МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32977—
2014**

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение микроэлементов в золе атомно-абсорбционным методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 апреля 2015 г. № 282-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32977—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D 3683—2011 Standard Test Method for Trace Elements in Coal and Coke Ash by Atomic Absorption (Стандартный метод определения микроэлементов в золе угля и кокса атомно-абсорбционным методом). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации 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

Введение

Микроэлементы содержатся в органической и минеральной частях углей. Актуальность изучения ценных и токсичных микроэлементов в твердых топливах определяется тем, что в многотоннажных процессах топливного и технологического использования углей происходит распределение микроэлементов в продукты переработки углей и окружающую среду.

Для детального и оперативного определения состава и содержания микроэлементов в углях и продуктах их переработки требуются количественные, инструментальные, высокопроизводительные аналитические методы. Одним из таких методов, получивших распространение в углехимической аналитической практике, является пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия.

В настоящем стандарте регламентирован атомно-абсорбционный метод одновременного определения восьми микроэлементов в золе твердого топлива: бериллия, хрома, меди, марганца, никеля, свинца, ванадия и цинка.

Настоящий стандарт гармонизирован с ASTM D 3683. Методика определения микроэлементов разработана применительно к углям США, и показатели прецизионности метода рассчитаны для интервалов содержаний микроэлементов, характерных для углей США (таблицы 2 и 3). Поскольку диапазоны содержаний микроэлементов в углях США, России и стран СНГ принципиально не отличаются, при разработке настоящего стандарта таблицы 2 и 3 были включены в раздел «Прецизионность» без изменений.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем национального стандарта ASTM D 3683:

- в область распространения включены все виды твердого минерального топлива;
- приведен перечень ссылочных стандартов, в том числе межгосударственные стандарты на реактивы и посуду;
- рекомендуемая степень измельчения аналитической пробы (–250 мкм и –150 мкм) заменена на величину, принятую в международных стандартах ISO и межгосударственных стандартах (–212 мкм).

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение микроэлементов в золе атомно-абсорбционным методом

Solid mineral fuel. Determination of trace elements in ash by atomic absorption method

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные и бурые угли, *лигниты, антрациты, горючие сланцы*, кокс, *торф, топливные брикеты, продукты обогащения, переработки и сжигания твердого минерального топлива (далее — твердое топливо)* и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения микроэлементов в золе твердого топлива.

К микроэлементам относятся бериллий, хром, медь, марганец, никель, свинец, ванадий и цинк.

При озолении твердых топлив в лаборатории при 500 °С указанные микроэлементы количественно переходят в золу, поэтому содержание микроэлементов, найденное в золе, может быть пересчитано на исходное топливо.

При промышленном сжигании твердых топлив часть микроэлементов попадает в окружающую среду с дымовыми газами, поэтому найденное в золе твердых остатков и золе уноса содержание микроэлементов не всегда может быть пересчитано на исходное топливо.

Примечания

1 Под микроэлементами понимают элементы, массовая доля которых в сухом твердом топливе составляет менее 0,1 % (1000 ppm[1)]). Синонимы термина «микроэлементы» — «малые элементы», «следовые элементы».

2 В настоящем стандарте не приведены требования безопасности, связанные с применением атомно-абсорбционного спектрометра. Правила безопасной эксплуатации атомно-абсорбционного спектрометра содержатся в документации к прибору.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 687—2012 Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа[2)]

ГОСТ ISO 1171—2012 Топливо твердое минеральное. Определение зольности[3)]

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

[1)] Единица измерения концентрации ppm — «parts per million» (частей на миллион). 1 ppm = 1 г/т = 1 мг/кг = 1 мкг/г = 10^{-4} %.

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ 27589—91 (ИСО 687—74) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

[3)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55661—2013 (ИСО 1171:2010) «Топливо твердое минеральное. Определение зольности».

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ ISO 5068-2—2012 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе[1)]

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия[2)]

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

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

ГОСТ 11303—2013 Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305—2013 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

ГОСТ ISO 11722—2012 Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе для общего анализа высушиванием в токе азота[3)]

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070—2014 Угли. Термины и определения

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23083—78 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27313—95 (ИСО 1170—77) Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070.

Обозначения показателей качества и индексы к ним — по ГОСТ 27313.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в следующем:

- озоляют пробу твердого топлива при температуре (500 ± 10) °С;
- количественно извлекают микроэлементы из золы и переводят их в раствор путем разложения золы смесью концентрированных соляной, азотной и фтористоводородной кислот при нагревании на водяной бане в присутствии борной кислоты;
- определяют содержание микроэлементов в растворе методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

В таблице 1 приведены условия определения микроэлементов атомно-абсорбционным методом с атомизацией в пламени: длины волн аналитических линий элементов и состав газовой смеси для создания пламени.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[3)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

Таблица 1 — Условия определения микроэлементов атомно-абсорбционным методом с атомизацией в пламени

Элемент	Длина волны, нм	Состав пламени: окислитель—горючий газ
Бериллий Be	234,9	N_2O—C_2H_2
Хром Cr	357,9	N_2O—C_2H_2
Медь Cu	324,8	воздух—C_2H_2
Марганец Mn	279,5	воздух—C_2H_2
Никель Ni	232,0	воздух—C_2H_2
Свинец Pb	283,3	воздух—C_2H_2
Ванадий V	318,0	N_2O—C_2H_2
Цинк Zn	213,9	воздух—C_2H_2

5 Реактивы

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, квалификации не ниже ч. д. а. *по ГОСТ 13867*.

5.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709[1)].

5.2 Кислота соляная (HCl), концентрированная, плотностью ρ_{20} = 1,19 г/см^3 *по ГОСТ 3118*.

5.3 Кислота азотная (HNO_3), концентрированная, плотностью ρ_{20} = 1,42 г/см^3 *по ГОСТ 4461*.

5.4 Кислота фтористоводородная (HF), концентрированная, плотностью ρ_{20} = 1,17 г/см^3 *по ГОСТ 10484*.

5.5 Царская водка, раствор свежеприготовленный: смешивают один объем азотной кислоты (5.3) и три объема соляной кислоты (5.2) и добавляют один объем воды (5.1). Раствор хранению не подлежит.

5.6 Кислота борная (H_3BO_3) *по ГОСТ 9656*.

5.7 Кислота борная, насыщенный раствор: растворяют 60 г борной кислоты (5.6) в 1 дм^3 горячей деионизованной воды (5.1), охлаждают и дают отстояться в течение трех суток. Чистый раствор отделяют от осадка декантацией.

5.8 Исходные стандартные растворы

Растворы определяемых микроэлементов концентрацией 100 мкг/см^3 приготавливают из государственных стандартных образцов (ГСО) состава растворов ионов металлов согласно прилагаемым к ним инструкциям.

Примечание — ГСО состава растворов ионов металлов предназначены для градуировки атомно-абсорбционных спектрометров, метрологической аттестации и контроля погрешности измерений.

При отсутствии ГСО исходные стандартные растворы готовят из особо чистых (степень чистоты от 99,9 % до 99,999 %) металлов, оксидов или солей металлов. Взвешивания проводят на лабораторных весах (6.7).

Примечание — Для приготовления исходных стандартных растворов не рекомендуется применять сульфаты и серную кислоту, так как они неблагоприятно влияют на пламя, а некоторые сульфаты плохо растворяются в воде.

Исходные стандартные растворы разбавляют для приготовления градуировочных растворов с концентрациями в диапазоне от 0,01 до 10 мкг/см^3 в зависимости от чувствительности прибора.

6 Аппаратура

6.1 Атомно-абсорбционный спектрометр

Разрешается применять прибор любой модели с двулучевой оптической системой и дейтериевой лампой для коррекции фонового поглощения или с другой подобной системой учета неселективного поглощения.

[1)] Рекомендуется использовать воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501. Дистиллированную воду дважды перегоняют в аппаратуре из кварцевого стекла или подвергают деионизации. В соответствии с требованиями ГОСТ Р 52501 воду 2-й степени чистоты хранят в герметически закрытой таре из полиэтилена высокого давления или полипропилена.

Работу на спектрометре и обработку аналитических данных проводят с помощью соответствующего программного обеспечения.

Тип прибора должен быть сертифицирован и зарегистрирован в Государственных реестрах средств измерений Российской Федерации и стран СНГ, а также допущен к применению в этих государствах.

6.2 Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим постоянную температуру в интервале от 400 °С до 1000 °С. Вентиляция в печи должна обеспечивать смену воздуха со скоростью от двух до четырех объемов печи в 1 мин. Допускается естественная вентиляция печи.

Печь предназначена для озоления проб и должна соответствовать требованиям ГОСТ ISO 1171.

6.3 Платиновые тигли вместимостью 50 см^3 *по ГОСТ 6563.*

6.4 Кварцевые тигли вместимостью 50 см^3 *по ГОСТ 19908.*

6.5 Пластиковые банки, изготовленные из полиэтилена высокой прочности или политетрафторэтилена, вместимостью 125 см^3. Банки должны герметично закрываться завинчивающимися крышками и выдерживать температуру 130 °С и давление, которое развивается при разложении пробы.

Допускается использовать склянки другого типа, устойчивые к температуре и давлению, развивающемуся при разложении пробы.

6.6 Тара полимерная, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками, для хранения дистиллированной воды (5.1), а также градуировочных и анализируемых растворов.

6.7 Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг.

6.8 Стеклянная лабораторная посуда и калиброванные мерные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы, стаканы и др.) по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.

6.9 Водяная баня.

6.10 Сито лабораторное *по ГОСТ 6613* из проволочной сетки со стороной ячейки в свету 212 мкм (0,2 мм).

7 Подготовка к испытаниям

7.1 Приготовление градуировочных растворов

7.1.1 Общие положения

Градуировочные растворы определяемых микроэлементов (концентрации в диапазоне от 10 до 0,01 (мкг/см^3) готовят путем разбавления исходных стандартных растворов (5.8).

Градуировочные растворы должны содержать те же реактивы в тех же количествах, что и анализируемые растворы (10.1). Содержание микроэлемента в градуировочных растворах должно быть близким к содержанию этого элемента в анализируемом растворе. Все это позволяет свести к минимуму погрешность, связанную с влиянием матрицы.

Растворы хранят в посуде из полимерного материала с герметично завинчивающимися крышками.

7.1.2 Приготовление градуировочных и холостого растворов

В мерную пластиковую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 3 см^3 царской водки (5.5), 5 см^3 фтористоводородной кислоты (5.4), 50 см^3 насыщенного раствора борной кислоты (5.7) и рассчитанный объем исходного стандартного раствора определяемого микроэлемента (5.8). При необходимости исходный стандартный раствор предварительно разбавляют. Раствор в пластиковой колбе доливают до метки дистиллированной водой (5.1) и перемешивают.

Холостой раствор для градуировки готовят так же, как другие градуировочные растворы, но без стандартного раствора микроэлемента.

7.2 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к работе

Атомно-абсорбционный спектрометр (6.1) подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

В таблице 1 приведены условия определения микроэлементов атомно-абсорбционным методом с атомизацией в пламени.

7.3 Градуировка спектрометра

Для проведения градуировки спектрометра готовят от 3 до 5 градуировочных растворов (7.1) каждого из определяемых микроэлементов. Диапазон концентраций градуировочных растворов одного микроэлемента должен включать ожидаемую концентрацию этого элемента в анализируемом растворе.

Градуировочный раствор вводят в атомизатор прибора (6.1). Все измерения проводят при включенном дейтериевом корректоре фона. Записывают значение аналитического сигнала.

Каждое измерение проводят три раза и вычисляют среднеарифметическую величину аналитического сигнала. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрации элемента (мкг/см^3), а по оси ординат — величины атомной абсорбции (среднеарифметические величины аналитического сигнала).

8 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу, измельченную до размера зерен менее 212 мкм, приготовленную *по ГОСТ 10742, ГОСТ 11303* или *ГОСТ 23083*. Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии, для чего ее раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение минимального времени, необходимого для достижения равновесия между влажностью топлива и атмосферой лаборатории.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин предпочтительно механическим способом.

Одновременно со взятием навески для анализа отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ ISO 687, ГОСТ ISO 5068-2, ГОСТ ISO 11722 или *ГОСТ 11305,* чтобы можно было пересчитать результаты анализа на другие состояния топлива по ГОСТ 27313.

9 Приготовление золы

Приготовление золы для определения микроэлементов совмещают с определением зольности при (500 ± 10) °С. Масса золы топлива, необходимая для приготовления одной порции анализируемого раствора, составляет не менее 0,2 г. Исходя из этого, а также из зольности анализируемого топлива, рассчитывают массу пробы твердого топлива, необходимую для приготовления 2—3 анализируемых растворов, и количество тиглей для озоления.

Навески аналитической пробы топлива, приготовленного в соответствии с разделом 8, взвешивают в предварительно прокаленных и взвешенных тиглях (6.3, 6.4) с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг. Толщина слоя топлива в тигле не должна превышать 0,15 г/см^3.

Тигли с навесками помещают в холодную муфельную печь (6.2), которую постепенно нагревают с такой скоростью, чтобы через 1 ч температура печи достигла 300 °С, а через 2 ч — (500 ± 10) °С. Продолжают озоление, выдерживая пробу при (500 ± 10) °С еще 2 ч. Один раз в час пробу осторожно перемешивают шпателем, чтобы не оставалось несгоревших частиц топлива.

Тигли с зольным остатком вынимают, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Затем проводят контрольные прокаливания в течение 30 мин до тех пор, пока изменение массы золы будет составлять менее 0,001 г. Для расчета зольности используют результат последнего взвешивания. Зольность топлива при (500 ± 10) °С рассчитывают как среднюю арифметическую величину зольностей, рассчитанных для каждого тигля.

Золу объединяют, перемешивают и тщательно растирают в агатовой ступке. После этого золу прокаливают в течение 1 ч при (500 ± 10) °С и хранят в эксикаторе.

Примечание — Озоление кокса при (500 ± 10) °С затруднено. Допускается проводить озоление кокса при (815 ± 10) °С по ГОСТ ISO 1171. В этом случае в протоколе испытаний должно быть указано, что зола получена при (815 ± 10) °С.

10 Проведение испытания

10.1 Приготовление анализируемого раствора

Навеску золы массой около 0,2 г, взвешенную с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг, помещают в пластиковую банку (6.5) вместимостью 125 см^3. Добавляют 3 см^3 царской водки (5.5) и 5 см^3 фтористоводородной кислоты (5.4) и плотно закрывают банку завинчивающейся крышкой.

Примечание — Следует соблюдать осторожность при добавлении кислот к золе, так как при 500 °С не все карбонаты, присутствующие в топливе, полностью разлагаются.

Помещают банку на 2 ч в кипящую водяную баню (6.9). Затем банку вынимают, охлаждают до комнатной температуры и осторожно отвинчивают крышку. Приливают в банку 50 см^3 насыщенного раство-

ра борной кислоты (5.6). Борная кислота связывает избыток фтора, образуя комплексные соединения с фторидами. Кроме того, борная кислота улучшает качество пламени и создает пламенный буфер (flame buffer), способствуя устранению мешающих влияний при пламенном атомно-абсорбционном анализе.

Снова завинчивают крышку и нагревают банку в кипящей водяной бане в течение 1 ч. Если при этом зола растворяется не полностью, то продолжают анализ в присутствии осадка. Считается, что в процессе такой обработки зольного остатка микроэлементы количественно переходят в раствор.

Содержимое банки количественно переносят в мерную пластиковую колбу на 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой (5.1) и перемешивают.

Раствор холостого опыта, содержащий те же реактивы в тех же количествах, что и анализируемый раствор, готовят аналогичным образом, но без навески золы.

Растворы проб и холостого опыта при необходимости хранят в полиэтиленовых емкостях (6.6).

10.2 Определение микроэлементов в растворе

Атомно-абсорбционный спектрометр (6.1) подготавливают к работе и проводят корректировку фона для каждого элемента. Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации конкретного атомно-абсорбционного спектрометра.

Анализируемый раствор вводят в атомизатор прибора и записывают значение аналитического сигнала. Определение бериллия, хрома и ванадия проводят в пламени динитрооксид/ацетилен, а определение кадмия, меди, марганца, никеля, свинца и цинка — в пламени воздух/ацетилен.

Измерения каждого раствора проводят три раза. По полученному среднеарифметическому значению аналитического сигнала с помощью градуировочного графика (см. 7.3) определяют концентрацию элемента в растворе (мкг/см^3).

Измерения абсорбции раствора холостого опыта проводят так же, как измерения анализируемых растворов. Концентрацию микроэлементов в растворе холостого опыта (мкг/см^3) определяют по градуировочному графику.

Одновременно с измерением абсорбции анализируемых растворов осуществляют контроль стабильности градуировочного графика. Средствами контроля являются приготовленные градуировочные растворы (7.1).

Для контроля правильности результатов испытания проводят анализ стандартных образцов.

11 Обработка результатов

11.1 Зольность

Зольность аналитической пробы твердого топлива при (500 ± 10) °С, A^a_{500}, выраженную в %, рассчитывают по формуле

$$A^a_{500} = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_3 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с навеской топлива, г.

При озолении пробы в нескольких тиглях за зольность топлива при (500 ± 10) °С, A^a_{500}, принимают среднеарифметическую величину зольностей, рассчитанных для каждого тигля (см. раздел 9).

11.2 Содержание микроэлементов в твердом топливе

Массовую долю микроэлемента в золе твердого топлива, выраженную в ppm (мкг/г), $(Э)_A$, рассчитывают по формуле

$$(Э)_A = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где ρ_1 — концентрация микроэлемента в анализируемом растворе, определяемая по градуировочному графику, мкг/см^3;

ρ_0 — концентрация микроэлемента в холостом растворе, определяемая по градуировочному графику, мкг/см^3;

100 — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески золы, взятой для анализа, г.

Массовую долю микроэлемента в аналитической пробе твердого топлива, выраженную в ppm (мкг/г), $(Э)^a$, рассчитывают по формуле

$$(Э)^a = \frac{(Э)_A \, A^a_{500}}{100}. \quad (3)$$

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

12 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется пределами повторяемости и воспроизводимости получаемых результатов.

12.1 Предел повторяемости

Результаты двух параллельных определений, проведенных за короткий промежуток времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одного и того же оборудования на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы твердого топлива, не должны отличаться друг от друга более чем на величину предела повторяемости, приведенную в таблице 2.

Таблица 2 — Предел повторяемости результатов определения содержания микроэлементов в твердом топливе атомно-абсорбционным методом

Элемент	На воздушно-сухое топливо, ppm (мкг/г)	
	Предел повторяемости	Область концентраций элемента
Be	0,2	0,5—5
Cr	3	5—50
Cu	2	5—50
Mn	3	10—300
Ni	1	< 5
Ni	3	5—30
Pb	2	10—100
V	5	10—100
Zn	3	< 50
Zn	8	50—100

12.2 Воспроизводимость

Результаты, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии приготовления, не должны отличаться друг от друга более чем на величину предела воспроизводимости, приведенную в таблице 3.

Таблица 3 — Предел воспроизводимости результатов определения содержания микроэлементов в твердом топливе атомно-абсорбционным методом

Элемент	На воздушно-сухое топливо, ppm (мкг/г)	
	Предел воспроизводимости	Область концентраций элемента
Be	0,5	0,5—5
Cr	5	5—50
Cu	3	5—50
Mn	6	< 50
Mn	20	50—500
Ni	3	< 5
Ni	9	9—30
Pb	9	10—100
V	9	10—50
V	20	50—100
Zn	4	< 50
Zn	17	50—100

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) идентификацию анализируемой пробы;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) дату проведения испытания;
d) результаты испытания;
e) характеристику атомно-абсорбционного спектрометра;
f) особенности, замеченные при проведении испытания.

УДК 622.6:543.812:006.354 МКС 75.160.10 MOD

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, микроэлементы, метод определения, атомно-абсорбционный спектрометр, озоление

Редактор *Г.В. Зотова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.06.2015. Подписано в печать 17.06.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,39. Тираж 31 экз. Зак. 2187.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru