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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32465— 2013 (ISO 19579:2006)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение серы с использованием ИК-спектрометрии

(ISO 19579:2006, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2018-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32465—2013 (ISO 19579:2006) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 19579:2006 «Твердые минеральные топлива. Определение серы методом ИК-спектрометрии» («Solid mineral fuels — Determination of sulfur by IR spectrometry», MOD). Дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 27 «Твердое минеральное топливо», Подкомитетом 5 «Методы анализа» Международной организации по стандартизации (ISO).

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2006 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

Сера содержится во всех видах твердого топлива в минеральной и органической массах обычно в трех формах: неорганические дисульфиды, такие как пирит и марказит, неорганические сульфаты, в основном кальция и железа, и органическая сера в углеродсодержащем веществе. Суммарное содержание серы в органической и минеральной массах называют общей серой.

Общая сера относится к показателям качества, характеризующим безопасность угольной продукции.

Настоящий стандарт регламентирует инструментальный метод экспресс-определения общей серы в твердом топливе, который заключается в высокотемпературном сожжении навески топлива и определении в продуктах горения диоксида серы с помощью детектора инфракрасного поглощения (метод ИК-спектрометрии). Этот метод является альтернативным классическим химическим методам определения общей серы по ГОСТ 8606 и ГОСТ 2059.

Применение инструментального метода для определения общей серы значительно увеличивает производительность работы лаборатории.

МКС 75.160.10
73.040

Поправка к ГОСТ 32465—2013 (ISO 19579:2006) Топливо твердое минеральное. Определение серы с использованием ИК-спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение серы с использованием ИК-спектрометрии

Solid mineral fuel. Determination of sulfur by IR spectrometry

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, *антрациты,* лигниты, *торф, горючие сланцы, продукты обогащения и переработки, брикеты, кокс (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает инструментальный метод определения общей серы путем высокотемпературного сжигания и идентификации оксидов серы с помощью детектора инфракрасного излучения (ИК-спектрометра).

Для определения общей серы этим методом используют анализаторы, выпускаемые промышленностью.

При возникновении разногласий в оценке содержания общей серы арбитражным является метод Эшка по ГОСТ 8606.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 2059 (ИСО 351—96) Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре

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

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

ГОСТ 8606 (ISO 334:2013) Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка

ГОСТ 11305 Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги

ГОСТ ISO 11722[2)] Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе для общего анализа высушиванием в токе азота

ГОСТ 27313 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 и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в

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

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ 33503—2015 (ISO 11722:2013, ISO 5068-2:2007) «*Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».*

Издание официальное

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 пробы топлива при температуре 1350 °С в токе кислорода. Газовый поток очищают от паров воды и твердых частиц, пропуская его через трубки, наполненные стекловатой и перхлоратом магния. После этого газовый поток поступает в ячейку, в которой количество диоксида серы измеряют с помощью инфракрасного детектора, соединенного с микропроцессором.

Анализатор предварительно градуируют, используя стандартный образец. Расчет содержания общей серы в пробе проводят с помощью микропроцессора на основе результатов предварительно проведенной градуировки прибора.

4 Аппаратура

4.1 Анализатор, состоит из следующих частей:

а) печь сопротивления, позволяющая поддерживать в зоне сжигания температуру не менее 1350 °С;

б) трубка для сжигания керамическая, в которую помещают пробу и в которой образуются газы сжигания;

в) лодочки для сжигания керамические, в которых взвешивают и сжигают навески пробы;

г) система очистки газов сжигания, которую помещают между трубкой для сжигания и детектором; система состоит из фильтра со стекловатой и трубками, наполненными безводным перхлоратом магния;

д) детектор/микропроцессор, система для измерения нерассеянного ИК-излучения.

4.2 Весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 1 мг.

5 Реактивы

5.1 Перхлорат магния безводный гранулированный.

5.2 Кислород газообразный в баллоне, с объемной долей кислорода не менее 99,5 %, *по ГОСТ 5583*.

5.3 Стеклянная вата.

5.4 Стандартные образцы углей и коксов.

Сертифицированные стандартные образцы (CRM) представляют собой пробы углей и коксов с известной массовой долей общей серы, установленной по *ГОСТ 8606*. Стандартные образцы должны иметь сертификаты международно признанной организации по сертификации.

Примечание 1 — Для градуировки следует использовать угли и коксы, близкие по составу анализируемым пробам. Установлено, что для полного сжигания углей с высоким содержанием карбонатов и бурых углей со значительным содержанием *гуматов* кальция (карбоксилатов) требуется больше времени, т. к. выделение диоксида серы при их сжигании происходит с задержкой.

Если для градуировки прибора используют пробы углей или коксов с известной массовой долей общей серы, но не стандартные образцы, градуировку обязательно проверяют. Для этого после градуировки проводят анализ подходящего стандартного образца. Если результат не совпадает с массовой долей общей серы, указанной в сертификате, прибор снова градуируют.

Примечание 2 — Стандартные образцы и пробы, используемые для градуировки, могут содержать влагу, поэтому в сертификате указывают массовую долю общей серы в расчете на сухое состояние топлива. В этих образцах необходимо определять массовую долю влаги по *ГОСТ ISO 11722 или ГОСТ ISO 687*. Полученную массовую долю влаги используют для пересчета массовой доли общей серы в стандартном образце с сухого состояния на аналитическое, %, по следующей формуле

$$S_t^a = S_t^d \frac{100 - W^a}{100}, \quad (1)$$

где S_t^a — массовая доля общей серы в расчете на аналитическое состояние топлива, %;

S_t^d — массовая доля общей серы в расчете на сухое состояние топлива, %;

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

6 Приготовление пробы

Определение содержания общей серы в твердом топливе проводят из аналитической пробы, измельченной до прохождения через сито с размером отверстий 212 мкм.

Пробу раскладывают тонким слоем и выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение минимального времени, необходимого для приведения содержания влаги в пробе в состояние приблизительного равновесия с влажностью воздуха лаборатории. Перед началом анализа воздушно-сухую пробу перемешивают.

Одновременно с проведением анализа (см. раздел 7) в пробе определяют содержание влаги по *ГОСТ ISO 687, ГОСТ ISO 5068-2, ГОСТ ISO 11722 или ГОСТ 11305*.

7 Проведение испытания

Подготавливают прибор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Рекомендуется до градуировки провести два сжигания любой пробы, чтобы привести прибор в рабочее состояние.

Прибор градуируют с помощью стандартного образца топлива. Если необходима градуировка в нескольких точках диапазона измерений, то используют несколько стандартных образцов с разным содержанием общей серы.

Градуировка должна охватывать область концентрации серы ниже и выше определяемого значения содержания серы в пробе.

Процедура градуировки изложена в инструкции по эксплуатации прибора.

Навеску стандартного образца угля или кокса от 0,2 до 0,5 г взвешивают с пределом допускаемой погрешности ± 1 мг в лодочке для сжигания и вводят массу навески в память анализатора. Лодочку с навеской помещают в горячую зону печи. Продукты сжигания проходят через очистительную систему и попадают в ИК-детектор, где сигналы, связанные с присутствием диоксида серы, интегрируются. После окончания сжигания (это определяет прибор) лодочку с остатком извлекают из трубки для сжигания.

Примечание — Некоторые модели анализаторов полностью автоматизированы, в них помещение лодочки в печь и ее извлечение осуществляются автоматически.

Определение содержания общей серы в стандартном образце топлива проводят еще не менее двух раз.

Для проверки правильности градуировки прибора определяют содержание общей серы в том же стандартном образце, с помощью которого градуировали анализатор, и в стандартном образце с более низким содержанием общей серы, как проб с неизвестным содержанием общей серы. Если полученные результаты отличаются от значений, указанных в сертификатах этих стандартных образцов, на величину большую, чем повторяемость данного метода (см. раздел 10.1), градуировку повторяют.

Определение содержания общей серы в анализируемой пробе проводят, используя ту же процедуру, что при градуировке прибора.

8 Проверка градуировки

Проверку градуировки проводят периодически (рекомендуется делать это через каждые пять определений). При этом анализируют образец топлива с известным содержанием общей серы, не обязательно стандартный образец.

Если полученные при проверке результаты отличаются от содержания общей серы в этом образце на значение большее, чем повторяемость метода, то полученные до проверки результаты бракуют, а прибор заново градуируют (см. раздел 7). Анализ проб повторяют.

9 Обработка результатов

Массовую долю общей серы в аналитической пробе рассчитывает микропроцессор прибора, при этом результаты выражены в процентах. Окончательный результат, представляющий собой среднеарифметическое значение двух параллельных определений, рассчитывают с точностью до 0,001 % и округляют до 0,01 %.

Результаты определения общей серы могут быть пересчитаны на другие состояния топлива (рабочее, сухое) по ГОСТ 27313.

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость *r*

Результаты двух параллельных определений, полученные в разное время в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться друг от друга более чем на величину повторяемости *r*, вычисляемую по формуле

$$r = 0{,}02 + 0{,}03\bar{x}, \tag{2}$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение результатов, полученных в одной лаборатории.

10.2 Воспроизводимость *R*

Результаты, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных в разных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должны отличаться друг от друга более чем на величину воспроизводимости *R*, вычисляемую по формуле

$$R = 0{,}02 + 0{,}09\bar{x}, \tag{3}$$

где $\bar{x}$ — среднеарифметическое значение результатов, полученных в разных лабораториях.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

а) идентификацию анализируемой пробы;

б) ссылку на используемый метод;

в) результаты с указанием, к какому состоянию топлива они относятся;

г) содержание влаги, если результаты представлены на аналитическое состояние топлива.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO 687—2012	MOD	ISO 687:2010 «Твердое минеральное топливо. Кокс. Определение содержания влаги в образце для общего анализа»
ГОСТ 2059—95 (ИСО 351—96)	MOD	ISO 351:1996 «Топливо твердое минеральное. Определение содержания общей серы. Метод сжигания при высокой температуре»
ГОСТ ISO 5068-2—2012	MOD	ISO 5068-2:2007 «Угли бурые, лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в пробе для анализа»
ГОСТ 8606—2015 (ISO 334:2013)	MOD	ISO 334:2013 «Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка»
ГОСТ ISO 11722—2012	MOD	ISO 11722:1999 «Твердые минеральные топлива. Антрацит. Определение влажности образца для общего анализа путем сушки в азоте»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 662.6:543.812:006.354

МКС 75.160.10
73.040

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, общая сера, метод высокотемпературного сжигания, ИК-спектрометрия, градуировка прибора

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 27.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru