МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32980— 2014 (ISO 15237:2003)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общей ртути

(ISO 15237:2003, 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 12 марта 2015 г. № 129-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32980—2014 (ISO 15237:2003) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 15237:2003 Solid mineral fuels — Determination of total mercury content of coal (Твердые минеральные топлива. Определение содержания общей ртути в угле). 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, и международных стандартов, на которые даны ссылки, 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).

Настоящий стандарт подготовлен на основе ГОСТ Р 54243—2010 (ИСО 15237:2003).

Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 марта 2015 г. № 129-ст ГОСТ Р 54243—2010 (ИСО 15237:2003) отменен с 1 апреля 2016 г.

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

Массовая доля ртути в твердых горючих ископаемых колеблется от 0,01 до 3,0 г/т, поэтому ртуть относят к малым или микроэлементам неорганических компонентов топлив. В некоторых угольных бассейнах были обнаружены более высокие концентрации ртути (в отдельных пробах до 1000 г/т).

Ртуть является летучим элементом. В обычном режиме озоления топлив при (815 ± 10) °С ртуть теряется полностью, а при 500 °С улетучивается значительная ее часть.

В настоящем стандарте для количественного извлечения общей ртути из топлив и перевода соединений ртути в раствор предложен метод сжигания навески в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода и растворении соединений ртути в разбавленной азотной кислоте.

В растворе ртуть определяют с помощью непламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией ртути методом холодного пара.

При точном соблюдении методики разложения твердых топлив, регламентированной в настоящем стандарте, достигается количественное извлечение ртути из твердых топлив.

Ртуть относится к высокотоксичным элементам. При сжигании и термическом разложении топлив в промышленных условиях происходит образование газообразных соединений ртути, поэтому этот элемент является опасным для окружающей среды.

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

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- подготовка к испытаниям выделена в отдельный раздел.

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общей ртути

Solid mineral fuel. Determination of total mercury content

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, *лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф, продукты обогащения, топливные брикеты и кокс (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод определения содержания общей ртути путем сжигания навески топлива в калориметрической бомбе и непламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией ртути методом холодного пара (ААС ХП).

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 147—2013 (ISO 1928:2009) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и расчет низшей теплоты сгорания

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

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 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[2)]

ГОСТ 5230—74 Реактивы. Ртути окись желтая. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

[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 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

Издание официальное

ГОСТ ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]

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

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

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. 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 Сущность метода

Сущность метода заключается в сжигании навески твердого топлива в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода в присутствии раствора азотной кислоты. Образующиеся при сжигании соединения ртути поглощаются раствором азотной кислоты. Бомбу тщательно обмывают водой. Азотнокислый раствор из бомбы и промывные воды объединяют, а затем фильтруют. Соединения ртути, извлеченные из навески топлива, восстанавливают хлоридом олова. Ртуть определяют методом ААС ХП, используя спектральную ртутную лампу с длиной волны 253,7 нм.

4 Реактивы

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

4.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709*[4)].

4.2 Кислород газообразный в баллоне, не содержащий водорода, степень чистоты — не менее 99,5 % *по ГОСТ 5583*.

Не допускается применять кислород, полученный электролизом воды.

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

4.4 Кислота азотная, раствор с объемной долей 10 %: 100 см^3 азотной кислоты (4.3) разбавляют водой (4.1) до объема 1 дм^3.

Концентрация ртути в 10 %-ном растворе азотной кислоты должна быть менее 0,1 мкг/дм^3.

[1)] 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».

[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, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

[4)] 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.

4.5 Кислота азотная, раствор с объемной долей 25 %.

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

4.7 Кислота соляная, раствор 1:1 (по объему): 50 см^3 соляной кислоты (4.6) разбавляют водой (4.1) до 100 см^3.

4.8 Калий марганцовокислый ($KMnO_4$) *по ГОСТ 20490*.

4.9 Калий марганцовокислый, раствор концентрацией 50 г/дм^3: 5 г марганцовокислого калия (4.8) растворяют в воде (4.1) и разбавляют до 100 см^3.

Концентрация ртути в растворе марганцовокислого калия должна быть менее 0,05 мкг/г.

4.10 Гидроксиламина гидрохлорид ($NH_2OHC \cdot HCl$) *по ГОСТ 5456*.

4.11 Гидроксиламина гидрохлорид, раствор концентрацией 15 г/дм^3: 1,5 г солянокислого гидроксиламина растворяют в воде (4.1) и разбавляют до 100 см^3.

Концентрация ртути в растворе солянокислого гидроксиламина должна быть менее 0,005 мкг/г.

4.12 Хлорид олова двуводный ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$).

4.13 Хлорид олова, раствор концентрацией 100 г/дм^3: 10 г двуводного хлорида олова (4.12) растворяют в 45 см^3 соляной кислоты (4.6) и осторожно разбавляют водой (4.1) до 100 см^3.

Концентрация ртути в растворе хлорида олова должна быть менее 0,01 мкг/г.

4.14 Хлорид ртути ($HgCl_2$), степень чистоты — не менее 99,9 %.

4.15 Оксид ртути (HgO) *по ГОСТ 5230*, степень чистоты — не менее 99,9 %.

4.16 Ртуть металлическая (Hg) высокой степени чистоты.

4.17 Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора катиона ртути с массовой концентрацией ртути 1 мг/см^3. Предназначен для градуировки средств измерений, в том числе атомно-абсорбционных спектрометров.

5 Аппаратура

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

5.2 Калориметрическая бомба в сборе в составе калориметрической установки *по ГОСТ 147*, которая включает калориметрический сосуд, систему наполнения бомбы кислородом и поджога запальной проволоки. Материал запальной проволоки — платина или хромо-никелевый сплав. Бомбу изготовляют из металла, который не влияет на процесс сжигания, на продукты сгорания и не содержит ртуть. Это проверяют, обмывая внутреннюю поверхность бомбы раствором азотной кислоты (4.4) и определяя в смывных водах содержание ртути. Масса ртути в смыве не должна превышать 0,01 мкг на одну бомбу.

Бомбу для сжигания следует регулярно проверять на наличие следов коррозии, которая может быть вызвана контактом с азотной кислотой.

5.3 Тигли из прозрачного кварцевого стекла *по ГОСТ 19908* для сжигания навески топлива в бомбе вместимостью 25—30 см^3.

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

5.5 Полимерная тара, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками, для хранения воды (4.1) и растворов.

Перед использованием тару заполняют раствором азотной кислоты (4.4) и оставляют не менее чем на 24 ч. Затем сосуды тщательно промывают водой (4.1).

5.6 Атомно-абсорбционный спектрометр с комплектом оборудования для атомизации ртути методом холодного пара. При открытой системе измерение происходит за один проход через систему, а при закрытой — возможна рециркуляция газов.

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 Подготовка к испытаниям

6.1 Приготовление градуировочных растворов ртути

6.1.1 Основной раствор ртути концентрацией 1000 мкг/см^3

Для приготовления основного раствора ртути могут быть использованы следующие реактивы: металлическая ртуть (4.16), оксид ртути (4.15), хлорид ртути (II) (4.14) или ГСО (4.17).

6.1.1.1 Растворяют 1,000 г металлической ртути (4.16) в 5 см^3 раствора азотной кислоты (4.5) и разбавляют водой (4.1) до 1 дм^3.

6.1.1.2 Растворяют 1,3520 г ртути (II) хлорида (4.14) в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой (4.1) до метки.

6.1.1.3 Растворяют 1,080 г оксида ртути (II) (4.15) в минимальном количестве раствора соляной кислоты (4.7) и разбавляют водой (4.1) в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 до метки.

6.1.1.4 ГСО (4.17) с концентрацией ртути 1 мг/см^3 (1000 мкг/см^3) является основным раствором ртути. На основе ГСО готовят разбавленный (6.1.2) и рабочий (6.1.3) растворы ртути путем последовательного разбавления.

6.1.2 Разбавленный раствор ртути концентрацией 10 мкг/см^3

5,0 см^3 основного раствора ртути (6.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и разбавляют водой (4.1) до метки.

6.1.3 Рабочий раствор ртути концентрацией 0,1 мкг/см^3

10,0 см^3 разбавленного раствора ртути (6.1.2) переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют водой (4.1) до метки. Этот раствор готовят в день испытаний.

6.1.4 Градуировочные растворы ртути

Градуировочные растворы готовят из рабочего раствора (6.1.3).

Основные компоненты (матричный состав) градуировочных и анализируемых растворов должны быть одинаковыми, т. е. градуировочные растворы должны содержать те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемые растворы.

В 6 мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая вносят по 10 см^3 раствора азотной кислоты (4.4), добавляют 0; 1; 2; 3; 5 и 10 см^3 рабочего раствора ртути и разбавляют водой (4.1) до метки. Концентрация ртути в градуировочных растворах составляет: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10,0 мкг/дм^3 соответственно. Масса ртути в градуировочных растворах (на весь объем 100 см^3) составляет: 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 и 1,0 мкг соответственно. Градуировочный раствор, не содержащий ртути, называют холостым раствором для градуировки.

6.2 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к работе

Атомно-абсорбционный спектрометр (5.6) подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Устанавливают нулевое значение аналитического сигнала с помощью холостого раствора для градуировки. Подготовку растворов к измерению проводят по 6.3.

6.3 Подготовка градуировочных растворов к измерению

Градуировочные растворы переносят в реакционные колбы, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (4.9) до тех пор, пока розовая окраска раствора будет сохраняться в течение 60 с.

Далее в каждый градуировочный раствор добавляют 5 см^3 раствора хлорида гидроксиламина (4.11), при этом раствор обесцвечивается. Через 30 с добавляют 5 см^3 раствора восстановителя — хлорида олова (4.13) и немедленно присоединяют реакционную колбу к прибору.

6.4 Построение градуировочного графика

Измеряют значение абсорбции каждого градуировочного раствора. По результатам измерения строят градуировочный график в координатах: аналитический сигнал (ось ординат) — концентрация ртути в градуировочном растворе (мкг/дм^3) или масса ртути в 100 см^3 градуировочного раствора (мкг) (ось абсцисс).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

Примечание — Альтернативно вместо построения градуировочного графика можно использовать метод добавок.

7 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу топлива, 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 перемешивают не менее 1 мин желательно механическим способом.

Если результаты необходимо рассчитать на другие состояния топлива, отличные от аналитического (см. раздел 10), то одновременно со взятием навески для анализа отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ ISO 687, ГОСТ SO 5068-2, ГОСТ ISO 11722 *или ГОСТ 11305*.

8 Проведение испытания

8.1 Сжигание пробы в калориметрической бомбе

Сжигание навески твердого топлива в калориметрической бомбе проводят по методике, изложенной в ГОСТ 147. Изменения, внесенные в стандартную процедуру, связаны с тем, что основная цель сжигания — количественное извлечение соединений ртути из топлива.

Предварительно очищают все внутренние части бомбы (5.2) (корпус, крышку и электроды), погружая их в раствор азотной кислоты (4.4) на 5 мин, а затем тщательно промывая водой (4.1). Высушивают резьбу на корпусе бомбы и уплотнительное кольцо бумажным полотенцем. Процедуру очистки повторяют перед каждым определением.

В предварительно прокаленный и взвешенный тигель (5.3) помещают навеску пробы примерно 1 г и взвешивают. Взвешивания проводят с погрешностью ± 0,1 мг.

Тигель с навеской помещают в держатель на крышке калориметрической бомбы. Собирают систему поджога, состоящую из запальной проволоки и хлопчатобумажной нити. На дно бомбы с помощью пипетки наливают 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (4.4). Бомбу собирают.

Заполняют бомбу кислородом (4.2), доводя давление до 3 МПа. Проверяют герметичность бомбы.

Подготовленную бомбу помещают в калориметрический сосуд, содержащий 2 $дм^3$ воды, и включают систему поджога пробы. После сгорания навески бомбу оставляют в калориметрическом сосуде еще на 10—15 мин, а затем вынимают.

Тщательно высушивают наружную поверхность бомбы бумажным полотенцем и, удерживая бомбу в вертикальном положении, осторожно выпускают газы сжигания в течение 3—5 мин, после чего открывают крышку бомбы.

Если в бомбе обнаруживают несгоревшее топливо или отложения сажи, испытание прекращают. Испытание повторяют с новой навеской пробы.

8.2 Приготовление раствора для определения ртути

Разбирают бомбу и осторожно обмывают водой (4.1) все внутренние поверхности, включая крышку, электроды и тигель, собирая промывные воды в бомбе.

Содержимое бомбы переносят с помощью шприца в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Обмывают бомбу небольшими порциями воды (4.1), перенося ее в ту же мерную колбу. Содержимое колбы разбавляют водой до метки и перемешивают.

Если конструкция бомбы не позволяет проводить испытание 1 г пробы, навеску для испытания уменьшают.

Примечания

1 Допускается переносить содержимое бомбы вместе с остатком от сжигания в стакан и туда же собирать промывные воды. Затем следует отделить остаток фильтрованием, раствор перенести в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавить до метки водой (4.1).

2 Перенесение промывных вод из бомбы с помощью шприца очень важно, так как известно, что уплотнительное кольцо в некоторых типах калориметров является источником следов ртути, которая может попадать на резьбу корпуса. Если промывные воды выливать из бомбы обычным способом, они могут быть значительно загрязнены ртутью из-за контакта с резьбой корпуса бомбы. У калориметров старого типа загрязнение ртутью не наблюдается, и перенесение промывных вод шприцем необязательно. Каждый протокол испытаний должен содержать результаты холостого опыта.

Проводят холостой опыт, повторяя описанные выше процедуры (8.1 и 8.2), но без навески топлива.

8.3 Измерение содержания ртути в растворе

Анализируемый раствор из мерной колбы переносят в реакционную колбу и добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (4.9) до тех пор, пока розовая окраска будет сохраняться в течение 60 с.

К раствору в реакционной колбе добавляют 5 $см^3$ раствора хлорида гидроксиламина (4.11). Через 30 с после исчезновения окраски перманганата калия к раствору добавляют 5 $см^3$ восстанавливающего реагента — раствора хлорида олова (4.13), немедленно присоединяют реакционную колбу к прибору и проводят измерение.

По измеренному значению абсорбции анализируемого раствора (или раствора холостого опыта) с помощью градуировочного графика определяют в нем концентрацию ртути (мкг/$дм^3$) или массу ртути (мкг).

В настоящем стандарте подробное описание работы на приборе отсутствует, так как для анализа могут быть использованы разные приборы. В зависимости от типа применяемого прибора для проведения измерения используют весь приготовленный раствор (100 $см^3$) либо его аликвоту. Независимо от этого анализируемые растворы, а также градуировочные и растворы холостого опыта готовят идентичным способом.

Примечание — Стадия восстановления ртути может быть усовершенствована с помощью технологии струйного впрыскивания, при которой реагенты автоматически подаются в прибор. Эксперименты показали, что при этой технологии для восстановления ртути хлоридом олова подходит 1 %-ный раствор хлорида олова (4.12) в растворе соляной кислоты (4.6) (раствор соляной кислоты с объемной долей 3 %).

9 Обработка результатов

Массовую долю общей ртути Hg^a в аналитической пробе твердого топлива, нг/г, рассчитывают по формуле

$$Hg^a = \frac{(\rho_1 - \rho_0)}{10\ m}\ 1000, \qquad (1)$$

где ρ_1 — концентрация ртути в анализируемом растворе, мкг/$дм^3$;

ρ_0 — концентрация ртути в растворе холостого опыта, мкг/$дм^3$;

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

или по формуле

$$Hg^a = \frac{(\rho'_1 - \rho'_0)}{m}\ 1000, \qquad (2)$$

где ρ'_1 — масса ртути в анализируемом растворе, мкг;

ρ'_0 — масса ртути в растворе холостого опыта, мкг.

Для расчетов по формуле (1) концентрацию ртути определяют по градуировочному графику, построенному в координатах: концентрация градуировочных растворов ртути (мкг/$дм^3$) — соответствующий аналитический сигнал. Для расчетов по формуле (2) массу ртути определяют по градуировочному графику, построенному в координатах: масса ртути в градуировочных растворах (в объеме 100 $см^3$) (мкг) — соответствующий аналитический сигнал.

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выраженный на аналитическое состояние топлива, округляют до 20 нг/г.

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

10 Прецизионность

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

10.1 Повторяемость *r*

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должно превышать предел повторяемости *r*, вычисляемый по формуле

$$r = 0{,}14\bar{x} + 8, \qquad (3)$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение результатов определения ртути, полученных в одной лаборатории, нг/г.

Если расхождение между результатами больше, чем значение предела повторяемости, поступают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6, 5.2.

10.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на пред-

ставительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии приготовления, не должно превышать предел воспроизводимости R, вычисляемый по формуле

$$R = 0{,}25\,\bar{y} + 20, \qquad (4)$$

где $\bar{y}$ — среднеарифметическое значение результатов определения ртути, полученных в разных лабораториях, нг/г.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) идентификацию анализируемой пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) дату проведения испытания;

d) результаты испытания и методы их расчета с указанием, к какому состоянию топлива они относятся;

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

f) параметры атомно-абсорбционного спектрометра, используемого при испытании.

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДА.1

Структура международного стандарта	Структура межгосударственного стандарта
Раздел	Раздел, подраздел
—	6
6	7
7	8.1
8	8.2
9	8.3
10	9
11	10
12	11

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 73.040 MOD

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, содержание общей ртути, калориметрическая бомба, градуировочные растворы, стандартные образцы, градуировочный график, атомно-абсорбционная спектрометрия

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

Сдано в набор 09.04.2015. Подписано в печать 07.05.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 32 экз. Зак. 1847.

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

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

gost.e-ecolog.ru