ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53356— 2009 (ИСО 19579:2006)

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИК-СПЕКТРОМЕТРИИ

ISO 19579:2006
Solid mineral fuels — Determination of sulfur by IR spectrometry (MOD)

Издание официальное

БЗ 1—2009/605

Москва
Стандартинформ
2009

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 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 26 июня 2009 г. № 226-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 19579:2006 «Топливо твердое минеральное. Определение серы с использованием ИК-спектрометрии» (ISO 19579:2006 «Solid mineral fuels — Determination of sulfur by IR spectrometry»). При этом дополнительные слова (фразы, показатели, их значения), включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и/или особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

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, 2009

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИК-СПЕКТРОМЕТРИИ

Solid mineral fuels.
Determination of sulfur by IR spectrometry

Дата введения — 2010—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные и бурые угли, лигниты, *антрациты, кокс (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает альтернативный метод определения общей серы путем высокотемпературного сжигания и инфракрасной (ИК) абсорбции. Для определения общей серы этим методом используют анализаторы, выпускаемые промышленностью.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 52917—2008 Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе *(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, MOD)*

ГОСТ 2059—95 Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре (ИСО 351—96, MOD)

ГОСТ 8606—93 Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка *(ИСО 334—92, MOD)*

ГОСТ 27313—95 (ИСО 1170—77) Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива

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

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 пробы угля 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 диоксид серы измеряется с помощью инфракрасного детектора, соединенного с микропроцессором.

Издание официальное

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

4 Аппаратура

4.1 Анализаторы, состоят 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 трубки, наполненной безводным перхлоратом магния;

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

4.2 Весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания 0,001 г.

5 Реактивы

5.1 Перхлорат магния безводный гранулированный.

5.2 Кислород сжатый, в баллоне, содержание кислорода — 99,5 % об.

5.3 Стеклянная вата.

5.4 Стандартные образцы углей и коксов.

Сертифицированные стандартные образцы (CRM) представляют собой пробы углей и коксов с известным содержанием общей серы, установленным по ГОСТ 8606 или ГОСТ 2059. Стандартные образцы должны иметь сертификаты международно признанной организации по сертификации.

Примечание 1 — Для калибровки 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 калибровки прибора используют пробы углей или коксов с известным содержанием общей серы, но не стандартные образцы, калибровку обязательно проверяют. Для этого после калибровки проводят анализ подходящего стандартного образца. Если результат не совпадает с содержанием общей серы, указанным в сертификате, прибор снова калибруют.

Примечание 2 — Стандартные образцы и пробы, используемые для калибровки, могут содержать влагу, поэтому в сертификате указывают содержание общей серы в расчете на сухое состояние топлива. В этих образцах необходимо определять содержание влаги по ГОСТ Р 52917 или ГОСТ 27589. Полученное содержание влаги используют для пересчета содержания 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 — содержание общей серы в расчете на аналитическое состояние топлива, % масс.;

S_t^d — содержание общей серы в расчете на сухое состояние топлива, % масс.;

W^a — содержание аналитической влаги в стандартном образце, % масс.

6 Подготовка пробы

Определение содержания общей серы в угле или коксе проводят из аналитической пробы топлива, 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.

После взвешивания навески (раздел 7) в пробе определяют содержание влаги по ГОСТ Р 52917 или ГОСТ 27589.

7 Проведение испытания

Подготавливают прибор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

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

Прибор калибруют с помощью стандартного образца угля или кокса. Если необходима калибровка в нескольких точках диапазона измерений, то используют несколько стандартных образцов с разным содержанием общей серы. Калибровка должна охватывать область концентрации серы ниже и выше определяемого значения содержания серы в пробе.

Процедура калибровки изложена в инструкции по эксплуатации прибора.

Навеску стандартного образца угля или кокса от 0,2 до 0,5 г взвешивают с пределом допускаемой погрешности 0,001 г 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, и помещение лодочки в печь и ее извлечение осуществляется автоматически.

Определение содержания общей серы в стандартном образце угля или кокса проводят не менее двух раз. Калибровка прибора автоматизирована.

Для проверки правильности калибровки прибора определяют содержание общей серы в том же стандартном образце, с помощью которого калибровали анализатор, и в стандартном образце с более низким содержанием общей серы, как-будто это пробы с неизвестным содержанием общей серы. Если окажется, что полученные результаты отличаются от значений, указанных в сертификатах этих стандартных образцов, на величину, большую чем сходимость данного метода (раздел 10.1), калибровку повторяют.

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

8 Проверка калибровки

Проверку калибровки проводят периодически (рекомендуется делать это через каждые пять определений). При этом анализируют образец угля или кокса 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 сходимость метода, то полученные до проверки результаты бракуют, а прибор заново калибруют (раздел 7). Анализ проб повторяют.

9 Обработка результатов

Содержание общей серы в аналитической пробе рассчитывают микропроцессором прибора, при этом результаты выражены в процентах по массе. Окончательный результат, представляющий собой среднеарифметическое значение двух параллельных определений, рассчитывают с точностью до 0,001 % масс. и округляют до 0,01 %.

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

10 Точность

10.1 Сходимость *r*

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

$$r = 0{,}02 + 0{,}03\,\bar{x}, \qquad (2)$$

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

$$R = 0{,}02 + 0{,}09\,\bar{x}, \qquad (3)$$

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 и указание, к какому состоянию топлива они относятся;

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

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 А19

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 30.07.2009. Подписано в печать 07.08.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 161 экз. Зак. 489.

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