
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

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-спектроскопии» (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

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)

П р и м е ч а н и е — При использовании 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 использовании 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.

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 Стекловолоконная 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

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

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

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

W^s — 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 сходимост 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

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

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

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

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-спектметрия, калибровка прибора

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

Сдано в набор 30.07.2009. Подписано в печать 07.08.2009. Формат 60 × 84 $\frac{1}{4}$. 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.