МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32983— 2014 (ISO 1952:2008)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой

(ISO 1952:2008, MOD)

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 15 апреля 2015 г. № 256-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32983—2014 (ISO 1952:2008) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 1952:2008 Solid mineral fuels — Determination of extractable metals in dilute hydrochloric acid (Твердые минеральные топлива. Определение металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива».

Перевод с английского языка (en).

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

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

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

Натрий, калий, кальций, железо и магний обычно содержатся в твердом минеральном топливе. Эти элементы могут создавать существенные проблемы при промышленном сжигании твердых топлив, т. к. они загрязняют поверхности котлов и создают сложности при удалении зольных отложений.

При изучении форм нахождения Na, K, Ca, Mg и Fe в углях было обнаружено, что часть этих металлов входит в состав алюмосиликатов, а другая — в состав хлоридов, карбонатов, гуматов и др. Первая часть не экстрагируется разбавленными растворами соляной кислоты, а вторая переходит в экстракт при кипячении, причем экстракция сопровождается реакциями обмена. Это свойство легло в основу метода, регламентированного в настоящем стандарте.

Исследования показали, что количество металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой, оказывает значительно большее влияние на шлакующую способность твердых минеральных топлив, чем общее количество металлов.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем международного стандарта:

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- подготовка к испытанию выделена в отдельный раздел;
- упрощен способ приготовления раствора соляной кислоты для экстракции.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в приложении ДА.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой

Solid mineral fuel. Determination of extractable metals in dilute hydrochloric acid

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на *каменные и бурые угли, лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод экстракции твердых минеральных топлив разбавленной соляной кислотой и определения в экстракте натрия, калия, кальция, магния и железа.

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. 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 ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия[3)]

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

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

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

Издание официальное

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[1)]

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[2)]

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

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 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции пробы твердого топлива кипящим разбавленным раствором соляной кислоты. Предварительно пробу обрабатывают спиртом для улучшения смачивания.

Часть металлов, таких как натрий, калий, кальций, магний и железо, находящихся в топливе, переходит в солянокислый экстракт. Экстракт отделяют от остатка пробы фильтрованием или центрифугированием.

Содержание натрия, калия, кальция, магния и железа в экстракте определяют методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с использованием градуировочного графика.

Допускается анализировать экстракт другими инструментальными физико-химическими методами, пригодными для количественного определения этих элементов в пределах испытуемых концентраций, точность которых отвечает требованиям настоящего стандарта, например методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) или пламенно-фотометрическим методом.

Примечания

1 Содержание каждого химического элемента в экстракте определяют отдельно. Поэтому в зависимости от целей испытания и применяемого прибора количество определяемых металлов можно изменять от одного до пяти.

2 В настоящем стандарте приведена методика определения металлов в экстрактах с помощью атомно-абсорбционного спектрометра (ААС).

4 Реактивы и материалы

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

4.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709*[3)].

4.2 Спирт этиловый *по ГОСТ 18300*.

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

4.4 Кислота соляная, раствор 1 : 10. Раствор готовят, смешивая один объем концентрированной соляной кислоты (4.3) с 10 объемами воды (4.1).

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

4.6 Оксид лантана (La_2O_3).

[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 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[3)] 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.

4.7 Раствор лантана

23,4 г La_2O_3 растворяют в 350 см^3 воды (4.1), медленно добавляют 50 см^3 концентрированной азотной кислоты (4.5), тщательно перемешивают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

Осторожно! При добавлении концентрированной азотной кислоты к воде выделяется значительное количество тепла, поэтому смешивание может протекать бурно.

Примечание — Раствор лантана используют для подавления ионизации при определении кальция. Для этой цели можно использовать альтернативные растворы, например раствор цезия.

4.8 Перхлорат магния [$Mg(ClO_4)_2$] (ангидрон) безводный, с размером частиц от 0,7 до 2,0 мм, используют как осушитель.

Осторожно! Регенерация перхлората магния путем высушивания в сушильном шкафу недопустима из-за возможности взрыва. Перхлорат магния является сильным окислителем, и его необходимо хранить вдали от органических материалов, таких как масла, смазочные материалы и органические растворители.

4.9 Фильтры бумажные, плотные.

4.10 Основные растворы металлов.

4.10.1 Натрий хлористый (NaCl) *по ГОСТ 4233*.

4.10.2 Раствор натрия 1 мг/см^3

2,542 г хлористого натрия (4.10.1), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в 200 см^3 воды (4.1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

4.10.3 Калий хлористый (KCl) *по ГОСТ 4234*.

4.10.4 Раствор калия 1 мг/см^3

1,907 г хлористого калия (4.10.3), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в 200 см^3 воды (4.1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

4.10.5 Кальций углекислый ($CaCO_3$) *по ГОСТ 4530*.

4.10.6 Раствор кальция 1 мг/см^3

2,497 г углекислого кальция (4.10.5), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в растворе, содержащем 10 см^3 концентрированной соляной кислоты (4.3) и 200 см^3 воды (4.1). Раствор доводят до слабого кипения для удаления CO_2, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

4.10.7 Магния оксид (MgO) *по ГОСТ 4526*.

4.10.8 Раствор магния 1 мг/см^3

1,658 г оксида магния (4.10.7), предварительно прокаленного при 1000 °С в течение 1 ч, помещают в раствор, содержащий 10 см^3 концентрированной соляной кислоты (4.3) и 200 см^3 воды (4.1), тщательно перемешивают, нагревают до растворения оксида магния, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

4.10.9 Железо, минимальная степень чистоты — 99,8 % Fe.

4.10.10 Раствор железа 1 мг/см^3

1,000 г чистого железа (4.10.9) помещают в раствор, содержащий 20 см^3 концентрированной соляной кислоты (4.3) и 20 см^3 воды (4.1), и тщательно перемешивают. Нагревают до кипения и осторожно кипятят до растворения железа. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой до метки.

4.11 Вместо основных растворов, приготовленных в лаборатории, можно использовать государственные стандартные образцы (ГСО) растворов металлов концентрацией 1 мг/см^3 (1 г/дм^3).

5 Аппаратура

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

5.2 Центрифуга лабораторная частотой вращения не менее 2000 мин$^{-1}$. Пробирки цилиндрические вместимостью до 250 см^3 для центрифуги.

5.3 Эксикатор с осушителем (4.8).

5.4 Электроплитка.

5.5 Калиброванная мерная стеклянная посуда: пипетки, бюретки, мерные колбы, стаканы и др. по ГОСТ 1770 *и ГОСТ 25336*.

5.6 Полиэтиленовая тара для хранения воды и растворов, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками.

Перед использованием тару заполняют раствором азотной кислоты (4.5), разбавленной в соотношении 1 : 9, и оставляют не менее чем на 48 ч. Затем тару тщательно промывают водой (4.1).

5.7 Атомно-абсорбционный спектрометр для определения концентрации металлов в экстрактах.

Прибор должен обеспечивать требуемую прецизионность измерения концентраций Na, K, Ca, Mg и Fe в экстрактах (раздел 10). *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.*

Примечание — Допускается применять оптический эмиссионный спектрометр или пламенный фотометр.

6 Подготовка к испытаниям

6.1 Приготовление градуировочных растворов

Компоненты градуировочных растворов приведены в таблице 1. Основные компоненты (матричный состав) градуировочных и анализируемых растворов должны быть аналогичными, т. е. градуировочные растворы должны содержать те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемые растворы (8.2).

Приготовление градуировочного раствора А: в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 40 см^3 раствора лантана (4.7) и 200 см^3 раствора соляной кислоты (4.4). Добавляют 1 см^3 основного раствора с концентрацией анализируемого элемента 1 мг/см^3 (4.10), перемешивают содержимое колбы и разбавляют водой до метки.

Градуировочные растворы B, C, D и E готовят так же, как градуировочный раствор А, добавляя объемы основного раствора металла, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Объемы реагентов для приготовления градуировочных растворов

Градуировочный раствор	Концентрация элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Объем раствора оксида лантана, см^3	Объем раствора соляной кислоты, см^3
A	1	1	40	200
B	2	2	40	200
C	3	3	40	200
D	4	4	40	200
E	5	5	40	200
Холостой	0	0	40	200

Холостой раствор для градуировки готовят так же, как остальные градуировочные растворы, но не добавляя основной раствор металла.

Для увеличения количества точек на градуировочной кривой могут быть приготовлены дополнительные градуировочные растворы с другими концентрациями. Это может понадобиться в связи с широким диапазоном концентраций определяемых элементов, а также из-за колебаний в показаниях спектрометра.

Градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых сосудах (5.6) с герметично завинчивающимися крышками. Срок хранения растворов — не более 3 месяцев.

Примечание — Градуировочные растворы с теми же концентрациями элементов целесообразно готовить в мерных колбах вместимостью 250 или 500 см^3, уменьшив соответственно объемы реагентов.

6.2 Атомно-абсорбционный спектрометр

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. В таблице 2 приведены рекомендуемые для проведения анализа газовые смеси и длины волн аналитических линий спектра.

Таблица 2 — Рекомендуемые газовые смеси и длины волн для определения элементов

Элемент	Длина волны, нм	Газ-окислитель — горючий газ
Na	589,6	Воздух — C_2H_2
K	766,5	Воздух — C_2H_2
Ca	422,7	Воздух — C_2H_2
Mg	285,2	Воздух — C_2H_2
Fe	372,2; 248,3	Воздух — C_2H_2

6.3 Построение градуировочных графиков

Устанавливают нулевое значение аналитического сигнала ААС в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, используя холостой раствор для градуировки (таблица 1).

Градуировочные растворы металлов вводят в атомизатор прибора и записывают значения аналитического сигнала. Каждое измерение проводят по три раза и вычисляют среднеарифметическое значение. В процессе измерений при переходе от растворов одного элемента к растворам другого элемента систему подачи раствора в атомизатор (распылитель-горелка) промывают, пропуская через нее воду (4.1) до тех пор, пока показания монитора не приблизятся к нулевому значению. На основании полученных результатов измерений строят градуировочный график для каждого элемента в координатах: концентрация определяемого элемента (мг/дм^3) (ось абсцисс) — значение аналитического сигнала (ось ординат).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

7 Приготовление пробы

Проба представляет собой аналитическую пробу, приготовленную в соответствии с *ГОСТ 10742 или ГОСТ 11303*. 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 атмосферы лаборатории.

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

Одновременно со взятием навески для испытания отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ ISO 5068-2, ГОСТ ISO 11722 *или ГОСТ 11305*.

8 Проведение испытания

8.1 Взятие навески для испытания

Навеску топлива массой (1,5 ± 0,05) г взвешивают с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг и помещают в стеклянный стакан вместимостью 250 см^3.

8.2 Приготовление раствора для испытания

В стеклянный стакан с пробой добавляют 4 см^3 этанола. Стеклянной палочкой перемешивают пробу со спиртом до полного смачивания пробы и образования пасты. Не удаляя из стакана палочки, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты (4.4).

Нагревают раствор на электроплитке до температуры чуть ниже температуры кипения и выдерживают при этой температуре 15 мин. Затем накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают его при температуре, близкой к температуре кипения, еще 45 мин. Уровень раствора в стакане поддерживают добавлением воды (4.1). Затем содержимое стакана охлаждают, не перемешивая.

Примечание — Такая процедура обеспечивает полное удаление этанола.

Экстракт отделяют от остатка фильтрованием [перечисление a)] или центрифугированием [перечисление b)]:

a) содержимое стакана фильтруют через плотный фильтр (4.9) методом декантации в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Обмывают стенки стакана и стеклянную палочку теплым раствором соляной кислоты (4.4) и количественно переносят остаток на фильтр. Остаток на фильтре три раза промывают теплым раствором соляной кислоты (4.4) порциями по 20 см^3;

b) содержимое стакана количественно переносят в пробирки центрифуги (5.2) и центрифугируют в течение 5 мин. Раствор над осадком сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см^3. К осадку в пробирках приливают теплый раствор соляной кислоты (4.4), перемешивают, вновь центрифугируют и переносят экстракт в ту же мерную колбу. Остаток из пробирок переносят на фильтр и промывают 2—3 раза теплым раствором соляной кислоты (4.4) порциями по 20 см^3.

Колбу с экстрактом охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см^3 раствора лантана (4.7) и разбавляют водой (4.1) до метки. Раствор тщательно перемешивают.

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

8.3 Анализ раствора для испытания

Раствор для испытания, приготовленный по 8.2, вводят в атомизатор прибора и записывают значение аналитического сигнала. Измерение проводят три раза, за результат измерения принимают среднеарифметическое значение.

Одновременно измеряют интенсивность аналитического сигнала раствора холостого опыта.

По градуировочному графику определяют концентрацию анализируемого раствора c_x (мг/дм^3).

Если абсорбция анализируемого раствора превышает абсорбцию наиболее концентрированного градуировочного раствора, анализируемый раствор разбавляют так, чтобы аналитический сигнал разбавленного раствора находился приблизительно на середине градуировочной кривой. Кратность разбавления F записывают. Измеряют аналитический сигнал разбавленного анализируемого раствора и по градуировочному графику определяют его концентрацию c_x (мг/дм^3).

9 Обработка результатов

Массовую долю элемента X в сухом топливе X^d, %, рассчитывают, исходя из концентрации элемента в анализируемом растворе, по формуле

$$X^d = \frac{2{,}5 c_X F}{m(100 - W^a)}, \quad (1)$$

где c_X — концентрация элемента X в анализируемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3;

F — кратность разбавления анализируемого раствора;

m — масса навески пробы, взятой для анализа, г;

W^a — массовая доля аналитической влаги в пробе, %.

10 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью r и воспроизводимостью R полученных результатов.

10.1 Повторяемость

Результаты двух независимых параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени, но не одновременно, в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры из представительных навесок, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более, чем на значение повторяемости, указанное в таблице 3.

Таблица 3 — Прецизионность метода

Массовая доля элемента, %	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
До 0,5 включ.	0,025 % абс.	0,05 % абс.
Св. 0,5	5 % среднего значения	10 % среднего значения

Если расхождение между результатами, рассчитанными на сухое состояние топлива, больше, чем значение предела повторяемости, указанное в таблице 3, поступают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6, 5.2.

10.2 Воспроизводимость

Средние результаты двух параллельных определений, рассчитанных на сухое состояние топлива, проведенных в двух разных лабораториях, из представительных порций одной и той же пробы, отобранных на последней стадии ее приготовления, не должны отличаться более, чем на значение воспроизводимости, приведенное в таблице 3.

Если расхождение между результатами, рассчитанными на сухое состояние топлива, больше, чем значение предела воспроизводимости, указанное в таблице 3, поступают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6, 5.2.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификацию пробы;

c) результаты испытания, методы их расчета и сведения о том, к какому состоянию топлива они относятся;

d) дату проведения испытания;

e) содержание влаги в аналитической пробе, если результаты представлены на аналитическое состояние топлива;

f) параметры спектрометра, атомизатора и тип спектральной лампы, использованные при испытании.

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта ISO 1952:2008	Структура настоящего стандарта
Раздел	Раздел
—	6
6	7
7	8
8	9
9	10
10	11

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 73.040 MOD

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, экстракция металлов соляной кислотой, определение натрия, определение калия, определение кальция, определение магния, определение железа, градуировочные растворы, стандартные образцы

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.05.2015. Подписано в печать 03.06.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 32 экз. Зак. 2066.

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

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

gost.e-ecolog.ru