ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54244— 2010 (ИСО 29541:2010)

Топливо твердое минеральное

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА

ISO 29541:2010
Solid mineral fuels —
Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen —
Instrumental method
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

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. № 1043-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 29541:2010 «Твердые минеральные топлива. Определение общего углерода, водорода и азота. Инструментальный метод» (ISO 29541:2010 «Solid mineral fuels — Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen — Instrumental 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, 2011

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 3
7 Подготовка пробы 3
8 Проведение испытания 3
8.1 Подготовка прибора к работе 3
8.2 Холостые анализы 3
8.3 Проверка настройки и стабильности работы прибора 4
8.4 Градуировка 4
8.5 Проверка градуировки 4
8.6 Испытание проб 4
9 Обработка результатов 5
10 Прецизионность 5
10.1 Повторяемость 5
10.2 Воспроизводимость 5
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (информационное) Рекомендации по проведению градуировки 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 11

Введение

Определение содержания основных элементов органической массы — углерода (С), водорода (Н) и азота (N) — необходимо и обязательно для характеристики всех видов твердых топлив. Это важно также для проведения инженерных расчетов процессов сжигания угля.

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

В настоящий стандарт включены дополнительные по отношению к ИСО 29541 требования, отражающие потребности национальной экономики государства, а именно:

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА

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

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

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

При возникновении разногласий в результатах определение общего углерода, водорода и азота проводят арбитражными стандартными химическими методами по ГОСТ Р 53355: углерод и водород — по ГОСТ 2408.1 или ГОСТ 2408.4, азот — по ГОСТ 28743.

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 ИСО 18283—2011 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

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

ГОСТ Р 53355—2009 (ИСО 17247:2005) Топливо твердое минеральное. Элементный анализ

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

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

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

ГОСТ 11022—95 (ИСО 1171—97) Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности

ГОСТ 11303—75 Торф. Метод приготовления аналитических проб

ГОСТ 11305—83 Торф. Методы определения влаги

ГОСТ 11306—83 Торф и продукты его переработки. Методы определения зольности

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 17070—87 Угли. Термины и определения

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

Издание официальное

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины и определения по ГОСТ 17070.

4 Сущность метода

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

5 Реактивы

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

5.1 Газ-носитель

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

5.2 Кислород

Технические характеристики приведены в инструкции по эксплуатации прибора.

5.3 Дополнительные реактивы

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

5.4 Вещества для градуировки

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

Таблица 1 — Примеры веществ, применяемых для градуировки, и рассчитанные в них массовые доли С, Н и N

Наименование	Формула	Массовая доля, %		
		углерод	водород	азот
ЭДТА (этилендиаминтетрауксусная кислота)	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41,1	5,5	9,6
Фенилаланин	$C_9H_{11}NO_2$	65,4	6,7	8,5
Ацетанилид	C_8H_9NO	71,1	6,7	10,4
ББОТ 2,5-би(5′-три-бутил-2-бензоксазолил) тиофен	$C_{26}H_{26}N_2O_2S$	72,5	6,1	6,5

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

5.5 Стандартные образцы

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

ГСО применяют в качестве контрольных образцов для проверки состояния и градуировки прибора, а также для проверки правильности результатов определения азота.

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

6 Аппаратура

6.1 Анализатор

Для определения углерода, водорода и азота инструментальным методом используют CHN-анализаторы, выпускаемые промышленностью, включающие печь, систему подачи и регулирования газового потока и детектор. Прибор допускает анализ навесок веществ от 6 мг и выше.

Тип прибора должен быть сертифицирован, зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений и допущен к применению в Российской Федерации.

6.2 Весы

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

7 Подготовка пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу, приготовленную в соответствии с ГОСТ Р ИСО 18383, ГОСТ 10742, ГОСТ 23083 или ГОСТ 11303.

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.

В подготовленной к испытанию пробе и в стандартных образцах (5.5) определяют массовую долю влаги по ГОСТ Р 52917, ГОСТ 11305 или ГОСТ 27589 и зольность по ГОСТ 11022 или ГОСТ 11306.

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

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка прибора к работе

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

8.2 Холостые анализы

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

8.3 Проверка настройки и стабильности работы прибора

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

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

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

8.4 Градуировка

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

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

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

8.5 Проверка градуировки

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

Если результаты проверки градуировки не удовлетворяют требованиям, приведенным в таблице 2, проводят повторную проверку. Если результаты повторной проверки также не согласуются со стехиометрическими или указанными в сертификате значениями, проводят повторную градуировку прибора.

В разделе А.3 приведен пример проверки градуировки.

Таблица 2 — Предельные допускаемые отклонения результатов при проверке градуировки

Элемент	Предельное допускаемое отклонение, % относительных
Углерод	1,20
Водород	2,10
Азот	1,80

8.6 Испытание проб

В соответствии с разделом 7 одновременно с проведением определения C, H и N в анализируемых пробах определяют массовую долю влаги.

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

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

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

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

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

9 Обработка результатов

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

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

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

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

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

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

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

10 Прецизионность

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

10.1 Повторяемость

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

10.2 Воспроизводимость

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

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

Элемент	Предел повторяемости, % абсолютных	Предел воспроизводимости, % абсолютных
Углерод	0,3	1,0
Водород	0,06	0,25
Азот	0,03	0,15

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) идентификацию анализируемой пробы;

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

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

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

д) дату испытания.

Приложение А
(информационное)

Рекомендации по проведению градуировки

А.1 Количество точек для градуировки

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

Таблица А.1 — Рекомендуемое количество градуировочных точек

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

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

А.2 Рекомендуемые массы вещества для градуировки при определении углерода

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

Таблица А.2 — Масса вещества для градуировки

Вещество для градуировки	Массовая доля углерода в анализируемом угле											
	35 %	40 %	45 %	50 %	55 %	60 %	65 %	70 %	75 %	80 %	85 %	90 %
	Масса градуировочного вещества, соответствующая по содержанию углерода 100 мг анализируемого угля, мг											
ЭДТА	85	97	110	122	134	146	158	170	183	195	207	219
Фенилаланин	53	61	69	76	84	92	99	107	115	122	130	138
Ацетанилид	49	56	63	70	77	84	91	98	106	113	120	127
ББОТ	48	55	62	69	76	83	90	97	104	111	118	125

Количество вещества для градуировки вычисляют, умножая величину, приведенную в таблице А.2, на градуировочный фактор, равный величине навески анализируемой пробы в миллиграммах, деленной на 100 мг.

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

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

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

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

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

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

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

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

А.3 Проверка градуировки

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

В таблице А.5 приведены максимально допускаемые расхождения между содержанием углерода, водорода и азота в чистом веществе (5.4), полученным экспериментально и указанным в сертификате данного вещества.

Таблица А.5 — Допускаемые расхождения результатов при проверке градуировки

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Примечание — Величина максимально допускаемого расхождения 0,11 % получена из величины предела воспроизводимости для азота, приведенной в таблице 3, в соответствии с требованиями 4.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

Примечание — Величины максимально допускаемых расхождений для углерода и водорода получены из величин пределов воспроизводимости, приведенных в таблице 3, в соответствии с требованиями 4.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

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 ИСО 5725-6—2002	IDT	ИСО 5725-6:2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»
ГОСТ Р ИСО 18283—2006	IDT	ИСО 18283:2006 «Каменный уголь и кокс. Ручной отбор проб»
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 Р 53355—2009	MOD	ИСО 17247:2005 «Уголь. Элементный анализ»
ГОСТ 2408.1—95	MOD	ИСО 625:1996 «Твердые минеральные топлива. Определение углерода и водорода. Метод Либиха»
ГОСТ 2408.4—98	MOD	ИСО 609:1996 «Твердые минеральные топлива. Определение углерода и водорода. Метод сжигания при высокой температуре»
ГОСТ 10742—71	NEQ NEQ NEQ	ИСО 5069-2:1983 «Угли бурые и лигниты. Принципы отбора проб. Часть 2. Приготовление пробы для определения содержания влаги и для общего анализа» ИСО 13909-4:2001 «Каменный уголь и кокс. Механический отбор проб. Часть 4. Уголь. Приготовление проб для испытаний» ИСО 13909-6:2001 «Каменный уголь и кокс. Механический отбор проб. Часть 6. Кокс. Приготовление проб для испытаний»
ГОСТ 11022—95	MOD	ИСО 1171:1997 «Твердые минеральные топлива. Определение зольности»
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»
ГОСТ 28743—93	MOD	ИСО 333:1996 «Уголь. Определение азота. Полумикрометод Кьельдаля»

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

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 А19

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

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 30.08.2011. Подписано в печать 18.10.2011. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 131 экз. Зак. 967.

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