
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ
32981—
2014
(ISO 15238:2003)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общего кадмия

(ISO 15238:2003, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 апреля 2015 г. № 274-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32981—2014 (ISO 15238:2003) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 15238:2003 Solid mineral fuels — Determination of total cadmium content of coal (Твердые минеральные топлива. Определение общего кадмия в угле). При этом дополнительные положения, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей межгосударственной стандартизации, выделены курсивом.

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2015

В Российской Федерации 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

Введение

Массовая доля кадмия в твердых горючих ископаемых колеблется в среднем от 0,01 % до 0,0001 % (от 100 до 1 г/т). В соответствии с таким уровнем средних содержаний кадмий относят к малым или микроэлементам неорганических компонентов твердых топлив. Высоких содержаний кадмия в твердых топливах не обнаружено.

Кадмий является летучим элементом, и при обычном режиме озоления топлив [температура озоления — $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$] возможны потери кадмия. Образование газообразных соединений кадмия происходит при температурах выше 500°C , поэтому рекомендуемая температура озоления при определении кадмия составляет $(450 \pm 10)^\circ\text{C}$.

При точном соблюдении методики разложения зол, регламентированной в настоящем стандарте, достигается количественное извлечение кадмия из зол топлив.

Кадмий определяют в полученном растворе методом непламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи (AAC ГП).

Чувствительность метода количественного определения кадмия с помощью атомно-абсорбционного спектрометра составляет $10^{-3}\text{ \%}-10^{-4}\text{ \%}$, а относительная погрешность метода в целом — $10\text{ \%}-15\text{ \%}$.

При сжигании и термическом разложении топлив в промышленных условиях происходит образование газообразных соединений кадмия, поэтому этот элемент относится к потенциально опасным для окружающей среды. Кадмий является элементом — аналогом цинка, но в отличие от цинка кадмий более летуч и еще более токсичен, чем цинк.

Настоящий стандарт имеет следующие отличия от примененного в нем международного стандарта:

- в области распространения конкретизированы виды твердого минерального топлива;
- подготовка к испытаниям выделена в отдельный раздел.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в приложении ДА.

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ МИНЕРАЛЬНОЕ

Определение содержания общего кадмия

Solid mineral fuel. Determination of total cadmium content

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые, каменные угли, лигниты, антрациты, горючие сланцы, продукты обогащения, топливные брикеты и кокс (далее — твердое минеральное топливо) и устанавливает метод определения содержания общего кадмия путем кислотного разложения золы топлива и непламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией кадмия в графитовой печи (AAC ГП).

П р и м е ч а н и е — Метод неприменим к самовоспламеняющимся углям.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 687—2012 Топливо твердое минеральное. Кокс. Определение содержания влаги в аналитической пробе для общего анализа¹

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилинды, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ ISO 5068-2—2012 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный гравиметрический метод определения влаги в аналитической пробе²

ГОСТ ISO 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике³

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия⁴

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

¹) На территории Российской Федерации действует ГОСТ 27589—91 (ИСО 687—74) «Кокс. Метод определения влаги в аналитической пробе».

²) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

³) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

⁴) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

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

ГОСТ ISO 11722—2012 Топливо твердое минеральное. Уголь каменный. Определение влаги в аналитической пробе для общего анализа высушиванием в токе азота¹⁾

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 22860—93 Кадмий высокой чистоты. Технические условия

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

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

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

П р и м е ч а н и е — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты за текущий год». 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 озолении пробы твердого топлива при температуре $(450 \pm 10)^\circ\text{C}$, разложении золы смесью концентрированных соляной, азотной и фтористоводородной кислот при нагревании на кипящей водяной бане в присутствии борной кислоты. Содержание кадмия в анализируемом растворе количественно определяют методом ААС ГП, используя аналитическую линию кадмия — 228,5 нм, по градуировочному графику.

4 Реактивы

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

4.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709²⁾.

4.2 Кислота соляная (HCl) концентрированная плотностью $\rho_{20} = 1,19 \text{ г/см}^3$ по ГОСТ 3118.

4.3 Кислота азотная (HNO₃) концентрированная плотностью $\rho_{20} = 1,42 \text{ г/см}^3$ по ГОСТ 4461.

4.4 Кислота азотная, раствор с объемной долей 1 %.

4.5 Царская водка (aqua regia), раствор: смешивают по объему одну часть азотной кислоты (4.3) с тремя частями соляной кислоты (4.2) и добавляют одну часть воды (4.1). Раствор хранению не подлежит.

4.6 Кислота фтористоводородная (HF) концентрированная плотностью $\rho_{20} = 1,15 \text{ г/см}^3$ по ГОСТ 10484.

П р и м е ч а н и е — Фтористоводородная кислота ядовита, разрушает стекло. При работе с фтористоводородной кислотой следует соблюдать осторожность.

4.7 Кислота борная (H₃BO₃) по ГОСТ 9656.

4.8 Кислота борная, насыщенный раствор: растворяют 60 г борной кислоты (4.7) в 1 дм³ горячей воды (4.1), охлаждают и дают отстояться в течение трех суток. Чистый раствор отделяют от осадка декантацией.

4.9 Кадмий высокой чистоты по ГОСТ 22860, степень чистоты кадмия выше 99,99 %.

¹⁾ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52917—2008 (ИСО 11722:1999, ИСО 5068-2:2007) «Топливо твердое минеральное. Методы определения влаги в аналитической пробе».

²⁾ Рекомендуется использовать воду 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501. Дистиллированную воду 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.

4.10 Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора катиона кадмия с массовой концентрацией кадмия 1 г/дм³. Предназначен для градуировки средств измерений, в том числе атомно-абсорбционных спектрометров.

5 Аппаратура

5.1 Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг.

5.2 Тигли из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или из платины по ГОСТ 6563 для озления топлива, вместимостью приблизительно 50 см³.

5.3 Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим постоянную температуру $(450 \pm 10)^\circ\text{C}$.

5.4 Водяная баня.

5.5 Калиброванная мерная стеклянная посуда: пипетки, бюретки, мерные колбы, стаканы и др. по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.

5.6 Пластиковые банки, изготовленные из полиэтилена высокой прочности (HDPE) или фторированного этиленпропилена (FEP), вместимостью 125 см³, с завинчивающимися крышками, способные выдерживать температуру 130 °C, будучи герметично закрытыми и содержащими жидкость.

5.7 Мерные колбы, изготовленные из полиэтилена высокой прочности (HDPE) или фторированного этиленпропилена (FEP), вместимостью 100 см³.

5.8 Полимерная тара, изготовленная из полиэтилена высокого давления или полипропилена, герметично закрывающаяся завинчивающимися крышками, для хранения воды и растворов.

Перед использованием тару заполняют раствором азотной кислоты (4.4) и оставляют не менее чем на 48 ч. Затем сосуды тщательно промывают водой (4.1).

5.9 Атомно-абсорбционный спектрометр с атомизацией в графитовой печи, допускающий коррекцию фона. Прибор должен обеспечивать точность измерения концентрации кадмия в растворах, соответствующую требованиям настоящего стандарта.

Тип прибора должен быть сертифицирован и зарегистрирован в Государственных реестрах средств измерений Российской Федерации и стран СНГ, а также допущен к применению в этих государствах.

6 Подготовка к испытаниям

6.1 Приготовление градуировочных растворов кадмия

6.1.1 Основной раствор кадмия концентрацией 10 мкг/см³

Основной раствор готовят из кадмия высокой чистоты (4.9) растворением навески в азотной кислоте (4.3) или из ГСО (4.10).

Для разбавления растворов кадмия используют раствор азотной кислоты (4.4).

6.1.2 Стандартный раствор кадмия концентрацией 0,1 мкг/см³

10 см³ основного раствора кадмия (6.1.1) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и заполняют колбу раствором азотной кислоты (4.4) до метки.

6.1.3 Градуировочные растворы кадмия

Градуировочные растворы готовят из стандартного раствора кадмия (6.1.2). Основные компоненты матрицы (матричный состав) градуировочных и анализируемых растворов должны быть одинаковыми, т. е. градуировочные растворы должны содержать те же реагенты и в тех же количествах, что и анализируемые растворы (8.2).

В таблице 1 приведены компоненты градуировочных растворов, приготовленных в мерных колбах вместимостью 100 см³.

Таблица 1 — Объемы реагентов для приготовления 100 см³ градуировочных растворов

| Градуировочный раствор | Концентрация кадмия в градуировочном растворе, мкг/дм ³ | Объем реагента в мерной колбе вместимостью 100 см ³ , см ³ | | | |
|------------------------|--|--|-----------------------|-----------------------------|------------------------|
| | | Стандартный раствор кадмия | Раствор царской водки | Фтористо-водородная кислота | Раствор борной кислоты |
| A | 1,0 | 1,0 | 3 | 5 | 50 |

ГОСТ 32981—2014

Окончание таблицы 1

| Градуировочный раствор | Концентрация кадмия в градуировочном растворе, мкг/дм ³ | Объем реагента в мерной колбе вместимостью 100 см ³ , см ³ | | | |
|------------------------|--|--|-----------------------|-----------------------------|------------------------|
| | | Стандартный раствор кадмия | Раствор царской водки | Фтористо-водородная кислота | Раствор борной кислоты |
| В | 2,5 | 2,5 | 3 | 5 | 50 |
| С | 5,0 | 5,0 | 3 | 5 | 50 |
| Холостой | 0 | 0 | 3 | 5 | 50 |

Приготовление градуировочного раствора А: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 3 см³ царской водки (4.5), 5 см³ фтористоводородной кислоты (4.6), 50 см³ насыщенного раствора борной кислоты (4.8), 1 см³ стандартного раствора кадмия (6.1.1) и разбавляют водой (4.1) до метки.

Градуировочные растворы В и С готовят так же, как градуировочный раствор А, добавляя объемы стандартного раствора кадмия, указанные в таблице 1. Холостой раствор для градуировки готовят так же, как другие градуировочные растворы, но без стандартного раствора кадмия.

Для увеличения количества точек на градуировочной кривой могут быть приготовлены дополнительные градуировочные растворы кадмия другой концентрации.

Концентрации градуировочных растворов подбирают для каждого прибора.

Градуировочные растворы хранят в полимерных сосудах с герметично завинчивающимися крышками (5.8). Срок хранения растворов — не более 3 месяцев.

6.2 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к работе

Атомно-абсорбционный спектрометр (5.9) подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

6.3 Построение градуировочного графика

Устанавливают нулевое значение аналитического сигнала атомно-абсорбционного спектрометра в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, используя холостой раствор для градуировки (см. таблицу 1).

Градуировочные растворы кадмия вводят в атомизатор прибора и записывают значения аналитического сигнала. Каждое измерение проводят по три раза и вычисляют среднеарифметическое значение.

На основании полученных значений строят градуировочный график в координатах: концентрация кадмия в растворе (мкг/дм³) (ось абсцисс) — измеренное значение аналитического сигнала (ось ординат).

Градуировку прибора периодически проверяют, используя градуировочные растворы.

7 Приготовление пробы

Проба для испытания представляет собой аналитическую пробу топлива, приготовленную по ГОСТ 10742 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 атмосферы лаборатории.

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

Одновременно с взятием навески для анализа отбирают навески для определения содержания аналитической влаги по ГОСТ ISO 687, ГОСТ ISO 5068-2 или ГОСТ ISO 11722.

8 Проведение испытания

8.1 Озоление пробы твердого топлива

Масса золы топлива, которая необходима для одного определения содержания кадмия, составляет не менее 0,2 г. Исходя из этого, рассчитывают массу пробы твердого топлива, достаточную для двух-трех определений кадмия, и количество тиглей для озоления. Приготовление золы для дальнейшего определения кадмия совмещают с определением зольности.

Навески топлива взвешивают в прокаленных и взвешенных тиглях (5.2) с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг. Толщина слоя топлива в тигле не должна превышать $0,15$ г/см². Тигли с навесками помещают в холодную муфельную печь (5.3) и в течение 1 ч нагревают до (450 ± 10) °С, выдерживают при этой температуре не менее 2 ч. Окончанием озоления считается отсутствие несгоревшего топлива, что определяют визуально. Общее время озоления не должно превышать 18 ч.

Тигли охлаждают на воздухе, а затем в эксикаторе, взвешивают и рассчитывают зольность топлива при 450 °С, как среднеарифметическое значение зольностей, рассчитанных для каждого тигля (9.1). Золу объединяют, тщательно перемешивают и растирают в агатовой ступке.

8.2 Приготовление раствора для определения кадмия

Навеску золы приблизительно 0,2 г, взвешенную с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,1$ мг, помещают в пластиковую банку вместимостью 125 см³ (5.6). Добавляют 3 см³ раствора царской водки (4.5), 5 см³ фтористоводородной кислоты (4.6) и плотно закрывают банку завинчивающейся крышкой. Следует соблюдать осторожность при добавлении кислот к золе, так как при 450 °С не все карбонаты, присутствующие в топливе, полностью разлагаются.

Помещают банку на 2 ч в кипящую водяную баню. Затем банку вынимают, охлаждают до комнатной температуры и осторожно отвинчивают крышку. Приливают в банку 50 см³ насыщенного раствора борной кислоты (4.8) для образования комплексных соединений с фторидами, завинчивают крышку и снова нагревают банку в кипящей водяной бане в течение 1 ч. Вынимают банку из водяной бани и снова охлаждают до комнатной температуры. Не обращают внимания на то, что зола не всегда растворяется полностью. Содержимое банки количественно переносят в мерную пластиковую колбу (5.7) вместимостью 100 см³ и добавляют воду (4.1) до метки.

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

8.3 Определение кадмия в растворе для испытания

Раствор для определения кадмия, приготовленный по 8.2, вводят в атомизатор прибора (5.9), измеряют и записывают значение аналитического сигнала. Каждое измерение проводят по три раза и вычисляют среднеарифметическое значение аналитического сигнала. Концентрацию кадмия в анализируемом растворе (мкг/дм³) определяют по градуировочному графику (6.3).

Измерение абсорбции раствора холостого опыта проводят так же, как анализируемого раствора. Концентрацию кадмия в растворе холостого опыта (мкг/дм³) определяют по градуировочному графику.

П р и м е ч а н и я

1 Допускаются альтернативные методы растворения золы, если при этом выполняется требование количественного извлечения кадмия из золы и перевод элемента в раствор.

2 Допускается приготовление растворов (раздел 4) не объемных, а массовых концентраций после соответствующих пересчетов.

3 При определении кадмия не допускается изменять матричный состав градуировочных и анализируемых растворов (6.1.3).

4 Атомно-абсорбционные спектрометры с графитовой печью являются приборами, подходящими для определения кадмия, т. к. имеют низкую температуру атомизации.

5 Альтернативно вместо построения градуировочного графика можно пользоваться методом добавок.

9 Обработка результатов

9.1 Зольность

Зольность пробы твердого топлива A^a , %, рассчитывают по формуле

$$A^a = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_3 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса тигля, г;

m_2 — масса тигля с навеской топлива, г.

9.2 Массовая доля кадмия

Массовую долю кадмия в аналитической пробе твердого топлива Cd^a , нг/г, рассчитывают по формуле

$$Cd^a = \frac{\rho_1 - \rho_0}{m} A^a, \quad (2)$$

где ρ_1 — концентрация кадмия в анализируемом растворе, мкг/дм³;

ρ_0 — концентрация кадмия в холостом растворе, мкг/дм³;

m — масса навески золы, взятой для анализа, г;

A^a — зольность аналитической пробы твердого топлива, %.

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выраженный на аналитическое состояние топлива, округляют до 20 нг/г.

Пересчет результатов на другие состояния топлива, отличные от аналитического, проводят по ГОСТ 27313.

10 Прецизионность

Прецизионность метода характеризуется повторяемостью r и воспроизводимостью R полученных результатов.

10.1 Повторяемость r

Расхождение результатов двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени в одной лаборатории одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры на представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы твердого топлива, не должно превышать предел повторяемости r , вычисленный по формуле

$$r = 0,16\bar{x} - 1, \quad (3)$$

где \bar{x} — среднеарифметическое значение результатов определения кадмия, полученных в одной лаборатории, нг/г.

Если расхождение между результатами больше, чем предел повторяемости, поступают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6, 5.2.

10.2 Воспроизводимость R

Расхождение результатов, каждый из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на представительных порциях, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии приготовления, не должно превышать предел воспроизводимости R , вычисленный по формуле

$$R = 0,22\bar{y} + 3, \quad (4)$$

где \bar{y} — среднеарифметическое значение результатов определения кадмия, полученных в разных лабораториях, нг/г.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) идентификацию пробы;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) дату проведения испытания;
- d) результаты испытания с указанием, к какому состоянию топлива они относятся;
- e) содержание влаги в аналитической пробе топлива, если результаты представлены на аналитическое состояние топлива;
- f) параметры спектрометра и графитовой печи при испытании.

Приложение ДА
(справочное)

**Сравнение структуры международного стандарта со структурой
межгосударственного стандарта**

Таблица ДА.1

| Структура международного стандарта ISO 15238:2003 | Структура настоящего стандарта |
|---|--------------------------------|
| Раздел | Раздел |
| — | 6 |
| 6 | 7 |
| 7 | 8 |
| 8 | 9 |
| 9 | 10 |
| 10 | 11 |

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, содержание общего кадмия, метод определения, озоление, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *Л.И. Нахимова*

Технический редактор *В.Н. Прусакова*

Корректор *В.И. Варенцова*

Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.05.2015. Подписано в печать 01.06.2015. Формат 60×84^{1/8}. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 32 экз. Зак. 2045.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru