МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32979— 2014 (ISO 29541:2010)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Инструментальный метод определения углерода, водорода и азота

(ISO 29541:2010, 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 21 апреля 2015 г. № 272-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32979—2014 (ISO 29541:2010) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 29541:2010 Solid mineral fuels — Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen — Instrumental method (Твердые минеральные топлива. Определение общего углерода, водорода и азота. Инструментальный метод). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной 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

Определение содержания основных элементов органической массы — углерода (C), водорода (H) и азота (N) необходимо и обязательно для характеристики всех видов твердых топлив.

Известны разные методы определения углерода, водорода и азота в топливах: от стандартных классических методов Либиха по ГОСТ 2408.1 и Кьельдаля по ГОСТ 28743 до современных инструментальных методов анализа. Приборы для инструментального метода экспресс-определения углерода, водорода и азота из одной навески называют CHN-анализаторами.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем международного стандарта ISO 29541:2010:

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- приведены сведения об арбитражных методах определения углерода, водорода и азота в твердом топливе.

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

Инструментальный метод определения углерода, водорода и азота

Solid mineral fuel. Instrumental method for determination of carbon, hydrogen and nitrogen

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые угли, каменные угли, лигниты, *антрациты, горючие сланцы*, кокс, *торф, топливные брикеты, твердые продукты обогащения и переработки (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает инструментальный метод определения массовых долей общего углерода (включая углерод карбонатов), общего водорода (включая водород влаги) и азота.

При возникновении разногласий определение массовых долей элементов проводят арбитражными стандартными химическими методами: углерода и водорода — по ГОСТ 2408.1 или ГОСТ 2408.4; азота — по ГОСТ 28743.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ISO 687—2012 Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа[1)]

ГОСТ ISO 1171—2012 Топливо твердое минеральное. Определение зольности[2)]

ГОСТ 2408.1—95 (ИСО 625—96) Топливо твердое. Методы определения углерода и водорода

ГОСТ 2408.4—98 (ИСО 609—96) Топливо твердое минеральное. Метод определения углерода и водорода сжиганием при высокой температуре

ГОСТ ISO 5068-2—2012 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе[3)]

ГОСТ ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[4)]

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 27589—91 (ИСО 687—74) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

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

[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».

[4)] 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».

Издание официальное

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

ГОСТ 11306—2013 Торф и продукты его переработки. Методы определения зольности

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 17070—2014 Угли. Термины и определения

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

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

ГОСТ 28743—93 (ИСО 333—96) Топливо твердое минеральное. Методы определения азота

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.*

4 Сущность метода

Углерод, водород и азот определяют одновременно из одной навески с помощью соответствующего прибора — CHN-анализатора. При сжигании пробы при высокой температуре в атмосфере кислорода углерод, водород и азот количественно переходят в соответствующие газообразные вещества (CO_2, H_2O, N_2/NO_x). Продукты сжигания, мешающие определению, удаляют. Оксиды азота (NO_x), образовавшиеся при сжигании, восстанавливают до N_2 перед поступлением газов в детектор. Диоксид углерода, водяной пар и элементарный азот в газовом потоке количественно определяют подходящими инструментальными методами.

5 Реактивы

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

5.1 Газ-носитель

Гелий или другой газ, указанный в инструкции по эксплуатации прибора.

5.2 Кислород

Технические характеристики кислорода приведены в инструкции по эксплуатации прибора.

5.3 Дополнительные реактивы

Тип и качественные характеристики дополнительных реактивов приведены в инструкции по эксплуатации прибора.

5.4 Вещества для градуировки

Чистые органические вещества, используемые для градуировки, приведены в таблице 1.

Если вещества, приведенные в таблице 1, сертифицированы, то при градуировке используют указанные в сертификатах значения массовых долей углерода, водорода и азота. При градуировке с помощью не сертифицированных чистых органических веществ (степень чистоты более 99,5 %) используют стехиометрические значения массовых долей углерода, водорода и азота. Вещества, предназначенные для градуировки, хранят в эксикаторе с осушающим веществом.

[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».

Таблица 1 — Вещества, применяемые для градуировки, и рассчитанные значения массовых долей углерода (С), водорода (Н) и азота (N)

Наименование вещества	Формула	Массовая доля, %		
		Углерод	Водород	Азот
ЭДТА (этилендиаминтетрауксусная кислота)	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41,1	5,5	9,6
Фенилаланин	$C_9H_{11}NO_2$	65,4	6,7	8,5
Ацетанилид	C_8H_9NO	71,1	6,7	10,4
ББОТ 2,5-би(5'-трибутил-2-бензоксазолил)тиофен	$C_{26}H_{26}N_2O_2S$	72,5	6,1	6,5

В таблице 1 приведены вещества, которые были использованы в межлабораторных испытаниях для определения условий градуировки и прецизионности метода, регламентированного настоящим стандартом. В межлабораторных испытаниях было установлено, что бензойная кислота непригодна для градуировки CHN-анализатора.

Чистые органические вещества, не указанные в таблице 1, могут быть использованы для градуировки, если имеют соответствующую степень чистоты и отвечают условиям градуировки, установленным настоящим стандартом.

5.5 Стандартные образцы

Государственные стандартные образцы (ГСО) представляют собой сертифицированные пробы углей или коксов с известным содержанием углерода, водорода и азота, установленным по ГОСТ 2408.1, ГОСТ 2408.4 *и ГОСТ 28743*. Используют ГСО, близкие по составу анализируемым пробам.

ГСО применяют в качестве контрольных образцов для проверки состояния и градуировки прибора, для проверки правильности результатов определения азота в органических веществах при градуировке (см. примечание к таблице А.4, приложение А), а также при рутинной работе на CHN-анализаторе.

Допускается применять угли с известным составом как контрольные образцы. Поскольку при хранении состав углей может измениться, угли не используют для градуировки приборов.

6 Аппаратура

6.1 Анализатор

Для определения углерода, водорода и азота инструментальным методом используют CHN-анализаторы, выпускаемые промышленностью, включающие печь, систему подачи и регулирования газового потока и детектор. С помощью данного прибора можно проводить анализ навесок веществ массой 6 мг и более.

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 Весы

Весы должны обеспечивать точность взвешивания не менее чем ±0,1 % массы навески. Весы могут быть отдельно от прибора или встроены в прибор.

7 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу, приготовленную в соответствии с *ГОСТ 10742, ГОСТ 11303 или ГОСТ 23083*.

Проба должна находиться в воздушно-сухом состоянии. Для этого 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.

В подготовленной к испытанию пробе и стандартных образцах (5.5) определяют массовую долю влаги по ГОСТ ISO 687, ГОСТ ISO 5068-2, ГОСТ ISO 11722 *или ГОСТ 11305* и зольность по ГОСТ ISO 1171 *или ГОСТ 11306*.

Допускается доводить анализируемую пробу и стандартный образец (5.5) до сухого состояния и проводить определение C, H и N из сухой пробы.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка прибора к работе

Включают прибор, прогревают его и проверяют необходимые параметры в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Проверяют состояние и количество расходных химических материалов, используемых при анализе, чтобы убедиться в готовности прибора к испытанию необходимого количества проб. До начала анализа проверяют герметичность системы сжигания и системы подачи газа. Все нарушения герметичности должны быть устранены.

8.2 Холостые анализы

Холостые анализы проводят ежедневно для установления содержания углерода, водорода и азота в газовом потоке и системе сжигания. Содержание азота при холостом анализе не должно превышать 1 % аналитического сигнала прибора, получаемого при сжигании минимальной навески градуировочного вещества. Холостые анализы проводят также при замене газовых баллонов, переходе на другой газ-носитель или замене реактивов.

8.3 Проверка настройки и стабильности работы прибора

Прибор подготавливают к работе в соответствии с прилагаемой инструкцией по эксплуатации (обычно путем сжигания не менее двух навесок угля, кокса, бурого угля или лигнита, состав которых близок к составу анализируемых проб).

Для контроля состояния прибора подбирают пробу, состав которой близок к типичному составу анализируемых проб. Контрольную пробу анализируют четыре раза. Результат первого определения отбрасывают.

Если расхождение между любыми двумя результатами определения углерода, водорода и азота из оставшихся трех превышает $1{,}2r$, где r — предел повторяемости для настоящего метода (см. раздел 10), стабильность работы прибора не может быть признана удовлетворительной. В этом случае до начала градуировки проводят корректирующие действия.

8.4 Градуировка

Прибор градуируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации до начала испытания проб. Градуировку повторяют также в случае каких-либо изменений в настройке прибора или если при проверке градуировки (8.5) получают неприемлемое расхождение между результатом определения и значением, указанным в сертификате градуировочного вещества.

Для проведения градуировки выбирают массы навесок одного или нескольких веществ для градуировки (5.4), исходя из выбранного типа градуировочной кривой и ожидаемых значений массовых долей углерода, водорода и азота в анализируемых пробах. Для выбора рекомендуется использовать приложение А, где в разделе А.1 даны рекомендации по выбору количества точек для градуировки, а в разделе А.2 — рекомендации по выбору массы навески градуировочного вещества.

Примечание — Не следует использовать для градуировки уголь, т. к. со временем состав угля может изменяться.

8.5 Проверка градуировки прибора

До начала испытания проб проверяют градуировку прибора путем проведения анализа какого-либо градуировочного вещества (5.4), которое не использовали при градуировке. В таблице 2 приведены максимальные допустимые расхождения между экспериментальными и стехиометрическими (или указанными в сертификате) значениями измеряемых массовых долей элементов.

Таблица 2 — Предельные допускаемые отклонения результатов при проверке градуировки прибора

Химический элемент	Предельное допускаемое отклонение, % отн.
Углерод	1,20
Водород	2,10
Азот	1,80

Если результаты проверки градуировки не удовлетворяют требованиям, приведенным в таблице 2, проводят повторную проверку. Если результаты повторной проверки также не согласуются со сте-

хиометрическими или указанными в сертификате значениями, проводят повторную градуировку прибора.

В разделе А.3 (приложение А) приведен пример проверки градуировки.

8.6 Испытание проб

В соответствии с разделом 7 одновременно с проведением определения массовых долей С, Н и N в анализируемых пробах определяют массовую долю влаги.

Проводят анализ проб, взвешивая навески, которые обычно используют для настоящего анализа. Для каждой пробы проводят несколько параллельных определений.

После проведения серии анализов, предпочтительно после анализа каждых десяти проб, проверяют градуировку прибора в соответствии с 8.5.

Перед началом серии анализов или в конце серии, или в обоих случаях проводят анализ стандартного образца как обычной пробы, т. е. проводят несколько параллельных определений, чтобы проверить работу прибора и его градуировку, используя вещество, близкое по составу анализируемым пробам.

Расхождение между результатами параллельных определений углерода, водорода и азота, рассчитанными на сухое состояние топлива в соответствии с *ГОСТ 27313*, не должны превышать предел повторяемости, указанный в таблице 3.

Если любое из этих требований не выполняется, бракуют результаты не только данного определения, но и всех предыдущих определений, проведенных после последнего анализа стандартного образца, при котором расхождение результатов было приемлемым. Принимают меры по обнаружению и устранению причин нарушения и при необходимости прибор повторно градуируют по 8.4.

9 Обработка результатов

Результаты определения общего углерода, водорода и азота представляют собой массовые доли этих элементов в аналитической (воздушно-сухой) пробе, выраженные в процентах.

Если в анализаторе не предусмотрен ввод поправки, учитывающей массовую долю влаги в анализируемой пробе, результат определения водорода включает в себя водород влаги пробы. В этом случае массовую долю водорода в аналитической пробе H^a, %, вычисляют по формуле

$$H^a = H - 0{,}1119W^a, \quad (1)$$

где Н — массовая доля водорода, включающая в себя водород влаги воздушно-сухой пробы, %;

W^a — массовая доля влаги в воздушно-сухой пробе, %.

Результаты испытания, представляющие собой среднеарифметические значения результатов параллельных определений, рассчитывают до 0,01 % для углерода и до 0,001 % — для водорода и азота, а затем округляют до 0,1 % и 0,01 % соответственно.

Пересчет результатов на другие состояния топлива проводят в соответствии с ГОСТ 27313.

10 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью *r* и воспроизводимостью *R* полученных результатов.

10.1 Повторяемость

Результаты параллельных определений, проведенных в короткий промежуток времени в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться более чем на значение предела повторяемости, указанное в таблице 3.

Таблица 3 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения углерода, водорода и азота инструментальным методом

Химический элемент	Предел повторяемости, % абс.	Предел воспроизводимости, % абс.
Углерод	0,3	1,0
Водород	0,06	0,25
Азот	0,03	0,15

10.2 Воспроизводимость

Среднеарифметические значения результатов параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы на последней стадии ее приготовления, не должны отличаться более чем на значение предела воспроизводимости, указанное в таблице 3.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) идентификацию анализируемой пробы;

b) ссылку на метод испытания (на настоящий стандарт);

c) результаты определения углерода, водорода и азота с указанием состояния топлива, к которому они относятся (например, сухое состояние, сухое беззольное состояние);

d) массовую долю влаги и зольность пробы, если представлены результаты на аналитическое состояние топлива;

e) дату проведения испытания.

Приложение А
(рекомендуемое)

Рекомендации по проведению градуировки

А.1 Количество точек для градуировки

В таблице А.1 приведено рекомендуемое количество точек для построения градуировочной кривой.

Таблица А.1 — Рекомендуемое количество градуировочных точек

Градуировочная кривая	Рекомендуемое количество градуировочных точек
Линейная	6
Квадратичная	7
Кубическая	8

Для построения градуировочных кривых при проведении стандартной градуировки прибора рекомендуют минимум 8, а предпочтительно — 10 градуировочных точек.

А.2 Рекомендуемые массы вещества для градуировки при определении углерода

В таблице А.2 приведены массы (мг) веществ для градуировки, количество углерода в которых равно количеству углерода в 100 мг анализируемого угля.

Таблица А.2 — Масса вещества для градуировки, соответствующая по содержанию углерода 100 мг анализируемого угля

Вещество для градуировки	Масса вещества для градуировки, мг, при массовой доле углерода в анализируемом угле, %											
	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90
ЭДТА	85	97	110	122	134	146	158	170	183	195	207	219
Фенилаланин	53	61	69	76	84	92	99	107	115	122	130	138
Ацетанилид	49	56	63	70	77	84	91	98	106	113	120	127
ББОТ	48	55	62	69	76	83	90	97	104	111	118	125

Количество вещества для градуировки вычисляют, умножая значение, приведенное в таблице А.2, на градуировочный фактор, равный массе навески анализируемой пробы в миллиграммах, деленной на 100 мг.

Например, если при проведении испытаний настоящим методом навеска пробы составляет 70 мг, то градуировочный фактор в этом случае равен 0,7. Для получения массы навески вещества для градуировки (5.4) прибора массу навески, приведенную в таблице А.2, следует умножить на 0,7.

Массы навесок вещества для градуировки выбирают согласно рекомендуемому количеству точек, указанному в таблице А.1, так, чтобы охватить всю область ожидаемых концентраций углерода в анализируемой пробе. Желательно проводить анализ выбранных навесок вещества для градуировки дважды. Это повышает надежность градуировки.

В таблице А.3 приведены массовые доли водорода в угле. Выход водорода при сжигании 100 мг угля с массовой долей водорода, указанной в таблице А.3, эквивалентен выходу водорода при сжигании соответствующей массы вещества для градуировки, указанной в таблице А.2.

Таблица А.3 — Массовые доли водорода в угле, эквивалентные массам веществ для градуировки, приведенным в таблице А.2, в расчете на 100 мг угля

Вещество для градуировки	Эквивалентная массовая доля водорода в угле, %, при массовой доле углерода в анализируемом угле, %											
	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90
ЭДТА	4,7	5,4	6,1	6,7	7,4	8,1	8,7	9,4	10,1	10,8	11,4	12,1
Фенилаланин	3,6	4,1	4,6	5,1	5,6	6,2	6,6	7,2	7,7	8,2	8,7	9,3
Ацетанилид	3,3	3,8	4,2	4,7	5,2	5,6	6,1	6,6	7,1	7,6	8,1	8,5
ББОТ	2,9	3,3	3,8	4,2	4,6	5,1	5,5	5,9	6,3	6,8	7,2	7,6
Примечание — Массовая доля водорода в большинстве энергетических углей колеблется от 4,5 % до 6,1 % с учетом водорода влаги. Данная информация полезна при выборе веществ для градуировки.												

В таблице А.4 приведены массовые доли азота в угле. Выход азота при сжигании 100 мг угля с массовой долей азота, указанной в таблице А.4, эквивалентен выходу азота при сжигании соответствующей массы вещества для градуировки, указанной в таблице А.2.

Таблица А.4 — Массовые доли азота в угле, эквивалентные массам веществ для градуировки, приведенным в таблице А.2, в расчете на 100 мг угля

Вещество для градуировки	Эквивалентная массовая доля азота в угле, %, при массовой доле углерода в анализируемом угле, %											
	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90
ЭДТА	8,2	9,3	10,6	11,7	12,9	14,0	15,2	16,3	17,6	18,7	19,9	21,0
Фенилаланин	4,5	5,2	5,9	6,5	7,1	7,8	8,4	9,1	9,8	10,4	11,1	11,7
Ацетанилид	5,1	5,8	6,6	7,3	8,0	8,7	9,5	10,2	11,0	11,8	12,5	13,2
ББОТ	3,1	3,6	4,0	4,5	4,9	5,4	5,9	6,3	6,8	7,2	7,7	8,1
Примечание — Массовая доля азота в большинстве энергетических углей колеблется от 0,5 % до 1,8 %. Ни одно вещество для градуировки не дает выход азота, эквивалентный такой массовой доле азота в углях. Поэтому правильность результатов определения азота настоящим методом проверяют с помощью стандартных образцов углей (5.5).												

А.3 Проверка градуировки

Проверку градуировки проводят путем определения массовых долей углерода, водорода и азота в чистом веществе (5.4), не использованном при градуировке прибора (8.5).

В таблице А.5 приведены максимально допускаемые расхождения между массовыми долями углерода, водорода и азота в чистом веществе (5.4), полученными экспериментально и указанными в сертификате данного вещества.

Таблица А.5 — Допускаемые расхождения результатов при проверке градуировки

Химический элемент	Максимально допускаемое расхождение, % отн.
Углерод	1,20
Водород	2,10
Азот	1,80
Примечание — Указанные расхождения установлены на основе данных по градуировке, накопленных в 14 лабораториях, принявших участие в межлабораторных испытаниях при разработке настоящего стандарта. Эти данные включают в себя результаты анализов чистых веществ, перечисленных в 5.4, полученные на приборах пяти различных сборок во время межлабораторных испытаний, прошедших в два этапа в течение года. Указанные расхождения могут служить критерием правильности градуировки, проводимой в одной или разных лабораториях в течение длительного времени.	

Если хотя бы один результат, полученный при проверке градуировки, выходит за пределы допускаемых расхождений, указанных в таблице А.5, проводят дополнительную серию проверочных испытаний, выбирая массу навески вещества так, чтобы выход углерода соответствовал крайним точкам градуировочной кривой (см. таблицу А.2). Если результаты дополнительных проверочных испытаний удовлетворяют требованиям таблицы А.5, продолжают анализ проб. В противном случае все результаты испытаний, полученные после последней удовлетворительной проверки градуировки, а также саму градуировку бракуют. Проверяют все параметры прибора (8.1), проводят холостые анализы (8.2), проверку стабильности работы прибора (8.3) и вновь градуируют прибор в соответствии с разделами А.1 и А.2. После этого продолжают анализ проб.

Данные таблицы А.6 показывают, что разность между результатами, полученными при проверке градуировки и указанными в сертификате (отклонение проверочных результатов), не превышает максимально допускаемых расхождений для углерода, водорода и азота и можно продолжать анализ проб без повторной градуировки.

Таблица А.6 — Пример результатов проверки градуировки, проведенной с использованием ЭДТА

Химический элемент	Массовая доля в соответствии с сертификатом, %	Максимально допускаемое расхождение, % отн.	Максимально допускаемое расхождение, % абс.	Результат, полученный при проверке градуировки	Отклонение проверочных результатов, % абс.
Углерод	41,08	1,20	0,49	41,27	0,19
Водород	5,51	2,10	0,12	5,59	0,08
Азот	9,60	1,80	0,17	9,50	0,11

А.4 Признание результатов анализа стандартного образца угля (углей)

А.4.1 Полученные результаты определения в стандартном образце массовых долей углерода, водорода и азота пересчитывают на сухое состояние топлива в соответствии с *ГОСТ 27313*.

А.4.2 Повторяемость параллельных результатов определения углерода, водорода и азота, пересчитанных на сухую пробу, должна соответствовать прецизионности метода, приведенной в таблице 3.

Результаты определения массовой доли азота, выраженные на сухое состояние топлива, не должны отличаться от указанного в сертификате значения, выраженного на сухое состояние топлива, более чем на 0,11 % абс.

Примечание — Значение максимально допускаемого расхождения 0,11 % получено из значения предела воспроизводимости для азота, приведенного в таблице 3 настоящего стандарта, в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6, 4.2.3.

Результаты определения массовой доли углерода, выраженные на сухое состояние топлива, не должны отличаться от указанного в сертификате значения, выраженного на сухое состояние топлива более чем на 0,9 % абс. Результаты определения массовой доли водорода, выраженные на сухое состояние топлива, не должны отличаться от указанного в сертификате значения, выраженного на сухое состояние топлива более чем на 0,3 % абс. При получении подряд более семи результатов определения углерода или водорода, или обоих элементов, выходящих за пределы допускаемых расхождений с указанным в сертификате значением, стандартный образец бракуют.

Примечание — Значения максимально допускаемых расхождений для углерода и водорода получены из значений пределов воспроизводимости, приведенных в таблице 3 настоящего стандарта, в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6, 4.2.3.

Если при испытаниях стандартного образца превышено любое из приведенных выше допускаемых расхождений, все результаты анализов проб, полученные после последнего удовлетворительного испытания стандартного образца, бракуют. Проверяют все параметры прибора (8.1), проводят холостые анализы (8.2), проверку стабильности работы прибора (8.3) и вновь градуируют прибор в соответствии с А.1 и А.2. После этого продолжают анализ проб.

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 73.040 MOD
75.160.10

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, массовая доля углерода, массовая доля водорода, массовая доля азота, инструментальный метод, стандарт для градуировки, сертифицированный стандартный образец

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.05.2015. Подписано в печать 28.05.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 32 экз. Зак. 2036.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru