

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54240—  
2010  
(ИСО 1952:2008)

---

Топливо твердое минеральное  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ,  
ЭКСТРАГИРУЕМЫХ РАЗБАВЛЕННОЙ  
СОЛЯНОЙ КИСЛОТОЙ**

ISO 1952:2008  
Solid mineral fuels —  
Determination of extractable metals in dilute  
hydrochloric acid  
(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011

## 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 23 декабря 2010 г. № 1039-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 1952:2008 «Твердые минеральные топлива — Определение металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой» (ISO 1952:2008 «Solid mineral fuels — Determination of extractable metals in dilute hydrochloric acid») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте 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*

© Стандартиформ. 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 Сущность метода . . . . .	2
4 Реактивы и материалы . . . . .	2
5 Аппаратура . . . . .	3
6 Подготовка к испытаниям . . . . .	4
7 Приготовление пробы . . . . .	5
8 Проведение испытания . . . . .	5
9 Обработка результатов . . . . .	6
10 Прецизионность . . . . .	6
11 Протокол испытаний . . . . .	7

## Введение

Натрий, калий, кальций, железо и магний обычно содержатся в твердом минеральном топливе. Эти элементы могут создавать существенные проблемы при промышленном сжигании твердых топлив, т. к. они загрязняют поверхности котлов и создают сложности при удалении зольных отложений.

При изучении форм нахождения Na, K, Ca, Mg и Fe в углях было обнаружено, что часть этих металлов входит в состав алюмосиликатов, а другая — в состав хлоридов, карбонатов, гуматов и др. Первая часть не экстрагируется разбавленными растворами соляной кислоты, а вторая переходит в экстракт при кипячении, причем экстракция сопровождается реакциями обмена. Это свойство легло в основу метода, регламентированного в настоящем стандарте.

Исследования показали, что количество металлов, экстрагируемых разбавленной соляной кислотой, оказывает значительно большее влияние на шлаковую способность твердых минеральных топлив, чем общее количество металлов.

В настоящий стандарт включены дополнительные по отношению к международному стандарту ИСО 1952 требования, отражающие потребности национальной экономики государства, а именно:

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- подготовка к испытанию выделена в отдельный раздел;
- упрощен способ приготовления раствора соляной кислоты для экстракции.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое минеральное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ, ЭКСТРАГИРУЕМЫХ  
РАЗБАВЛЕННОЙ СОЛЯНОЙ КИСЛОТОЙ

Solid mineral fuels. Determination of extractable metals in dilute hydrochloric acid

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на *каменные и бурые угли, лигниты, антрациты, горючие сланцы, торф (далее — твердое минеральное топливо)* и устанавливает метод экстракции твердых минеральных топлив разбавленной соляной кислотой и определения в экстракте натрия, калия, кальция, железа и магния.

## 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 (ИСО 5725-6:1994, IDT)

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

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

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

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (ИСО 1042:1983, ИСО 4788:1980, MOD)

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. 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 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

*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 экстракции пробы твердого топлива кипящим разбавленным раствором соляной кислоты. Предварительно пробу обрабатывают спиртом для улучшения смачивания.

Часть металлов, таких как натрий, калий, кальций, магний и железо, находящихся в топливе, переходит в солянокислый экстракт. Экстракт отделяют от остатка пробы фильтрованием или центрифугированием.

Содержание натрия, калия, кальция, магния и железа в экстракте определяют методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием калибровочного графика.

Допускается анализировать экстракт другими инструментальными физико-химическими методами, пригодными для количественного определения этих элементов в пределах испытываемых концентраций, точность которых отвечает требованиям настоящего стандарта, например методом оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) или пламенно-фотометрическим методом.

#### Примечания

1 Содержание каждого элемента в экстракте определяют по отдельности. Поэтому в зависимости от целей испытания и применяемого прибора количество определяемых металлов можно изменять от одного до пяти.

2 В настоящем стандарте приведена методика определения металлов в экстрактах с помощью атомно-абсорбционного спектрометра (ААС).

### 4 Реактивы и материалы

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 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

4.3 Кислота соляная (HCl), концентрированная, плотностью  $\rho_{20} = 1,19$  г/см<sup>3</sup>, по ГОСТ 3118.

4.4 Кислота соляная, раствор 1:10. Раствор готовят, смешивая один объем концентрированной соляной кислоты (4.3) с 10 объемами воды (4.1).

4.5 Кислота азотная (HNO<sub>3</sub>), концентрированная, плотностью  $\rho_{20} = 1,42$  г/см<sup>3</sup>, по ГОСТ 4461.

4.6 Оксид лантана (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

4.7 Раствор лантана.

23,4 г La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> растворяют в 350 см<sup>3</sup> воды (4.1). Медленно добавляют 50 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (4.5). Тщательно перемешивают, переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

**ОСТОРОЖНО!** При добавлении концентрированной азотной кислоты к воде выделяется значительное количество тепла, поэтому смешивание может протекать бурно.

*Примечание* — Раствор лантана используют для подавления ионизации при определении кальция. Для этой цели можно использовать альтернативные растворы, например раствор цезия.

4.8 Перхлорат магния, Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, ангидрон, безводный, размеры частиц от 0,7 до 2,0 мм, используют как осушитель.

**ОСТОРОЖНО!** Регенерация перхлората магния путем высушивания в сушильном шкафу недопустима из-за возможности взрыва. Перхлорат магния является сильным окислителем, и его необходимо

хранить вдали от органических материалов, таких как масла, смазочные материалы и органические растворители.

4.9 Фильтры бумажные, плотные.

4.10 Основные растворы металлов.

4.10.1 Натрий хлористый (NaCl) по ГОСТ 4233.

4.10.2 Раствор натрия 1 мг/см<sup>3</sup>.

2,542 г хлористого натрия (4.10.1), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды (4.1). Раствор переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки.

4.10.3 Калий хлористый (KCl) по ГОСТ 4234.

4.10.4 Раствор калия 1 мг/см<sup>3</sup>.

1,907 г хлористого калия (4.10.3), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды (4.1). Раствор переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки.

4.10.5 Кальций углекислый (CaCO<sub>3</sub>) по ГОСТ 4530.

4.10.6 Раствор кальция 1 мг/см<sup>3</sup>.

2,497 г углекислого кальция (4.10.5), предварительно высушенного при 110 °С в течение 1 ч, растворяют в растворе, содержащем 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (4.3) и 20 см<sup>3</sup> воды (4.1). Раствор доводят до слабого кипения для удаления CO<sub>2</sub>, затем охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки.

4.10.7 Магния оксид (MgO) по ГОСТ 4526.

4.10.8 Раствор магния 1 мг/см<sup>3</sup>.

1,658 г оксида магния (4.10.7), предварительно прокаленного при 1000 °С в течение 1 ч, помещают в раствор, содержащий 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (4.3) и 200 см<sup>3</sup> воды (4.1), тщательно перемешивают, нагревают до растворения оксида магния, охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

4.10.9 Железо, минимальная степень чистоты 99,8 % Fe.

4.10.10 Раствор железа, 1 мг/см<sup>3</sup>.

1,000 г чистого железа (4.10.9) помещают в раствор, содержащий 20 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (4.3) и 20 см<sup>3</sup> воды (4.1), и тщательно перемешивают. Нагревают до кипения и осторожно кипятят до растворения железа. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

4.11 Вместо основных растворов, приготовленных в лаборатории, можно использовать государственные стандартные образцы (ГСО) растворов металлов с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> (1 г/дм<sup>3</sup>).

## 5 Аппаратура

5.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

5.2 Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 2000 мин<sup>-1</sup>. Пробирки цилиндрические вместимостью до 250 см<sup>3</sup> для центрифуги.

5.3 Эксикатор с осушителем (4.8).

5.4 Электроплитка.

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

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

Перед использованием тару заполняют раствором азотной кислоты (4.5), разбавленной в соотношении 1:9, и оставляют не менее чем на 48 ч. Затем тару тщательно промывают водой (4.1).

5.7 Атомно-абсорбционный спектрометр для определения концентрации металлов в экстрактах.

Прибор должен обеспечивать требуемую прецизионность измерения концентраций Na, K, Ca, Mg и Fe в экстрактах (раздел 10). Тип прибора должен быть сертифицирован, зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений и допущен к применению в Российской Федерации.

**Примечание** — Допускается применять оптический эмиссионный спектрометр или пламенный фотометр.

## 6 Подготовка к испытаниям

### 6.1 Приготовление градуировочных растворов

Компоненты градуировочных растворов приведены в таблице 1. Основные компоненты (матричный состав) градуировочных и анализируемых растворов должны быть аналогичны, т. е. градуировочные растворы содержат те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемые растворы (8.2).

Приготовление градуировочного раствора А. В мерную колбу емкостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 40 см<sup>3</sup> раствора лантана (4.7) и 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (4.4). Добавляют 1 см<sup>3</sup> основного раствора с концентрацией анализируемого элемента 1 мг/см<sup>3</sup> (4.10), перемешивают содержимое колбы и разбавляют водой до метки.

Градуировочные растворы В, С, D и Е готовят так же, как градуировочный раствор А, добавляя объемы основного раствора металла, указанные в таблице 1.

Холостой раствор для градуировки готовят так же, как остальные градуировочные растворы, но не добавляя основной раствор металла.

Для увеличения количества точек на градуировочной кривой могут быть приготовлены дополнительные градуировочные растворы с другими концентрациями. Это может понадобиться в связи с широким диапазоном концентраций определяемых элементов, а также из-за колебаний в показаниях спектрометра.

Т а б л и ц а 1 — Объемы реагентов для приготовления градуировочных растворов

Градуировочный раствор	Концентрация элемента в градуировочном растворе, мг/дм <sup>3</sup>	Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора оксида лантана, см <sup>3</sup>	Объем раствора соляной кислоты, см <sup>3</sup>
А	1	1	40	200
В	2	2	40	200
С	3	3	40	200
D	4	4	40	200
Е	5	5	40	200
Холостой	0	0	40	200

Градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых сосудах с герметично закрывающимися крышками. Срок хранения растворов — не более 3 мес.

П р и м е ч а н и е — Градуировочные растворы с теми же концентрациями элементов целесообразно готовить в мерных колбах вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup>, уменьшив, соответственно, объемы реагентов.

### 6.2 Атомно-абсорбционный спектрометр

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. В таблице 2 приведены рекомендуемые для проведения анализа газовые смеси и длины волн аналитических линий спектра.

Т а б л и ц а 2 — Рекомендуемые газовые смеси и длины волн для определения элементов

Элемент	Длина волны, нм	Газ-окислитель — горючий газ
К	766,5	Воздух — C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Na	589,6	Воздух — C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Mg	285,2	Воздух — C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Ca	422,7	Воздух — C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Fe	372,2; 248,3	Воздух — C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>

### 6.3 Построение градуировочных графиков

Устанавливают нулевое значение аналитического сигнала ААС в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, используя холостой раствор для градуировки (таблица 1).

Градуировочные растворы металлов вводят в атолизатор прибора и записывают значения аналитического сигнала. Каждое измерение проводят по три раза и вычисляют среднеарифметическое значение. В процессе измерений при переходе от растворов одного элемента к растворам другого элемента систему подачи раствора в атолизатор (распылитель-горелка) промывают, пропуская через нее воду (4.1) до тех пор, пока показания монитора не приблизятся к нулевому значению. На основании полученных результатов измерений строят градуировочный график для каждого элемента в координатах: концентрация определяемого элемента в мг/дм<sup>3</sup> (ось абсцисс) — величина аналитического сигнала (ось ординат).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

## 7 Приготовление пробы

Проба представляет собой аналитическую пробу, приготовленную в соответствии с ГОСТ 10742 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 атмосферы лаборатории.

Перед взятием навески пробу тщательно перемешивают не менее 1 мин, предпочтительно механическим способом.

Одновременно со взятием навески для испытания отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ Р 52917 или ГОСТ 11305.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Взятие навески для испытания

Навеску топлива массой  $(1,5 \pm 0,05)$  г взвешивают с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  мг и помещают в стеклянный стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

### 8.2 Приготовление раствора для испытания

В стеклянный стакан с пробой добавляют 4 см<sup>3</sup> этанола. Стеклянной палочкой перемешивают пробу со спиртом до полного смачивания пробы и образования пасты. Не удаляя из стакана палочки, добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (4.4).

Нагревают раствор на электроплитке до температуры чуть ниже температуры кипения, и выдерживают при этой температуре 15 мин. Затем накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают его при температуре, близкой к температуре кипения, еще 45 мин. Уровень раствора в стакане поддерживают добавлением воды (4.1). Затем содержимое стакана охлаждают, не перемешивая.

**Примечание** — Такая процедура обеспечивает полное удаление этанола.

Экстракт отделяют от остатка фильтрованием (а) или центрифугированием (б):

а) Содержимое стакана фильтруют через плотный фильтр (4.9) методом декантации в мерную колбу емкостью 250 см<sup>3</sup>. Обмывают стенки стакана и стеклянную палочку теплым раствором соляной кислоты (4.4) и количественно переносят остаток на фильтр. Остаток на фильтре трижды промывают теплым раствором соляной кислоты (4.4) порциями по 20 см<sup>3</sup>.

б) Содержимое стакана количественно переносят в пробирки центрифуги (5.2) и центрифугируют в течение 5 мин. Раствор над осадком сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. К осадку в пробирках приливают теплый раствор соляной кислоты (4.4), перемешивают и вновь центрифугируют и переносят экстракт в ту же мерную колбу. Остаток из пробирок переносят на фильтр и промывают 2—3 раза теплым раствором соляной кислоты (4.4) порциями по 20 см<sup>3</sup>.

Колбу с экстрактом охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лантана (4.7) и разбавляют водой (4.1) до метки. Раствор тщательно перемешивают.

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

### 8.3 Анализ раствора для испытания

Раствор для испытания, приготовленный по 8.2, вводят в атомизатор прибора и записывают значение аналитического сигнала. Измерение проводят три раза, за результат измерения принимают среднее арифметическое значение.

Одновременно измеряют интенсивность аналитического сигнала раствора холостого опыта.

По градуировочному графику определяют концентрацию анализируемого раствора  $c_x$ , мг/дм<sup>3</sup>.

Если величина абсорбции анализируемого раствора превышает абсорбцию наиболее концентрированного градуировочного раствора, анализируемый раствор разбавляют так, чтобы величина аналитического сигнала разбавленного раствора попала приблизительно в середину градуировочной кривой. Кратность разбавления  $F$  записывают. Измеряют величину аналитического сигнала разбавленного анализируемого раствора и по градуировочному графику определяют его концентрацию  $c_x$ , мг/дм<sup>3</sup>.

## 9 Обработка результатов

Массовую долю элемента  $X$  в сухом топливе,  $X^d$ , выраженную в процентах, рассчитывают, исходя из концентрации элемента в анализируемом растворе, по формуле

$$X^d = \frac{2,5c_x F}{m(100 - W^a)}, \quad (1)$$

где  $c_x$  — концентрация элемента  $X$  в анализируемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$F$  — кратность разбавления анализируемого раствора;

$m$  — масса навески пробы, взятой для анализа, г;

$W^a$  — массовая доля аналитической влаги в пробе, %.

## 10 Прецизионность

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

### 10.1 Повторяемость

Величина повторяемости относится к результатам двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени, но не одновременно, в одной лаборатории, одним и тем же исполнителем, с использованием одной и той же аппаратуры.

Повторяемость определяют по результатам анализа двух анализируемых растворов, приготовленных из двух представительных навесок одной и той же аналитической пробы. Результаты рассчитывают на сухое состояние топлива, как указано в разделе 9. Расхождение между результатами не должно быть более, чем величина повторяемости, указанная в таблице 3.

Если расхождение между результатами, рассчитанными на сухое состояние топлива, больше, чем величина повторяемости, указанная в таблице 3, один или оба результата признают недостоверными и далее поступают в соответствии с подразделом 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

### 10.2 Воспроизводимость

Величина воспроизводимости относится к результатам, полученным в разных лабораториях, разными исполнителями, с использованием разной аппаратуры.

Воспроизводимость определяют по результатам анализа растворов, приготовленных из навесок, отобранных от дубликатов одной и той же аналитической пробы, на которые она была разделена после последнего сокращения. Результаты рассчитывают на сухое состояние топлива, как указано в разделе 9. Расхождение между результатами не должно быть более, чем величина воспроизводимости, указанная в таблице 3.

Если расхождение между результатами, рассчитанными на сухое состояние топлива, больше, чем величина воспроизводимости, указанная в таблице 3, один или оба результата признают недостоверными и далее поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Т а б л и ц а 3 — Прецизионность метода

Массовая доля элемента, %	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
$\leq 0,5$	0,025 % абсолютных	0,05 % абсолютных
$> 0,5$	5 % от среднего значения	10 % от среднего значения

## 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) идентификацию пробы;
- в) результаты испытания, методы их расчета и сведения о том, к какому состоянию топлива они относятся;
- г) дату испытания;
- д) содержание влаги в аналитической пробе, если результаты представлены на аналитическое состояние топлива;
- е) параметры спектрометра, атомизатора и тип спектральной лампы, использованных при испытании.

Ключевые слова: топливо твердое минеральное, экстракция металлов соляной кислотой, натрий, калий, кальций, магний, железо, калибровочные растворы, стандартные образцы

Редактор *Н.О. Грач*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.В. Бучная*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 30.08.2011. Подписано в печать 13.09.2011. Формат 60х84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 0,98. Тираж 131 экз. Зак. 846.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЗВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник»,  
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.