изготовленных из основных продуктов такого же или аналогичного состава. Например, вместо бензина может быть использована смесь изооктана и толуола, взятых в соотношении, приблизительно равном истинному содержанию

ароматических углеводородов в пробах, которые будут испытываться. Калибровочные растворы, изготовленные с использованием моделированного бензина, дают более точные результаты по сравнению с результатами, полученными при использовании белого масла.

Примечание 1 – Если нефтепродукты содержат взвешенную воду, перед началом контроля ее рекомендуется удалить или тщательно гомогенизировать пробу и сразу же провести контроль. Интерференция будет больше, если вода образует прозрачную пленку, так как она будет ослаблять интенсивность рентгеновского излучения серы. Одним из способов удаления воды является центрифугирование пробы продукта в герметичных условиях, не нарушая целостности пробы.

6 Аппаратура

6.1 Энергодисперсионный рентгеновский флуоресцентный анализатор. Может применяться любой энергодисперсионный рентгеновский анализатор, если его конструкция состоит, как минимум, из следующих элементов:

6.1.1 Источник возбуждения рентгеновского излучения – источник рентгеновского излучения с энергией более 2,5 кэВ.

Примечание 2 – **Предупреждение**: В дополнение к другим предупреждениям при применении источника радиоактивного излучения следует обеспечить его надлежащее экранирование в соответствии с требованиями нормативных документов так, чтобы он не представлял никакой опасности. Только обученный и компетентный специалист может работать с источником, используя правильные технологии экранирования.

Примечание 3 – Эксплуатация анализатора с рентгеновской трубкой должна производиться в соответствии с инструкциями по безопасному выполнению работ изготовителя прибора и действующими нормативными и законодательными актами.

6.1.2 Ячейка для пробы, обеспечивающая уровень пробы не менее 4 мм, оборудованная съемным окошком из полимерной пленки, прозрачной для рентгеновских лучей.

6.1.3 Детектор рентгеновского излучения с чувствительностью 2,3 кэВ и разрешающей способностью не выше 800 эВ. Подходящим считается газонаполненный пропорциональный счетчик.

6.1.4 Фильтры или другие средства распознавания излучения серы Kα и другого рентгеновского излучения более высокой мощности.

6.1.5 Электронная аппаратура преобразования сигнала и обработки данных, которая выполняет функции подсчета интенсивности рентгеновского излучения, минимум в двух энергетических областях (для корректировки фонового рентгеновского излучения), корректировки спектральной интерференции и преобразования интенсивности рентгеновского излучения серы в процентное содержание по массе.

6.1.6 Дисплей или печатающее устройство для считывания процентного содержания серы по массе.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов. Для испытания должны применяться химические реактивы высокого класса чистоты. Если не указано иное, то все реактивы должны соответствовать техническим условиям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где эти технические условия имеются в наличии[1]. Могут применяться реактивы другого класса чистоты, но необходимо установить, что степень чистоты реактива позволяет их использовать, не уменьшая точности определения.

7.2 Ди-н-бутилсульфид – стандартный образец высокой чистоты с установленным содержанием серы. При расчете точной концентрации калибровочных растворов необходимо использовать установленное значение содержания серы по 9.1.7.

Примечание 4 – **Предупреждение**: Ди-н-бутилсульфид является легковоспламеняющимся и токсичным.

Примечание 5 – Важно знать концентрацию серы в ди-н-бутилсульфиде, а не его чистоту, так как примеси могут быть серосодержащими соединениями.

7.3 Минеральное белое масло, чистота которого соответствует техническим условиям или концентрация серы не превышает 2 мг/кг.

---

[1] «Химические реагенты, технические условия Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества» Am.Chemical Soc., Washington, DC. Рекомендации по испытанию реактивов, не указанных Американским химическим обществом, – смотрите «Стандарты Analar для лаборатории Соединенного Королевства Великобритании, химикаты» BDH Ltd., Poole, Dorset, фармакопею США и Национальный свод правил, Конвенцию по фармакопее США, Inc., (USPC) Rockville, MD.

7.4 Прозрачная рентгеновская пленка. Может применяться любая пленка, которая является стойкой к пробе нефтепродукта, не содержащая серу и достаточно хорошо пропускающая рентгеновское излучение. Считаются подходящими полиэфирные, полипропиленовые, поликарбонатные и полиимидные пленки.

7.4.1 Пробы нефтепродукта с высоким содержанием ароматических углеводородов могут растворять полиэфирные и поликарбонатные пленки. В таких случаях для окошка ячейки можно использовать кроме указанных пленок и другие материалы, которые не содержат никаких примесей. Для окошка можно применять полиимидную пленку. Хотя полиимидная пленка поглощает рентгеновское излучение серы больше, чем другие пленки, этот материал может быть предпочтительным, поскольку является более устойчивым к химическому воздействию ароматических углеводородов и проявляет большую механическую прочность.

7.5 Ячейки для проб, устойчивые к воздействию проб нефтепродуктов и удовлетворяющие по габаритным размерам требованиям спектрометра.

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Пробы следует отбирать в соответствии с требованиями ASTM D 4057 или ASTM D 4177. Пробу анализируют сразу же после заполнения ею ячейки, давая возможность выходу пузырькам воздуха перемешиванием.

8.2 Ячейки многоразового использования моют и высушивают перед каждым применением. На ячейку многоразового использования перед анализом пробы помещают новую рентгеновскую пленку. Не допускается дотрагиваться до внутренней части ячейки, до участка пленки окна ячейки или окна ячейки, которые подвергаются рентгеновскому излучению. Жировые пятна от отпечатков пальцев могут повлиять на показания, получаемые при анализе проб с низким содержанием серы. Складки на пленке будут влиять на интенсивность проходящего рентгеновского излучения серы. Поэтому для получения достоверных результатов контроля пленка должна быть туго натянутой и чистой. Если меняется тип или толщина пленки, следует провести повторную калибровку анализатора.

8.3 Примеси или изменения толщины, выявленные в полиэфирных пленках различных партий, могут оказать влияние на результат контроля проб с низким содержанием серы. В связи с этим калибровку следует проводить при использовании каждого нового рулона пленки.

9 Калибровка

9.1 Приготовление калибровочных образцов:

9.1.1 Несмотря на то что для определения содержания серы в различных нефтепродуктах можно провести единственную калибровку, строго рекомендуется, чтобы там, где возможно, калибровочные растворы приготавливались с использованием аналогичного по составу продукта, например калибровочные растворы дизельного топлива готовились на основе дизельного топлива. Особенно это важно при контроле проб с низким содержанием серы. Поэтому растворитель должен быть как можно ближе к типу исследуемого продукта. В качестве альтернативного растворителя применяется белое минеральное масло по 7.3.

9.1.2 Отдельно приготавливают первичные калибровочные растворы с массовой долей серы 0,1 и 5 %, но непоследовательным разбавлением раствора одной концентрации. Содержание серы в каждом первичном калибровочном растворе рассчитывают с точностью до четвертого знака после запятой.

9.1.3 В подходящем сосуде с узким горлом взвешивают с точностью 0,1 мг указанное в таблице 1 количество растворителя нефтепродукта. Затем точно взвешивают количество ди-н-бутилсульфида. Тщательно смешивают при комнатной температуре (желательно использовать магнитную мешалку с тефлоновым покрытием).

9.1.4 Приготавливают калибровочные растворы с номинальным диапазоном концентраций, указанным в таблице 2, для двух диапазонов разбавлением каждого первичного калибровочного раствора растворителем, соответствующим нефтепродукту.

9.1.5 В качестве альтернативных можно применять сертифицированные стандартные образцы Национального института стандартов и технологий (NIST), приготовленные, как описано выше, или состоящие из нефтепродукта, который будет контролироваться.

9.1.6 Если для приготовления калибровочных растворов применяется растворитель, содержащий серу, количество этой серы добавляют к рассчитанному содержанию серы в приготовленных растворах (концентрацию серы можно узнать у поставщика или провести испытание минерального масла по

методу стандарта ASTM D 3120 или другому эквивалентному методу испытания продуктов с низким содержанием серы, чувствительность которого не более чем 1 млн$^{-1}$).

9.1.7 Взвешивают рекомендуемую массу ди-н-бутилсульфида и растворителя с точностью 0,1 мг. Очень важно знать фактическую массу, так как фактическая концентрация приготовленных растворов рассчитывается и вводится в прибор для целей калибровки. Концентрацию серы рассчитывают по формуле (1)

$$S=[DBS\times S_{DBS})+(MO\times S_{MO})]/(DBS+MO), \quad (1)$$

где S – массовая доля серы в приготовленном растворе, %;
DBS – фактическая масса ди-н-бутилсульфида, г;
S_{DBS} – массовая доля серы в DBS, % (обычно 21,91 %);
MO – фактическая масса минерального масла, г;
S_{MO} – массовая доля серы в минеральном масле, %.

Таблица 1 – **Состав первичных калибровочных растворов**

Массовая доля серы, %	Масса растворителя основы, г	Масса ди-н-бутилсульфида, г
5,0	48,6	14,4
0,10	43,6	0,200

Таблица 2 – **Калибровочные растворы**

Диапазон	1	2
Массовая доля серы, %	0,0020 – 0,1	0,1 – 5,0
Раствор 1	0,0000	0,00
Раствор 2	0,0020	0,10
Раствор 3	0,0050	0,50
Раствор 4	0,0100	1,00
Раствор 5	0,0300	2,50
Раствор 6	0,0600	5,00
Раствор 7	0,1000	–

9.2 Сертифицированные калибровочные растворы. Сертифицированные калибровочные растворы могут применяться вместо одного или всех растворов, указанных в 9.1, если основа этих растворов аналогична основе испытуемого продукта. В качестве калибровочных растворов могут быть использованы образцы материалов (SRM), приготовленные и сертифицированные NIST. Например, для определения содержания серы в дизельном топливе может использоваться SRM 2724. Концентрация серы в стандартных образцах должна соответствовать концентрации, указанной в таблице 2.

9.3 Контрольные калибровочные растворы. Несколько дополнительных калибровочных растворов (контрольных калибровочных растворов), которые не используются при построении калибровочной кривой, могут применяться для проверки достоверности калибровки. Контрольные калибровочные растворы могут быть приготовлены в соответствии с 9.1, также могут применяться сертифицированные калибровочные растворы (9.2). Концентрация серы в контрольных калибровочных растворах должна соответствовать предполагаемой концентрации испытываемых продуктов.

9.4 Пробы для контроля качества. Типичные представители нефтепродуктов (которые являются пробами для контроля качества) могут регулярно испытываться с целью обеспечения статистического контроля (раздел 14).

9.5 Хранение калибровочных растворов и проб для контроля качества. Калибровочные растворы и пробы для контроля качества хранят в бутылях из темного стекла или обернутых непрозрачным материалом, закрытых притертыми пробками, крышками с резьбой из инертной пластмассы или другими укупорочными средствами из инертных материалов, обеспечивающими герметичность, в холодном, темном месте до момента применения. Не допускается использовать калибровочные растворы и пробы для контроля качества, если в них появился осадок или изменилась концентрация.

10 Подготовка аппаратуры

Аппаратуру настраивают в соответствии с инструкциями изготовителя. Если возможно, прибор должен быть постоянно включен для сохранения оптимальной стабильности.

11 Проведение контроля

11.1 Хотя рентгеновское излучение проникает на малое расстояние в пробу, рассеивание от ячейки и пробы может отличаться. В связи с этим химик-аналитик должен убедиться, что ячейка заполнена пробой выше минимального уровня и последующее заполнение ячейки вызовет незначительное изменение в скорости считывания. Ячейка считается правильно заполненной, если она заполнена не менее чем на 3/4 вместимости ячейки. Заполняя ячейку пробой, оставляют пространство над жидкостью и отверстие для выхода паров в целях предупреждения изгибания рентгеновской пленки при контроле проб летучих продуктов.

Примечание 6 – **Предупреждение**: Не допускается проливать легковоспламеняющиеся жидкости внутри анализатора.

11.2 Калибровка прибора. Прибор калибруют для соответствующего диапазона, указанного в таблице 2, следуя инструкциям изготовителя. Обычно процедура калибровки включает настройку прибора на считывание чистой интенсивности рентгеновского излучения серы, затем испытание калибровочных растворов с известным содержанием серы. Для каждого калибровочного раствора снимают по два показания, используя рекомендуемое время подсчета для прибора, указанное в таблице 3. С минимальной задержкой повторяют измерение, используя вновь подготовленные ячейки и калибровочные растворы другой концентрации. После анализа всех калибровочных растворов, следуя инструкциям изготовителя, строят калибровочную кривую, используя значения концентрации серы для каждого калибровочного раствора, который был проконтролирован четыре раза. Сразу же после завершения калибровки определяют концентрацию серы в одном или нескольких контрольных калибровочных растворах (9.3). Определенные значения должны быть в пределах ± 3 % относительно установленных значений концентраций. Если значение определенной концентрации не попадает в установленный диапазон значений, следует предпринять корректирующие действия и повторить калибровку. При проведении калибровки следует также принимать во внимание степень различия основного состава калибровочных растворов и проб.

11.3 Анализ неизвестных проб. Ячейку заполняют пробой и испытывают согласно 11.1 Пробы вязких продуктов перед заполнением ячейки нагревают для того, чтобы они легко заполняли ячейку. Проверяют отсутствие воздушных пузырьков между окошком ячейки и жидкой пробой. Проводят измерение каждой пробы (в таблице 3 указано рекомендованное время считывания для определенной концентрации). С минимальной задержкой повторяют измерение, используя вновь подготовленную ячейку и новую порцию пробы. Определяют среднее значение двух результатов определения концентрации серы. Если среднее значение концентрации не находится в пределах допустимого диапазона значений для этой калибровки, повторяют измерение пробы два раза, используя диапазон, включающий определяемое среднее значение концентрации пробы.

12 Расчет

Концентрация серы в пробе рассчитывается автоматически по калибровочной кривой.

13 Протокол

13.1 Массовую долю серы в процентах записывают, округляя значение до третьей значимой цифры, используя требования ASTM E 29, и указывают, что результаты были получены при контроле по методу настоящего стандарта.

Таблица 3 – **Время подсчета для определения концентрации серы**

Диапазон массовых долей серы, %	Время подсчета, с
0,0000 до 0,1000	200 до 300
0,1000 до 5,0	100

14 Контроль качества

14.1 Применение программ контроля качества, таких как программа, описанная в 14.1.1, может помочь в проведении статистического контроля этого метода.

Примечание 7 – Рекомендуется верификация системы контроля с помощью применения проб для контроля качества. Контроль с использованием проб для контроля качества должен проводиться отдельной лабораторией.

14.1.1 В целях обеспечения статистического контроля испытательного процесса с момента последней калибровки, проведенной соответствующим образом, следует регулярно испытывать пробы для контроля качества, приготовленные из продуктов, отобранных или хранящихся в соответствии с 9.4 и 9.5, как пробы неизвестных продуктов. Результаты записывают и сразу же анализируют по контрольным картам[1] или с использованием других статистически эквивалентных методик для обеспечения статистического контроля процесса анализа. Необходимо установить причины выпадения каких-либо данных из-под контроля. Информация, полученная после такого исследования, может повлечь за собой повторную калибровку прибора. В зависимости от критичности определяемого качества и продемонстрированной стабильности процесса контроля, периодичность испытаний проб для контроля качества может варьироваться от одного раза в день до двух раз в неделю для испытательного прибора, находящегося в эксплуатации. Рекомендуется анализировать не менее одного типа проб для контроля качества, являющихся типичным представителем регулярно анализируемых проб.

15 Точность и отклонение метода[2]

15.1 Точность метода испытания, определенную в результате статистического анализа результатов межлабораторных исследований, характеризуют:

15.1.1 Сходимость – разность между двумя результатами последовательных определений, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом продукте при правильном выполнении метода в течение продолжительного периода времени, только в одном случае из двадцати может превышать значение, рассчитанное по формуле (2)

$$0{,}02894\ (X + 0{,}1691), \qquad (2)$$

где X – массовая доля серы, %.

15.1.2 Воспроизводимость – разность между двумя отдельными и независимыми результатами определения, полученными различными операторами в различных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при правильном выполнении метода в течение продолжительного периода времени, только в одном случае из двадцати может превышать значение, рассчитанное по формуле (3)

$$0{,}1215\ (X + 0{,}05555), \qquad (3)$$

где X – массовая доля серы, %.

15.2 Отклонение. При межлабораторных исследованиях применялись стандартные образцы материалов NIST. Установленные значения концентрации серы и отклонения метода приведены в таблице 4.

Таблица 4 – **Отклонение метода**

Стандартные образцы материалов NIST	Массовая доля серы, %	Отклонение	Значительное
SRM 1616a	0,0146	0,0009	Нет
SRM 2724a	0,0430	0,0008	Нет
SRM 1617a	0,173	0,0003	Нет
SRM 1623c	0,381	Минус 0,0119	Да
SRM 1621e	0,948	Минус 0,0198	Нет
SRM 2717	3,02	0,0072	Нет

[1] ASTM MNL 7 «Руководство по представлению данных и анализу контрольных карт», раздел 3. Контрольные карты для отдельных образцов.

[2] Вспомогательные данные можно взять в штаб-квартире ASTM. Запросите RR:D02-1418.

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

Сдано в набор 19.09.2003. Подписано в печать 25.09.2003. Формат бумаги 60х84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.- изд. л. 0,68 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия ЛВ № 231 от 04.03.2003. Лицензия ЛП № 408 от 25.07.2000
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru