ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54243— 2010 (ИСО 15237:2003)

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ

ISO 15237:2003
Solid mineral fuels — Determination of total mercury content of coal (MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Институт горючих ископаемых — научно-технический центр по комплексной переработке твердых горючих ископаемых» (ФГУП «ИГИ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2010 г. № 1042-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 15237:2003 «Твердые минеральные топлива — Определение содержания общей ртути в угле» (ISO 15237:2003 «Solid mineral fuels — Determination of total mercury content of coal») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в связи с расширением области распространения на все виды твердого минерального топлива.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных (региональных) стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2013

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 3
6 Подготовка к испытаниям 3
7 Приготовление пробы 4
8 Проведение испытания 4
8.1 Сжигание пробы в калориметрической бомбе 4
8.2 Приготовление раствора для определения ртути 5
8.3 Измерение содержания ртути в растворе 5
9 Обработка результатов 5
10 Прецизионность 6
11 Протокол испытаний 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 7

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.

В настоящий стандарт включены дополнительные по отношению к ИСО 15237 требования, отражающие потребности национальной экономики государства, а именно:

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ

Solid mineral fuels.
Determination of total mercury content

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется на бурые и каменные угли, лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф, продукты обогащения, 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 стандарты:

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

ГОСТ Р 51760—2001 Тара потребительская полимерная. Общие технические условия

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1: Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 147—95 (ИСО 1928—76) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

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 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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 11303—75 Торф. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305—83 Торф. Методы определения влаги

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

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

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

Издание официальное

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

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

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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. Раствор азотной кислоты 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, степень чистоты которых не ниже ч. д. а. по ГОСТ 13867.

4.1 Вода, 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501. Дистиллированную воду по ГОСТ 6709 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 по ГОСТ Р 51760.

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.

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 (объемных).

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 с концентрацией 50 г/дм^3.

5 г марганцовокислого калия 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 ($NH_2OH \cdot HCl$) по ГОСТ 5456.

4.11 Гидроксиламина гидрохлорид, раствор с концентрацией 15 г/дм^3.

1,5 г гидроксиламина солянокислого растворяют в воде (4.1) и разбавляют до 100 см^3.

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

4.12 Хлорид олова ($SnCl_2C \cdot 2H_2O$).

4.13 Хлорид олова, раствор с 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 2-го класса точности по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности $\pm$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 изготавливают из металла, который не влияет на процесс сжигания, на продукты сгорания и не содержит ртути. 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, емкостью 25—30 см^3.

5.4 Стеклянная посуда. Калиброванные мерные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы, стаканы и др.) по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.

5.5 Полимерная тара, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена по ГОСТ Р 51760, 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, зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений и допущен к применению в Российской Федерации.

6 Подготовка к испытаниям

6.1 Приготовление градуировочных растворов ртути

6.1.1 Основной раствор с концентрацией ртути 1000 мкг/см^3

Для приготовления основного раствора ртути могут быть использованы следующие реактивы: ртуть металлическая (4.16), оксид ртути (4.15), ртути (II) хлорид (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 емкостью 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 емкостью 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 с концентрацией ртути 10 мкг/см^3

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

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

10,0 см^3 разбавленного раствора ртути (6.1.2) переносят в мерную колбу емкостью 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 одинаковы, т. е. градуировочные растворы содержат те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемые растворы.

В мерные колбы емкостью 100 см^3 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 перманганата калия (4.9) до тех пор, пока розовая окраска раствора сохраняется 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 величину абсорбции каждого градуировочного раствора. По результатам измерения строят градуировочный график в координатах: величина аналитического сигнала (ось ординат) — концентрация ртути в градуировочном растворе в мкг/дм^3 или масса ртути в градуировочном растворе (в объеме 100 см^3) в мкг (ось абсцисс).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

Примечание — Альтернативно вместо построения градуировочного графика можно пользоваться методом 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 атмосферы 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 Р 52917, ГОСТ 27589 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 около 1 г и взвешивают. Взвешивания производят с пределом допускаемой погрешности ±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.

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 емкостью 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 перенести содержимое бомбы вместе с остатком от сжигания в стакан, туда же собрать промывные воды. Затем отделить остаток фильтрованием, раствор перенести в мерную колбу емкостью 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; 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 перманганата калия (4.9) до тех пор, пока розовая окраска сохраняется 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 производят измерение.

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

В настоящем стандарте детальное 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, выраженную в нг/г, рассчитывают по формуле:

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

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:

$$Hg^a = \frac{(\rho_1' - \rho_0')}{m} 1000, \quad (2)$$

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 в 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) в 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, производят по ГОСТ 27313.

10 Прецизионность

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

10.1 Повторяемость *r*

Результаты двух параллельных определений, проведенных в пределах 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 должны отличаться друг от друга более чем на величину предела повторяемости *r*, вычисляемую по формуле:

$$r = 0{,}14\tilde{x} + 8, \quad (3)$$

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

Если расхождение между результатами больше, чем величина предела повторяемости, поступают в соответствии с подразделом 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

10.2 Воспроизводимость *R*

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

$$R = 0{,}25\tilde{y} + 20, \quad (4)$$

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

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) идентификацию анализируемой пробы;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) дату испытания;

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

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

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

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ Р 52501—2005	MOD	ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытания»
ГОСТ Р 52917—2008	MOD	ИСО 11722:1999 «Твердые минеральные топлива. Каменный уголь. Определение влаги в аналитической пробе высушиванием в токе азота» ИСО 5068-2:2007 «Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе»
ГОСТ 147—95	MOD	ИСО 1928:1976 «Твердые минеральные топлива. Определение высшей теплоты сгорания методом сжигания в калориметрической бомбе и вычисление низшей теплоты сгорания»
ГОСТ 5583—78	MOD	ИСО 2046:1973 «Газообразный кислород для дыхательных аппаратов, поставляемый для авиации»
ГОСТ 10742—71	NEQ	ИСО 5069-2:1983 «Угли бурые и лигниты. Принципы отбора проб. Часть 2. Подготовка проб для определения содержания влаги и для общего анализа» ИСО 13909-2:2001 «Каменный уголь и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков»
ГОСТ 27313—95	MOD	ИСО 1170:1977 «Уголь и кокс. Пересчет результатов анализов на различные состояния»
ГОСТ 27589—91	MOD	ИСО 687:1974 «Кокс. Определение влаги в аналитической пробе»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 73.040 А19

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

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 21.01.2013. Подписано в печать 05.02.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 118 экз. Зак. 125.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru