МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33513— 2015 (EN 15407:2011)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение содержания углерода (C), водорода (H) и азота (N) инструментальным методом

(EN 15407:2011, MOD)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2016**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 институт стандартизации и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык европейского регионального 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 29 сентября 2015 г. № 80-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 12 ноября 2015 г № 1765-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33513—2015 (EN 15407:2011) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному стандарту EN 15407:2011 Solid recovered fuels — Determination of carbon (C), hydrogen (H) and nitrogen (N) content [Топлива твердые из бытовых отходов. Определение содержания углерода (C), водорода (H) и азота (N)], путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок).

Европейский региональный стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN), ТК 343, «Топливо твердое из бытовых отходов».

Перевод с английского языка (en).

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, 2016

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

Для определения углерода, водорода и азота обычно используют инструментальные методы, которые могут быть разделены на две группы в зависимости от величины навески пробы. Инструментальные микрометоды требуют для анализа навески, равные нескольким миллиграммам, для макрометодов необходимы навески порядка 1 г. Если для анализа твердого топлива из бытовых отходов используют микрометоды, пробу при подготовке к испытаниям следует измельчить настолько, чтобы навески, отбираемые для анализа, были представительными, а прецизионность результатов соответствовала заявленной.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение содержания углерода (C), водорода (H) и азота (N) инструментальным методом

Solid recovered fuel. Determination of carbon (C), hydrogen (H) and nitrogen (N) content by instrumental method

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на твердое топливо из бытовых отходов и устанавливает инструментальный метод определения содержания углерода, водорода и азота.

Точность данного метода составляет: для углерода — 0,1 %, для азота — 0,01 % и для водорода — 0,1 % в пересчете на сухое состояние топлива.

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 33564—2015 (EN 15357:2011) Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определения

ГОСТ 33510—2015 (EN 15413:2011) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки образца для испытаний из лабораторной пробы

ГОСТ 33512.3—2015 (EN 15414-3:2011) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ 33515—2015 (EN 15408:2011) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания серы, хлора, фтора и брома

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ 33564*.

4 Сущность метода

Метод основан на полном окислении пробы (можно использовать приборы, в которых сгорание вещества происходит в результате вспышки) с переходом всех элементов, составляющих органиче-

ское вещество, в газообразные продукты сжигания. Газы сжигания проходят через печь с восстановительной атмосферой, а затем увлекаются газом-носителем (гелием) в хроматографическую колонку, где газы сжигания разделяются и количественно определяются с помощью инструментального газового анализа (например, детектором тепловой проводимости).

Пробы помещают в подходящий контейнер (тигель из олова или из другого материала) и сбрасывают в кварцевую трубку печи, нагретой до температуры примерно 1000 °С, где в потоке кислорода происходит полное окисление пробы над слоем катализатора. При контакте с медью избыток кислорода удаляется, а оксиды азота восстанавливаются до элементарного азота.

5 Реактивы и стандартные образцы

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч.д.а. и быть пригодными для использования в определенных испытаниях.

5.1 Газ-носитель

Гелий, степень чистоты — 99,99 % (или другие газы, предусмотренные инструкцией по эксплуатации прибора).

5.2 Кислород газообразный

Кислород газообразный *по ГОСТ 5583*, не содержащий горючих примесей, степень чистоты – 99,95 % (или та, которая предусмотрена инструкцией по эксплуатации прибора).

5.3 Дополнительные реактивы

В соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

5.4 Стандартные образцы для калибровки

Примеры стандартных образцов для калибровки приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартные образцы для калибровки

В процентах

Наименование	Формула	C	H	N
Ацетанилид	C_8H_9NO	71,1	6,7	10,4
Атропин	$C_{17}H_{23}NO_3$	70,6	8,0	4,8
Бензойная кислота	$C_7H_6O_2$	68,8	5,0	0,0
Цистин	$C_6H_{12}N_2O_4S_2$	30,0	5,0	11,7
Дифениламин	$C_{12}H_{11}N$	85,2	6,5	8,3
ЭДТА	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41,1	5,5	9,6
Фенилаланин	$C_9H_{11}NO_2$	65,4	6,7	8,5
Сульфаниламид	$C_6H_8N_2O_2S$	41,8	4,7	16,3
Сульфаниловая кислота	$C_6H_7NO_3S$	41,6	4,1	8,1
ТРИС {три(гидрокси-метил) аминометан}	$C_4H_{11}NO_3$	39,7	9,1	11,6

6 Оборудование и требования к нему

В настоящее время доступно оборудование различной конструкции и комплектации. Общие требования к оборудованию:

a) условия сгорания должны обеспечивать полное превращение углерода в диоксид углерода, водорода — в водяной пар, а азота — в оксиды азота или элементарный азот;

b) на стадии разделения газовой смеси должно происходить разложение или удаление компонентов, которые могут помешать последующему определению;

c) азот перед проведением измерения должен быть восстановлен до элементарного азота;

d) взвешивание следует проводить на лабораторных весах по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности, равным тысячной доле от взвешиваемого количества.

К работе на приборах для определения углерода, водорода и азота допускается только опытный персонал, соблюдающий требования безопасности в соответствии с инструкцией по эксплуатации предприятия-изготовителя.

7 Проведение испытания

7.1 Хранение пробы

Лабораторные пробы хранят в соответствии с руководством, изложенным в приложении А.

7.2 Подготовка пробы

Аналитическую пробу готовят из лабораторной пробы по *ГОСТ 33510*.

Масса аналитической пробы зависит от модели используемого оборудования. Размер частиц аналитической пробы должен соответствовать ее массе по *ГОСТ 33510*.

Некоторые типы оборудования требуют для определения водорода использовать сухую пробу. В то же время определение углерода некоторыми инструментами проводится на не полностью высушенной пробе. Высушивание проводят непосредственно перед определением в сушильном шкафу при температуре 105 °С так, как описано в *ГОСТ 33512.3*. В этом случае предварительно (или параллельно) проводят определение водорода из аналитической пробы другим прямым методом, используя результат этого определения для контроля результатов, получаемых инструментальным методом из высушенной навески. Содержание влаги в аналитической пробе определяют по *ГОСТ 33512.3*.

Номинальный верхний размер гранул должен быть не более 1 мм. Для обеспечения точности определения для некоторого оборудования следует подготовить образец с номинальным верхним размером 0,25 мм. Для «новых продуктов» подходящий номинальный верхний размер гранул определяют экспериментально.

7.3 Отбор навески пробы для испытания

Отбирают навеску пробы, рекомендуемую инструкцией по эксплуатации прибора, учитывая при этом ожидаемые концентрации углерода, водорода и азота.

Если используют приборы для микро- или полумикроанализа, навеску пробы взвешивают непосредственно в тигле, предназначенном для проведения определения.

При работе на приборах для макроанализа навеску пробы взвешивают в тигле или другом сосуде для отбора навесок, из которого ее переносят в тигель.

7.4 Калибровка прибора

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Подбирают 3 — 5 стандартных образцов для калибровки с повышающимся содержанием углерода, водорода и азота. Проводят анализ стандартных образцов, используя ту же процедуру, что и для анализа проб (см. 7.5). Калибруют прибор для определения углерода, водорода и азота в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Альтернативно для проведения калибровки можно использовать разные навески одного и того же стандартного образца.

Калибровку проверяют, анализируя стандартный образец, как пробу. При этом желательно, чтобы этот образец для проведенной калибровки не использовался.

Калибровку считают удовлетворительной, если результат испытания стандартного образца отличается от расчетного (паспортного) содержания элемента на значение, не превышающее повторяемость для данного метода. В противном случае калибровку повторяют.

7.5 Испытание пробы

Навеску пробы, взвешенную в соответствии с 7.3, переносят в прибор. Анализ осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Проводят не менее трех параллельных определений.

8 Обработка результатов

Результаты испытаний должны быть представлены как массовые доли общего углерода, водорода и азота в сухом твердом топливе из бытовых отходов (C^d, H^d и N^d соответственно), выраженные в процентах. Большая часть доступных в настоящее время приборов имеет программное обеспечение, позволяющее считывать с мониторов результаты испытания аналитической пробы в виде массовых долей общего углерода, общего водорода (включая водород влаги) и азота (C^a, H^a и N^a соответственно) в процентах.

Пересчет результатов на сухое состояние топлива проводят по следующим формулам:

- углерод:

$$C^d = C^a \frac{100}{100 - W^a}; \quad (1)$$

- водород:

$$H^d = \left[H^a - \frac{W^a}{8{,}937} \right] \frac{100}{100 - W^a}; \quad (2)$$

- азот:

$$N^d = N^a \frac{100}{100 - W^a}, \quad (3)$$

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

9 Данные о представительных характеристиках

Данные о представительных характеристиках метода, описанного в настоящем стандарте, приведены в приложении В.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- сведения о лаборатории, проводившей испытания;
- идентификацию и описание пробы;
- дату поступления пробы и дату (даты) выполнения испытания;
- ссылку на настоящий стандарт;
- ссылку на стандартные методы определения каждого элемента;
- результаты испытаний в соответствии с разделом 8;
- условия, замечания и отклонения, выявленные в ходе проведения испытания, которые могли повлиять на его результат;
- протокол испытаний должен быть строго идентифицирован, т.е. должен иметь серийный номер, который указывают на каждой странице, в протоколе также указывают общее количество страниц.

Приложение А
(обязательное)

Руководство. Характеристики лабораторной пробы для проведения химического анализа твердого топлива из бытовых отходов

Согласно настоящему стандарту к приготовлению и хранению лабораторной пробы твердого топлива из бытовых отходов для его дальнейшего элементного анализа химическими методами предъявляют следующие требования (таблица А.1).

Примечание — Аналогичные требования предъявляют к приготовлению проб для всех стандартных химических методов испытаний твердого топлива из бытовых отходов, например по ГОСТ 33515, ГОСТ 33510 и др.

Исходя из практики работы с твердым топливом из бытовых отходов, установлено максимальное количество лабораторной пробы, необходимое для испытаний, — 10 кг и максимальный размер частиц лабораторной пробы – 1 см.

Таблица А.1 – Требования к лабораторной пробе для анализа твердого топлива из бытовых отходов

Параметр (один или группа)	Минимальное количество лабораторной пробы, г	Условия краткосрочного хранения перед отправкой в лабораторию	Условия длительного срока хранения перед отправкой в лабораторию	Материал упаковки
C, H, N	100	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый сосуд или пакет
Cl, S, Br, F	100	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Металлический Al	200	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Макроэлементы	400	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Следовые элементы, исключая Hg	200	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Hg	100	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Сосуд из стекла или тефлона
C, H, N, Cl, S, Br, F	150	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы, исключая Hg	500	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg	600	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg + металлический Al	700	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет
Полный анализ	800	Те же, в которых топливо хранится на производстве	Охлажденная до 4°C проба	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
* Для сохранения представительности пробы максимальный размер частиц (мм) должен соотноситься с количеством лабораторной пробы (г). Соотношение между этими показателями регламентировано в ГОСТ 33510.				

Приложение В
(справочное)

Данные по представительным характеристикам

Метод, описанный в настоящем стандарте, был опробован в рамках проекта QUOVADIS. Для проекта были выбраны несколько представительных видов твердого топлива из бытовых отходов и испытаны методом настоящего стандарта. Данные по результатам, надежности, повторяемости и воспроизводимости приведены в стандарте [1].

В лабораториях Австрии, Бельгии, Нидерландов, Франции, Германии, Италии и Великобритании были проведены межлабораторные сравнительные испытания.

Данные о производительности в соответствии со стандартом [2] представлены в таблицах В.1 — В.3.

Данные представлены лабораториями, участвовавшими в межлабораторных сравнительных испытаниях.

Таблица В.1 — Данные по производительности для углерода

Проба	Вещество	l	n	o, %	X_{ref}, %	$= \chi$, %	η, %	s_R, %	CV_R, %	S_r, %	CV_r, %
A	Топливо твердое из бытовых отходов из измельченных шин	81	14	3,6	na	71,6	na	5,12	7,10	5,12	7,10
B	Топливо твердое из бытовых отходов из древесных спилов	80	14	4,8	na	47,7	na	2,33	4,85	0,26	0,54
C	Топливо твердое из бытовых отходов из осадка сточных вод	84	14	0	na	30,5	na	0,43	1,43	0,43	1,43
D	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов	84	14	0	na	46,4	na	2,23	4,85	1,63	3,54
E	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика)	84	14	0	na	45,4	na	2,97	6,60	1,71	3,80

Обозначения:
l — число значений, за исключением выбросов;
n — число лабораторий после исключения выбросов;
o — процент отделенных значений после повторных определений;
X_{ref} — принимаемое эталонное значение на сухое вещество;
χ — среднее общее на сухое вещество;
η — коэффициент восстановления;
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости на сухое вещество;
CV_R — коэффициент отклонения воспроизводимости;
S_r — стандартное отклонение повторяемости на сухое вещество;
CV_r — коэффициент отклонения повторяемости;
na — нет данных

Таблица В.2 — Данные по производительности для водорода

Проба	Вещество	l	n	o, %	X_{ref}, %	$= \chi$, %	η, %	s_R, %	CV_R, %	S_r, %	CV_r, %
A	Топливо твердое из бытовых отходов из измельченных шин	63	12	12,5	na	6,83	na	0,91	13,4	0,30	4,40
B	Топливо твердое из бытовых отходов из древесных спилов	66	13	15,4	na	6,14	na	0,73	12,0	0,07	1,10
C	Топливо твердое из бытовых отходов из осадка сточных вод	60	12	16,7	na	2,28	na	0,04	1,70	0,04	1,70
D	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов	70	13	10,2	Na	6,53	Na	0,76	11,7	0,24	3,70

Окончание таблицы В.2

Проба	Вещество	l	*n*	o, %	X_{ref}, %	= χ, %	η, %	s_R, %	CV_R, %	S_r, %	CV_r, %
E	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика)	72	13	7,7	Na	6,73	Na	1,20	17,9	0,43	6,40
Обозначения: см. таблицу В.1.											

Т а б л и ц а В.3 — Данные по производительности для азота

Проба	Вещество	l	*n*	o, %	X_{ref}, %	= χ, %	η, %	s_R, %	CV_R, %	S_r, %	CV_r, %
A	Топливо твердое из бытовых отходов из измельченных шин	53	12	26,4	Na	0,55	Na	0,20	36,4	0,07	12,7
B	Топливо твердое из бытовых отходов из древесных спилов	64	13	17,9	na	0,71	na	0,18	25,4	0,06	8,5
C	Топливо твердое из бытовых отходов из осадка сточных вод	58	12	19,4	na	1,02	na	0,02	2,0	0,02	2,0
D	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов	62	13	20,5	na	1,83	na	0,12	6,6	0,12	6,6
E	Топливо твердое из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика)	58	13	25,6	na	0,95	na	0,14	14,7	0,06	6,3
Обозначения: см. таблицу В.1.											

Приложение С
(справочное)

Основные результаты испытаний на прочность

Испытания на прочность проводили аналитическим методом с применением нескольких контролируемых вариантов аналитических параметров (состав и различная крупность гранул: 0,5, 1 и 1,5 мм) в условиях повторяемости, чтобы оценить отдельно влияние каждого из параметром на результаты испытаний.

Размер гранул не оказывает значительного влияния на повторяемость при определении углерода и водорода: 1 мм — оптимальный размер для большинства испытаний твердого топлива из бытовых отходов, произведенного из различного сырья, даже если при использовании большего количества пробы или более мелких гранул можно получить лучшие результаты.

Библиография

[1] EUR 23552 EN—2008 Joint Research Centre — Institute for Environment and Sustainability — QUOVADIS Project — Organization of Validation Exercises — JRC Scientific and Technical Reports — ISBN 978-92-79-10396-4 — Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities

[2] ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения [Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (с поправкой ISO 5725-2:1994/Cor.1:2002)]

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: твердое топливо из бытовых отходов, общий углерод, общий азот, общий водород, определение содержания

Редактор *Т.В. Крамарева*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.С. Самарина*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 36 экз. Зак. 4262.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru