ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55130— 2012 (CEN/TS 15410:2006)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение макроэлементов

(CEN/TS 15410:2006, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, 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 15 ноября 2012 г. № 914-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому документу CEN/TS 15410:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Методы определения содержания макроэлементов (Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, Si, Ti)» [CEN/TS 15410:2006 «Solid recovered fuels — Method for determination of the content of major elements (Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, Si, Ti)», MOD] путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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 Требования техники безопасности 3
5 Сущность метода 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы 4
8 Подготовка пробы 4
9 Разложение проб 5
10 Анализ растворов, полученных в результате разложения проб 6
11 Обработка результатов 6
12 Контроль качества 7
13 Протокол испытаний 7
Приложение А (обязательное) Характеристики лабораторной пробы твердого топлива из бытовых отходов для химического анализа 7

Введение

Точное определение содержания макроэлементов в твердом топливе из бытовых отходов необходимо для решения экологических и технологических задач как на стадии производства, так и в процессе сжигания. Определение таких макроэлементов, как Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Na, Si и Ti, полезно для оценки поведения золы при сжигании твердых топлив и шлакования поверхностей нагрева.

Для разложения проб твердого топлива из бытовых отходов в целях переведения макроэлементов в раствор используют различные методы. Для количественного определения макроэлементов в растворах могут быть использованы инструментальные методы анализа, например атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой и оптическим или масс-детектором, атомно-абсорбционная спектрометрия с атомизацией в пламени или в графитовой печи, рентгено-флуоресцентная спектрометрия. Рентгено-флуоресцентный метод позволяет одновременно определять эти элементы в золах твердого топлива из бытовых отходов. Прямой анализ твердого топлива из бытовых отходов при помощи рентгено-флуоресцентного метода невозможен из-за недостаточной гомогенности проб и отсутствия подходящих стандартных образцов для градуировки прибора.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение макроэлементов

Solid recovered fuels — Determination of the content of major elements

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения таких макроэлементов, как кремний (Si), алюминий (Al), кальций (Ca), магний (Mg), железо (Fe), фосфор (P), калий (K), натрий (Na) и титан (Ti), в твердом топливе из бытовых отходов или в его золе.

В настоящем стандарте регламентированы три альтернативных метода разложения твердого топлива из бытовых отходов:

- метод А: разложение в микроволновой печи смесью фтористо-водородной, азотной и соляной кислот;
- метод Б: озоление твердого топлива из бытовых отходов с последующим разложением золы на горячей водяной бане смесью фтористо-водородной, азотной и соляной кислот;
- метод В: разложение топлива в печи смесью азотной, хлорной и фтористо-водородной кислот.

Инструментальное определение Si, Al, Ca, Mg, Fe, K, Na, P и Ti проводят методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) или другими подходящими спектрометрическими методами, например методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС).

Полноту разложения пробы проверяют качественным анализом остатка после разложения методом рентгено-флуоресцентной спектрометрии (рентгено-флуоресцентный анализ — РФА). При необходимости выбирают другой метод разложения (из вышепредложенных).

Метод РФА может быть использован для определения Si, Al, Ca, Mg, Fe, K, Na, P и Ti в золе после сжигания пробы при 550 °С. Другие элементы могут быть определены этим методом при условии, что концентрации этих элементов выше предела обнаружения, и после соответствующего предварительного испытания.

Метод А рекомендуют для разложения практически любых проб, но при высоком содержании органического вещества масса навески должна быть очень небольшой.

Метод Б рекомендуют использовать для разложения проб с высоким содержанием органического вещества, если они с трудом разлагаются другими методами.

Метод В рекомендуют для разложения таких проб твердого топлива из бытовых отходов, в которых при использовании других методов остается значительное количество нерастворимого остатка.

Все вышеперечисленные методы применимы для определения Si при условии, что растворение пробы проводят в закрытых контейнерах. Метод РФА чаще всего рекомендуют для определения Si, P и Ti.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042:1983, ИСО 4788:1980) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористо-водородная. Технические условия

ГОСТ 138678 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 23268.6 Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов натрия

ГОСТ 23268.7 Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов калия

ГОСТ 26726 Реактивы. Пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия, кальция и стронция

ГОСТ Р 51309[1)] *Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии*

ГОСТ Р 51760 Тара потребительская полимерная. Общие технические условия

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

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54224 (CEN/TS 15403:2006)[2)] *Топливо твердое из бытовых отходов. Определение зольности*

ГОСТ Р 54229 (CEN/TS 15413:2006)[3)] *Топливо твердое из бытовых отходов. Методы приготовления пробы для испытания из лабораторной пробы*

ГОСТ Р 54233 (CEN/TS 15414-3:2006)[4)] *Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая*

ГОСТ Р 54235 (CEN/TS 15357:2006)[5)] *Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определения*

ГОСТ Р 54237 (ASTM D 6349-08) Топливо твердое минеральное. Определение химического состава золы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

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 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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по *ГОСТ Р 54235*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **разложение** (digestion): Минерализация органического вещества пробы и растворение ее минеральной части, полное или частичное, в процессе химической реакции со смесью реагентов.

3.2 **микроволновое устройство** (microwave unit): Вся система для микроволновой обработки бытовых отходов (печь и относящееся к ней оборудование).

[1)] Действует ГОСТ 31870—2012.

[2)] Действует ГОСТ 33511—2015.

[3)] Действует ГОСТ 33510—2015.

[4)] Действует ГОСТ 33512.3—2015.

[5)] Действует ГОСТ 33564—2015.

4 Требования техники безопасности

Правила обращения с потенциально опасными материалами изложены в соответствующих национальных инструкциях, которым должна следовать каждая лаборатория.

В дополнение к этим правилам следует также иметь в виду:

- микроволновую печь может использовать только опытный оператор, строго следуя инструкции по эксплуатации;

- большинство реагентов, используемых в данном стандарте, являются сильно коррозионными и высокотоксичными. При работе с такими реагентами в условиях высокой температуры и высокого давления соблюдение мер безопасности является абсолютно обязательным условием;

- все процедуры должны выполняться в вытяжном шкафу или в закрытом хорошо вентилируемом оборудовании. При использовании сильных окисляющих реагентов возможно образование взрывоопасных органических полупродуктов, особенно при работе с пробами с высоким содержанием органических соединений. Не следует открывать сосуды, находящиеся под давлением, до их полного остывания. Следует избегать контакта с химическими реагентами и газообразными продуктами;

- поставляемые изготовителями рентгено-флуоресцентные спектрометры обычно имеют высокий уровень защиты. Это означает, что оператор не подвергается облучению при работе на этих приборах. Следует использовать приборы, имеющие документ об аттестации и инструкцию;

- лица, ответственные за контроль или управление оборудованием для метода РФА, должны подтвердить знание техники безопасности при работе с радиацией в соответствии с принятыми требованиями.

5 Сущность метода

Навеску твердого топлива из бытовых отходов разлагают одним из предложенных методов, используя соответствующую смесь кислот (раздел 1). Полученный раствор анализируют одним из инструментальных методов: методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС), или методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) *по ГОСТ Р 51309, или методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС) по ГОСТ 23268.6 и ГОСТ 23268.7.*

При использовании РФА пробу предварительно озоляют при температуре 550 °С, а золу растирают в шаровой мельнице до получения гомогенной массы с частицами приблизительно одинакового размера. Затем навески золы спрессовывают в таблетки или сплавляют с тетраборатом. Оба способа пригодны для дальнейшего анализа методом РФА. Для градуировки приборов используют золу углей или других материалов.

6 Аппаратура

6.1 Микроволновая печь, предназначенная для лабораторного использования, оснащенная устройством для контроля температуры.

6.2 Сушильный шкаф с электронагревом или нагревательный блок, обеспечивающие температуру (220 ± 10) °С.

6.3 Сосуды для разложения проб.

Сосуды, пригодные для использования в микроволновой печи, оснащенные предохранительным клапаном или другим техническим приспособлением, предохраняющим сосуд от повреждения при резком изменении давления. Материал сосудов должен быть инертным к кислотам, используемым для разложения. Сосуды должны выдерживать давление не менее 8 бар. Если содержание органического углерода превышает 100 мг, то сосуд должен выдерживать более высокое давление.

6.4 Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой и оптическим или квадрупольным масс-детектором (ИСП-ОЭС, ИСП-МС).

6.5 Рентгено-флуоресцентный спектрометр. Система, измеряющая энергию или длину волны излучений, пригодная для количественного/качественного анализа элементов, указанных в настоящем стандарте.

6.6 Атомно-абсорбционный спектрометр. Прибор, снабженный системой коррекции фона, с атомизацией в пламени воздушно-ацетиленовой горелки (ПААС) или в графитовой печи (ААС-ГП).

6.7 Пресс.

6.8 Весы по *ГОСТ Р 53228* с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,1 мг.

6.9 Общее лабораторное оборудование, включая:

- мерные колбы и пипетки требуемых объемов по *ГОСТ 1770*;
- *емкости требуемой формы и объема из полимерных материалов по ГОСТ Р 51760;*
- оборудование для фильтрования химически стойкое, исключающее загрязнение, или центрифуга.

Стеклянное оборудование не используют при работе со свободной фтористо-водородной кислотой.

Стеклянную посуду, используемую при разложении проб, предварительно тщательно моют 10%-ным раствором азотной кислоты.

7 Реактивы

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч. д. а. *по ГОСТ 13867*.

Другие реактивы, используемые для разложения проб и инструментального определения элементов, перечислены в нормативных документах, указанных в разделе 2 настоящего стандарта.

Примечание — Кислоты, применяемые для обработки проб и стандартных образцов, должны иметь высокую степень чистоты. Если измерения проводят методом ИСП-МС, обладающим высокой чувствительностью, рекомендуется дополнительная очистка кислот дистилляцией. Для минимизации помех, возникающих при межфазных переходах и при ионизации изотопов других элементов с такой же атомной массой, как у определяемого элемента, необходимо использовать для разложения проб азотную кислоту с объемной долей воды менее 2 %. При использовании для разложения проб соляной и серной кислот помех, связанных с ионизацией посторонних изотопов, возникает значительно больше.

7.1 Вода первой 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 первой степени чистоты хранить не следует.

7.2 Кислота азотная (HNO_3) *по ГОСТ 4461*, раствор с массовой долей 65 %, плотностью ρ_{20} = 1,40 г/см^3.

7.3 Кислота азотная, раствор концентрацией 0,1 моль/дм^3.

7.4 Кислота соляная (HCl) *по ГОСТ 3118*, раствор с массовой долей 36 %, плотностью ρ_{20} = 1,179 г/см^3.

7.5 Царская водка (свежеприготовленный раствор).

Для приготовления царской водки смешивают 1 объемную часть азотной кислоты (7.2), 3 объемных части соляной кислоты (7.4) и 1 объемную часть воды (7.1). Раствор хранению не подлежит.

7.6 Кислота фтористо-водородная (HF) *по ГОСТ 10484*, раствор с массовой долей 40 %, плотностью ρ_{20} = 1,13 г/см^3.

7.7 Кислота хлорная ($HClO_4$), раствор с массовой долей 70 %, плотностью ρ_{20} = 1,67 г/см^3.

7.8 Кислота борная (H_3BO_3) по ГОСТ 9656, раствор с массовой долей 4 %.

7.9 Гелий со степенью чистоты не менее 99,99 %, используемый при эксплуатации приборов для определения легких элементов.

8 Подготовка пробы

8.1 Хранение лабораторной пробы

Лабораторные пробы хранят в соответствии с рекомендациями, изложенными в приложении А.

Лаборатории, проводящей испытания, желательно поддерживать связь с персоналом, производящим отбор и приготовление лабораторной пробы, а также осуществляющим их хранение, чтобы согласовывать свои действия до поступления пробы в лабораторию. В частности, при приготовлении пробы следует избегать любых процедур, способных повысить температуру материала выше 40 °С, чтобы предотвратить потерю ртути или других летучих соединений.

Кроме того, при приготовлении лабораторной пробы следует избегать или свести к минимуму применение таких источников возможного загрязнения, как металлическое оборудование для измельчения.

Лабораторные пробы хранят и транспортируют в контейнерах из пластика высокой плотности.

8.2 Приготовление пробы топлива для испытания

Проба для испытаний представляет собой аналитическую пробу с размером частиц менее 1 мм, приготовленную из лабораторной пробы твердого топлива из бытовых отходов в соответствии с *ГОСТ Р 54229*.

В зависимости от применяемого метода разложения пробы масса навески составляет от 0,2 до 0,5 г.

Поскольку результаты испытаний рассчитывают на сухое состояние топлива, одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги по *ГОСТ Р 54233*.

8.3 Приготовление золы топлива для рентгено-флуоресцентного анализа

Топливо озоляют в соответствии с *ГОСТ Р 54224*. Для получения от 1 до 2 г золы, необходимых для проведения анализа, следует озолить соответствующее количество пробы, при этом зольность некоторых проб может быть очень низкой (5 % и менее).

Приготовление пробы золы — очень важный этап проведения РФА. Качество пробоподготовки существенно влияет на стандартное отклонение результатов повторных измерений.

Для получения однородной представительной пробы и для уменьшения стандартного отклонения результатов повторных измерений твердую пробу следует измельчить и/или растереть до или после стадии высушивания.

Современное оборудование для подготовки проб твердых материалов предусматривает получение проб в виде порошка, спрессованных пеллет или сплавленных дисков.

Примечания

1 Ошибка при определении легких элементов (от Na до S) уменьшается при использовании для анализа проб в виде спрессованных пеллет.

2 Использование для анализа проб в виде сплавленных дисков устраняет влияние размера частиц.

3 Размер частиц твердой пробы существенно влияет на стандартное отклонение результатов повторных измерений.

Для измерений методом РФА используют пробы золы в виде спрессованных пеллет или сплавленных дисков.

9 Разложение проб

9.1 Метод А

Навеску пробы, приготовленной по 8.2, массой от 0,2 до 0,5 г взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают в сосуд для разложения. При необходимости можно смочить пробу минимальным количеством воды.

В сосуд добавляют 6 $см^3$ HCl (7.4), 2 $см^3$ HNO_3 (7.2) и 2 $см^3$ HF (7.6). Закрывают сосуд крышкой и помещают в микроволновую печь (6.1), где проводят разложение пробы в соответствии с программой, параметры которой приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Программа разложения проб в микроволновой печи

Время, мин	Мощность, Вт
2	250
2	0
5	250
5	400
5	500

После окончания разложения сосуд охлаждают до комнатной температуры и осторожно открывают. Для связывания избытка фтористо-водородной кислоты в сосуд добавляют 650 мг борной кислоты [например, 16 $см^3$ 4%-ного раствора борной кислоты (7.8)]. Сосуд снова закрывают, помещают в микроволновую печь и устанавливают следующую программу: время — 3 мин, мощность — 300 Вт. После завершения программы сосуд охлаждают до комнатной температуры.

Остывший раствор переносят в мерную колбу необходимого объема (например, 50 $см^3$). Если в растворе содержится осадок, его отделяют фильтрованием или центрифугированием. Состав осадка проверяют с помощью метода РФА. Если в осадке обнаруживают значительное количество определяемых элементов, то процедуру испытания начинают заново с другой навеской пробы, применяя альтернативный метод разложения.

9.2 Метод Б

Навеску золы топлива, приготовленную по *ГОСТ Р 54224*, массой 0,2 г, взвешенную с точностью до 0,1 мг, помещают в бомбу из тефлона низкого давления с крышкой, снабженной предохранительным клапаном. В бомбу добавляют 4 $см^3$ царской водки (7.5) и 1 $см^3$ HF (7.6). Бомбу закрывают и помещают на 3 ч в водяную баню, нагретую до температуры 90 °С.

После охлаждения бомбы до комнатной температуры раствор переносят в мерную колбу необходимого объема (например, 50 см^3). Если в растворе содержится осадок, его отделяют фильтрованием или центрифугированием. Состав осадка проверяют с помощью метода РФА или другого подходящего метода. Если в осадке обнаруживают значительное количество определяемых элементов, то процедуру испытания начинают заново с другой навеской пробы, применяя альтернативный метод разложения.

9.3 Метод В

Навеску топлива 0,5 г, взвешенную с точностью до 0,1 мг, помещают в тефлоновую бомбу. Смешивают 950 см^3 азотной кислоты (7.2) и 50 см^3 хлорной кислоты (7.7). Добавляют 10 см^3 этой смеси кислот в бомбу. Бомбу закрывают и помещают в сушильный шкаф (6.2), нагретый до температуры 190 °С, не менее чем на 10 ч (включая время подъема температуры).

После охлаждения бомбы до комнатной температуры раствор переносят в пластиковый мерный сосуд вместимостью 50 см^3. Бомбу промывают смесью 5 см^3 раствора азотной кислоты 0,1 моль/дм^3 (7.3) и 0,5 см^3 концентрированной фтористо-водородной кислоты (7.6), сливая промывной раствор в мерный сосуд. Раствор в мерном сосуде разбавляют до метки раствором азотной кислоты 0,1 моль/дм^3 и перемешивают. В случае неполного разложения навески остаток отделяют фильтрованием или центрифугированием, а затем разлагают его в ультразвуковой бане при 50 °С смесью кислот, состоящей из 5 см^3 азотной кислоты (7.2), 0,5 см^3 хлорной кислоты (7.7) и 4,5 см^3 фтористо-водородной кислоты (7.6).

После охлаждения раствор переносят в мерную колбу необходимого объема (например, 50 см^3). Если в растворе содержится осадок, его отделяют фильтрованием или центрифугированием. Состав осадка проверяют с помощью метода РФА или другого подходящего метода. Если в осадке обнаруживают значительное количество определяемых элементов, то процедуру испытания начинают заново с другой навеской пробы, применяя альтернативный метод разложения.

10 Анализ растворов, полученных в результате разложения проб

10.1 Подготовка раствора для проведения анализа

Если анализируемый раствор содержит частицы, которые могут помешать его введению в прибор, например засорить распылитель прибора, то раствор можно подвергнуть центрифугированию или фильтрованию. Перед этим необходимо обмыть емкость, в которой проводили разложение навески, сливая промывной раствор в мерную колбу с анализируемым раствором, разбавить содержимое мерной колбы до метки и перемешать. Способ подготовки анализируемого раствора должен быть отражен в протоколе испытаний.

При работе с раствором, содержащим фтористо-водородную кислоту, следует использовать оборудование, стойкое к HF.

10.2 Аналитическая процедура

Для анализа раствора, полученного после разложения навески топлива или золы топлива, применяют следующие методы: атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой *по ГОСТ Р 51309 и ГОСТ Р 24237*, пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия *по ГОСТ 26726* или рентгено-флуоресцентная спектрометрия.

Работу на приборах и их градуировку проводят в соответствии с инструкциями по эксплуатации.

11 Обработка результатов

Результаты определения содержания макроэлементов в твердом топливе из бытовых отходов настоящим методом выражают в мг/кг сухого топлива.

Результаты определения содержания макроэлементов в золе твердого топлива из бытовых отходов методом РФА пересчитывают на сухую исходную пробу по формуле

$$Э^d = Э_A \frac{A^d}{100}, \quad (1)$$

где $Э^d$ — содержание макроэлемента в сухом твердом топливе из бытовых отходов, мг/кг;

$Э_A$ — содержание макроэлемента в золе твердого топлива из бытовых отходов, мг/кг;

A^d — зольность сухой пробы твердого топлива из бытовых отходов, %.

12 Контроль качества

Для обнаружения возможных загрязнений от химической посуды и/или реактивов проводят холостой опыт в соответствии с процедурой, описанной в разделах 9 и 10, с использованием таких же количеств реактивов, но без навески пробы.

Правильность аналитического метода проверяют путем анализа стандартных образцов состава. Результат, полученный при испытании стандартного образца настоящим методом, сравнивают с паспортным значением.

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) наименование и адрес всех лабораторий, принимавших участие в испытаниях;

б) описание и идентификацию исследуемой пробы;

в) даты получения лабораторной пробы и проведения испытаний;

г) ссылку на настоящий стандарт;

д) ссылки на стандарты, по которым проводили определения элементов в испытуемой пробе;

е) результаты испытаний;

ж) проводившиеся при испытаниях процедуры, не описанные в данном стандарте или необязательные;

и) любые особенности, отмеченные в ходе испытаний, которые могли повлиять на результаты.

Протокол испытаний должен быть однозначно идентифицирован, все страницы пронумерованы, и указано их общее количество.

В лаборатории должны храниться промежуточные результаты испытаний (исходные данные, расчеты), которые должны быть доступны при необходимости.

Приложение А
(обязательное)

Характеристики лабораторной пробы твердого топлива из бытовых отходов для химического анализа

При подготовке лабораторных проб твердого топлива из бытовых отходов для химического анализа должны соблюдаться следующие требования.

Исходя из количества и типа параметров, которые необходимо определить, из требования к представительности пробы, а также из практических соображений, установлены максимальная масса лабораторной пробы 10 кг и максимальный размер частиц 1 см. В таблице А.1 требования к лабораторным пробам систематизированы в зависимости от параметра или группы параметров, для определения которых проба предназначена.

Таблица А.1 — Требования к лабораторной пробе твердого топлива из бытовых отходов

Параметр	Минимальная масса лабораторной пробы, г[a)]	Условия краткосрочного хранения перед доставкой пробы в лабораторию	Условия длительного хранения перед доставкой пробы в лабораторию	Материал упаковки
C, H, N	100	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Охлаждение до 4 °C	Пластиковая бутылка или коробка
Cl, S, Br, F	100	То же	То же	Пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)
Металлический Al	200	То же	То же	Пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы	400	То же	То же	То же

Окончание таблицы А.1

Параметр	Минимальная масса лабораторной пробы, г[a)]	Условия краткосрочного хранения перед доставкой пробы в лабораторию	Условия длительного хранения перед доставкой пробы в лабораторию	Материал упаковки
Микроэлементы, исключая Hg	200	То же	То же	То же
Hg	100	То же	То же	Бутылка из стекла или фторопласта
C, H, N, Cl, S, Br, F	150			Пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)
Макроэлементы + микроэлементы, исключая Hg	500	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Охлаждение до 4 °С	Пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы + микроэлементы + Hg	600	То же	То же	Стеклянная бутылка (100 г) + пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы + микроэлементы + Hg + металлический Al	700	То же	То же	То же
Полный анализ	800	То же	То же	Стеклянная бутылка (100 г) + пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)

[a)] Максимальный размер частиц (мм) определяют в зависимости от количества лабораторной пробы (г) в соответствии с *ГОСТ Р 54229*, чтобы обеспечить однородность пробы.

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: топливо твердое из бытовых отходов, макроэлементы, методы определения

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 23.10.2019. Подписано в печать 25.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru