ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54242— 2010 (ИСО 11723:2004)

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО МЫШЬЯКА И СЕЛЕНА

ISO 11723:2004
Solid mineral fuels —
Determination of arsenic and selenium —
Eschka's mixture and hydride generation method
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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. № 1041-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11723:2004 «Твердые минеральные топлива — Определение мышьяка и селена в угле — Метод с применением смеси Эшка и образованием гидридов» (ISO 11723:2004 «Solid mineral fuels — Determination of arsenic and selenium — Eschka's mixture and hydride generation method») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (подраздел 3.5).

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, 2012

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
6.1 Приготовление градуировочных растворов мышьяка . . . 3
6.2 Подготовка градуировочных растворов мышьяка к измерению . . . 4
6.3 Приготовление градуировочных растворов селена . . . 4
6.4 Подготовка градуировочных растворов селена к измерению . . . 5
6.5 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к измерению . . . 5
6.6 Градуировка атомно-абсорбционного спектрометра . . . 5
7 Приготовление пробы . . . 5
8 Проведение испытания . . . 5
8.1 Приготовление анализируемых растворов . . . 5
8.2 Подготовка анализируемых растворов к измерениям . . . 6
8.3 Определение мышьяка и селена в растворах, приготовленных для измерения . . . 6
9 Обработка результатов . . . 6
10 Прецизионность . . . 7
10.1 Повторяемость . . . 7
10.2 Воспроизводимость . . . 7
11 Протокол испытаний . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте . . . 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО МЫШЬЯКА И СЕЛЕНА

Solid mineral fuels. Determination of total arsenic and selenium content

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *распространяется на лигниты, бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, торф, продукты обогащения и коксы (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод определения содержания общего мышьяка и селена сжиганием со смесью Эшка с последующим определением в виде гидридов с помощью атомно-абсорбционного или атомно-флуоресцентного спектрометра.

Примечание — Альтернативно применяют метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

При возникновении разногласий в оценке содержания общего мышьяка арбитражным является метод фотометрического определения мышьяка по интенсивности окраски мышьяково-молибденовой сини по ГОСТ 10478.

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 не автоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10478—93 (ИСО 601:1981, ИСО 2590:1973) Топливо твердое. Методы определения мышьяка

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

ГОСТ 11303—75 Торф и продукты его переработки. 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 23083—78 Кокс каменноугольный, пековый и термоантрацит. Методы отбора и подготовки проб для испытаний

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 27313—95 (ИСО 1170:1977) Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива

ГОСТ 27589—91 (ИСО 687:1974) 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 спекании навески твердого топлива со смесью Эшка в окислительной атмосфере при 800 °С до полного удаления сгораемых веществ. Соединения мышьяка и селена извлекают из остатка от сжигания раствором соляной кислоты и восстанавливают до образования газообразных гидридов в аппарате для получения гидридов, соединенном со спектрометром.

Для восстановления окисленных форм селена используют борогидрид натрия, а для восстановления мышьяка — последовательно, раствор йодида калия, а затем борогидрид натрия.

Содержание мышьяка и селена в гидридах определяют методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, используя аналитическую линию: мышьяка — 193,7 нм и селена — 196,0 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 Оксид магния (MgO) по ГОСТ 4526. Оксид магния прокаливают при 700 °С.

4.3 Натрий углекислый безводный (Na_2CO_3) по ГОСТ 83. Натрия карбонат высушивают при 105 °С—110 °С.

4.4 Смесь Эшка состоит из двух частей (по массе) оксида магния (4.2) и одной части безводного углекислого натрия (4.3), которые тщательно перемешивают и измельчают до прохождения через сито с сеткой 02 по ГОСТ 6613.

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

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

4.7 Калий йодистый (KI) по ГОСТ 4232.

4.8 Калий йодистый, раствор с концентрацией 500 г/дм^3.

50 г йодистого калия (4.7) растворяют в воде (4.1) и доводят объем раствора до 100 см^3 (для определения мышьяка).

4.9 Мышьяка триоксид (As_2O_3), степень чистоты не менее 99,99 %.

4.10 Селен металлический (Se), степень чистоты не менее 99,99 %.

Примечание — По 4.9 и 4.10 допускается использовать импортные реактивы.

4.11 Натрия гидроксид (NaOH) по ГОСТ 4328.

4.12 Натрия борогидрид ($NaBH_4$).

4.13 Натрия борогидрид, раствор.

1,50 г борогидрида натрия (4.12) и 0,40 г гидроксида натрия (4.11) помещают в пластиковый сосуд вместимостью 125 см^3 (5.7) и добавляют 100 см^3 воды (4.1). Раствор готовят в день испытания.

Примечание — Альтернативно допускается использовать пеллеты из борогидрида натрия, имеющиеся в продаже.

4.14 Калия гидроксид (КОН) по ГОСТ 24363.

4.15 Калия гидроксид, раствор с массовой долей 20 %.

4.16 Натрия арсенат ($Na_2HAsO_4 \cdot 7H_2O$).

4.17 Натрия селенат ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$).

4.18 Государственные стандартные образцы (ГСО) состава растворов катионов мышьяка и селена. Массовая концентрация 100 мг/дм^3. Предназначены для градуировки средств измерений, в том числе атомно-абсорбционных спектрометров.

5 Аппаратура

5.1 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

5.2 Тигли из прозрачного кварцевого стекла емкостью 25—30 см^3 по ГОСТ 19908.

5.3 Кварцевая пластина толщиной 6 мм, легко вставляемая в муфельную печь.

5.4 Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим нагрев от комнатной температуры до 800 °С в течение 2 ч и позволяющим поддерживать постоянную температуру (800 ± 10) °С в рабочей зоне печи.

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

Чтобы минимизировать возможность загрязнения, лабораторную посуду моют разбавленным раствором соляной кислоты 1:10 (объемных).

5.6 Пластиковый сосуд с широким горлом, вместимостью 60 см^3, с завинчивающейся крышкой (пригоден для автоклава).

5.7 Полимерная тара, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена по ГОСТ Р 51760, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками, для хранения воды и растворов.

5.8 Атомно-абсорбционный спектрометр или атомно-флуоресцентный спектрометр, соединенный с аппаратом для проведения реакции образования гидридов.

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 мышьяка

6.1.1 Основной раствор с концентрацией мышьяка 100 мг/дм^3

(0,1320 ± 0,0005) г триоксида мышьяка (4.9) растворяют в 25 см^3 раствора КОН (4.15). Добавляют приблизительно 50 см^3 воды (4.1) и 20 см^3 соляной кислоты (4.5). Раствор в мерной колбе емкостью 1 дм^3 разбавляют водой (4.1) до метки.

Основной раствор мышьяка можно приготовить из арсената натрия.

(0,4165 ± 0,0005) г арсената натрия (4.16) растворяют приблизительно в 100 см^3 воды (4.1). Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (4.5) и в мерной колбе емкостью 1 дм^3 разбавляют водой (4.1) до метки.

Альтернативно можно приготовить основной раствор мышьяка из ГСО (4.18), имеющегося в продаже.

6.1.2 Разбавленный раствор с концентрацией мышьяка 1 мг/дм^3

5,0 см^3 основного раствора мышьяка (6.1.1) переносят в мерную колбу емкостью 500 см^3. Добавляют приблизительно 100 см^3 воды (4.1) и 5 см^3 соляной кислоты (4.5). Раствор разбавляют водой (4.1) до метки.

6.1.3 Рабочий раствор с концентрацией мышьяка 50 мкг/дм^3

5,0 см^3 разбавленного раствора мышьяка (6.1.2) переносят в мерную колбу емкостью 100 см^3. Добавляют приблизительно 20 см^3 воды (4.1) и 1 см^3 соляной кислоты (4.5). Раствор разбавляют водой (4.1) до метки. Раствор готовят в день измерения.

6.1.4 Градуировочные растворы мышьяка

Градуировочные растворы готовят из рабочего раствора мышьяка (6.1.3).

Матричный состав градуировочных и анализируемых растворов должен быть одинаковым, т. е. градуировочные растворы должны содержать те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемые растворы (8.1).

В четыре предварительно взвешенных пластиковых сосуда (5.6) или стакана помещают по 1,0 г смеси Эшка (4.4), добавляют по 10 см^3 воды (4.1) и по 20 см^3 соляной кислоты (4.5). Содержимое нагревают на плитке до полного растворения смеси Эшка, после чего растворы охлаждают.

К растворам в пластиковых сосудах (стаканах) приливают 0,0; 1,00; 2,00; 3,00 см^3 рабочего раствора мышьяка (6.1.3) и доводят массу каждого раствора водой (4.1) до 50,0 г или, альтернативно, переносят содержимое каждого сосуда (стакана) в мерную колбу емкостью 50 см^3 и разбавляют водой (4.1) до метки. Концентрация мышьяка в полученных градуировочных растворах составляет 0, 1, 2 и 3 мкг/дм^3 соответственно. Градуировочный раствор с нулевой концентрацией называют холостым раствором для градуировки.

Для увеличения количества точек на градуировочной кривой могут быть приготовлены дополнительные градуировочные растворы с другими концентрациями мышьяка.

Концентрации градуировочных растворов подбирают для каждого прибора.

Градуировочные растворы хранят в пластиковых сосудах с герметично завинчивающимися крышками (5.6).

6.2 Подготовка градуировочных растворов мышьяка к измерению

С помощью пипетки отбирают по 10 см^3 каждого градуировочного раствора и помещают в отдельные пластиковые емкости объемом около 30 см^3. В каждую емкость добавляют по 5 см^3 соляной кислоты (4.5) и по 0,5 см^3 раствора йодида калия (4.8) и оставляют на 20—30 мин при комнатной температуре.

6.3 Приготовление градуировочных растворов селена

6.3.1 Основной раствор с концентрацией селена 100 мг/дм^3

(0,1000 ± 0,0005) г элементарного селена (4.10), помещенного в стакан, растворяют в минимальном объеме азотной кислоты (4.6). Раствор упаривают досуха. Добавляют 2 см^3 воды (4.1) и снова упаривают досуха; эту процедуру повторяют дважды. К сухому остатку добавляют 10 см^3 воды (4.1) и 10 см^3 соляной кислоты (4.5). Растворяют остаток при нагревании. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу емкостью 1 дм^3 и разбавляют водой (4.1) до метки.

Основной раствор селена можно приготовить из селената натрия.

(0,4674 ± 0,0005) г селената натрия (4.17) растворяют приблизительно в 100 см^3 воды (4.1). Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (4.5) и в мерной колбе емкостью 1 дм^3 разбавляют водой (4.1) до метки.

Альтернативно можно приготовить основной раствор селена из ГСО (4.18), имеющегося в продаже.

6.3.2 Разбавленный раствор с концентрацией селена 1 мг/дм^3

5,0 см^3 основного раствора селена (6.3.1) переносят в мерную колбу емкостью 500 см^3. Добавляют приблизительно 100 см^3 воды (4.1) и 5 см^3 соляной кислоты (4.5). Раствор разбавляют водой (4.1) до метки.

6.3.3 Рабочий раствор с концентрацией селена 50 мкг/дм^3

5,0 см^3 разбавленного раствора селена (6.3.2) переносят в мерную колбу емкостью 100 см^3. Добавляют приблизительно 20 см^3 воды (4.1) и 1 см^3 соляной кислоты (4.5). Раствор разбавляют водой (4.1) до метки. Раствор готовят в день измерения.

6.3.4 Градуировочные растворы селена

Градуировочные растворы готовят из рабочего раствора селена (6.3.3) точно по 6.1.4.

6.4 Подготовка градуировочных растворов селена к измерению

С помощью пипетки отбирают по 10 см^3 каждого градуировочного раствора и помещают в высокие стаканы вместимостью от 25 до 50 см^3. К каждой аликвоте добавляют по 5 см^3 соляной кислоты (4.5). Нагревают растворы до 90 °С и выдерживают при этой температуре в течение 15—20 мин для восстановления селенатов до селенитов.

Растворы не следует кипятить или нагревать дольше 20 мин, чтобы избежать восстановления селенита до элементарного селена. Процесс восстановления можно проконтролировать путем сравнения результатов измерения восстановленного градуировочного раствора селената и градуировочного раствора с такой же концентрацией, приготовленного непосредственно из селенита натрия.

Растворы охлаждают и доводят их объем до первоначальных 15 см^3 водой (4.1).

6.5 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к измерению

Атомно-абсорбционный спектрометр (ААС) и аппарат для получения гидридов (5.8) подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Примечание — Невозможно стандартизировать условия и приемы работы на спектрометре, поскольку применяемые в настоящее время приборы значительно отличаются друг от друга, а также могут сочетаться с различными способами образования гидридов и атомизации.

6.6 Градуировка атомно-абсорбционного спектрометра

Градуировочный раствор, подготовленный к измерению по 6.2 или 6.4, переносят в аппарат для образования гидридов и добавляют раствор или пеллеты борогидрида натрия (4.13). Образовавшийся гидрид измеряемого элемента поступает в атомизатор ААС. Измерительная система прибора с помощью монохроматора выделяет из спектра поглощения аналитическую линию определяемого элемента: для мышьяка — 193,7 нм, для селена — 196,0 нм. Записывают величину полученного аналитического сигнала.

Нулевое значение аналитического сигнала ААС в соответствии с инструкцией по эксплуатации устанавливают, используя холостой раствор для градуировки.

По результатам измерений градуировочных растворов, содержащих определяемый элемент, строят градуировочные графики для мышьяка и селена. На оси абсцисс откладывают значения концентрации градуировочных растворов мышьяка и селена в мкг/дм^3, на оси ординат — соответствующие этим концентрациям величины аналитического сигнала (высота или площадь пика).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

7 Приготовление пробы

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

Если результаты необходимо рассчитать на другие состояния топлива, отличные от воздушно-сухого (см. раздел 9), 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 Приготовление анализируемых растворов

Одновременно готовят растворы для двух параллельных определений.

Навеску пробы около 0,5 г, взвешенную с пределом допускаемой погрешности $\pm$ 0,1 мг, тщательно перемешивают с 0,8 г смеси Эшка (4.4) в кварцевом тигле (5.2). Выравнивают поверхность смеси в тигле и покрывают еще 0,2 г смеси Эшка.

Помещают тигель на кварцевую пластину (5.3). Вставляют пластину с тиглем в холодную муфельную печь (5.4) и равномерно нагревают печь до 800 °С в течение 2 ч. Выдерживают тигель при (800 $\pm$ 10) °С еще 2 ч.

Вынимают кварцевую пластину с тиглем из муфельной печи и дают остыть.

Содержимое тигля переносят в предварительно взвешенный пластиковый сосуд (5.6) или в стакан вместимостью 100 см^3. Смывают остатки смеси из тигля в сосуд (стакан) небольшим количеством воды (от 5 до 10 см^3).

Добавляют в тигель 10 см^3 соляной кислоты (4.5), слегка нагревают на плитке, а затем переносят в тот же пластиковый сосуд (или стакан). Обмывают тигель еще 5 см^3 воды, которую также переносят в сосуд (стакан). Осторожно встряхивают содержимое сосуда для полного удаления диоксида углерода.

Внимание — Необходимо очень осторожно добавлять соляную кислоту, так как экзотермическая реакция смеси Эшка с соляной кислотой протекает с выделением диоксида углерода.

Сосуд охлаждают до комнатной температуры и доводят массу раствора водой (4.1) до 50,0 г или переносят раствор из сосуда (стакана) в мерную колбу емкостью 50 см^3 и разбавляют водой до метки.

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

8.2 Подготовка анализируемых растворов к измерениям

Для определения концентрации мышьяка и селена в растворах для испытания и в растворе холостого опыта (8.1) необходимо предварительно подготовить эти растворы к проведению реакции гидрирования.

Способ подготовки анализируемых растворов и раствора холостого опыта к измерению концентрации мышьяка аналогичен способу подготовки градуировочных растворов мышьяка, изложенному в 6.2.

Способ подготовки анализируемых растворов и раствора холостого опыта к измерению концентрации селена аналогичен способу подготовки градуировочных растворов селена, изложенному в 6.4.

8.3 Определение мышьяка и селена в растворах, приготовленных для измерения

Раствор, подготовленный к измерению по 8.2, переносят в аппарат для получения гидридов и добавляют раствор или пеллеты борогидрида натрия (4.13).

Образовавшийся гидрид измеряемого элемента поступает в атомизатор ААС. Измерительная система прибора с помощью монохроматора выделяет из спектра поглощения аналитическую линию определяемого элемента: для мышьяка — 193,7 нм, для селена — 196,0 нм. Записывают величину полученного аналитического сигнала (высоту или площадь пика).

Аналогичную процедуру измерения повторяют для каждого анализируемого раствора и для раствора холостого опыта.

Примечание — Альтернативой атомно-абсорбционной или атомно-флуоресцентной спектрометрии является метод атомно-эмиссионной спектрометрии с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой в сочетании с процессом образования гидридов.

Если результат измерения анализируемого раствора оказывается выше, чем для самого концентрированного градуировочного раствора, анализируемый раствор разбавляют раствором холостого опыта и измерение повторяют. Записывают фактор разбавления.

По градуировочному графику определяют концентрации мышьяка и селена в анализируемых растворах и в растворе холостого опыта в мкг/дм^3.

9 Обработка результатов

Массовую долю мышьяка и селена (As^a, Se^a) в аналитической пробе твердого топлива, выраженную в мкг/г, рассчитывают по формулам:

$$As^a = \frac{\rho_1 - \rho_0}{10^3} \frac{50}{m} F, \quad (1)$$

$$Se^a = \frac{\eta_1 - \eta_0}{10^3} \frac{50}{m} F, \quad (2)$$

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

ρ_0 — концентрация мышьяка в растворе холостого опыта, мкг/д^3;

η_1 — концентрация селена в анализируемом растворе, мкг/дм^3;

η_0 — концентрация селена в растворе холостого опыта, мкг/дм^3;

m — масса навески пробы, г;

F — фактор разбавления (кратность разбавления).

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выраженный на аналитическое состояние топлива, записывают с точностью до 0,1 мкг/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

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, приведенную в таблице 1.

Таблица 1 — Максимально допускаемые расхождения между результатами определения массовой доли мышьяка и селена

Массовая доля, мкг/г	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
< 1	0,1 мкг/г	0,2 мкг/г
≥ 1	10 % относительных	20 % относительных

Если расхождение между результатами больше, чем величина предела повторяемости, указанная в таблице 1, поступают в соответствии с подразделом 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

10.2 Воспроизводимость

Два результата, каждый из которых является среднеарифметическим значением результатов двух параллельных определений, полученные 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, приведенную в таблице 1.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) идентификацию анализируемой пробы;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) дату испытания;

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

д) содержание аналитической влаги в топливе, если результаты представлены на аналитическое состояние топлива;

е) характеристики спектрометра, генератора гидридов, атомизатора и тип спектральной лампы, используемых при анализе.

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 10742—71	NEQ	ИСО 5069-2:1983 «Угли бурые и лигниты. Принцип отбора проб. Часть 2. Подготовка проб для определения содержания влаги и для общего анализа» ИСО 13909-4:2001 «Каменный уголь и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Подготовка проб для испытаний» ИСО 13909-6:2001 «Каменный уголь и кокс. Механический отбор проб. Часть 6. Кокс. Подготовка проб для испытаний»
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: твердое минеральное топливо, метод определения мышьяка, метод определения селена, образование гидридов мышьяка и селена, атомно-флуоресцентный спектрометр

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 22.03.2012. Подписано в печать 23.04.2012. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,29. Тираж 121 экз. Зак. 366.

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