ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55120— 2012 (CEN/TS 15412:2010)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение металлического алюминия

CEN/TS 15412:2010
Solid recovered fuels – Methods for the determination of metallic aluminium

(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 аутентичного перевода на русский язык европейского регионального 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. № 904-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEH/TC 15412:2010 «Топливо твердое из бытовых отходов. Методы определения металлического алюминия» (CEN/TS 15412:2010 «Solid recovered fuels – Methods for the determination of metallic aluminium») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

Металлический алюминий, содержащийся в твердом топливе из бытовых отходов, создает затруднения в процессе сжигания. Алюминий может образовывать отложения на поверхностях теплообменников и пароперегревателей. Поэтому необходим метод определения общего алюминия. Другие металлы с низкой температурой плавления, такие как олово, свинец и цинк, могут вызывать подобные проблемы, но их содержание в твердом топливе из бытовых отходов обычно очень низкое и, следовательно, их влияние незначительно.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое из бытовых отходов Определение металлического алюминия

Solid recovered fuels – Methods for the determination of metallic aluminium

Дата введения – 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два различных метода определения металлического алюминия в твердом топливе из бытовых отходов:

– метод А: растворение металлического алюминия и его анализ методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES) или методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (FAAS);

– метод Б: дифференциальный термический анализ (DTA) твердого топлива из бытовых отходов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51309–99 Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

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

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

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54224–2010 (CEN/TS 15403:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение зольности

ГОСТ Р 54229–2010 (CEN/TS 15413:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы приготовления пробы для испытания из лабораторной пробы

ГОСТ Р 54233–2010 (CEN/TS 15414-3:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ Р 54235–2010 (CEN/TS 15357:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определения

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

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9077—82 Кварц молотый пылевидный. Общие технические условия

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1:1981) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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*, в том числе следующие термины с соответствующими определениями:

Металлический алюминий (metallic aluminium): алюминий, который может быть экстрагирован из твердого топлива из бытовых отходов раствором NaOH концентрацией 0,75 моль/л после обработки топлива раствором HNO_3 концентрацией 0,14 моль/л.

Примечание – Это определение включает в себя металлический алюминий и некоторые химические формы алюминия, нерастворимые в азотной кислоте, но легко растворимые в щелочной среде.

4 Обозначения и сокращения

4.1 ICP-OES — оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.
4.2 ICP-MS — масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.
4.3 FAAS — пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия.
4.4 FES — пламенная эмиссионная спектрометрия.

5 Требования безопасности

Требования безопасности при обращении с потенциально опасными бытовыми отходами описаны в соответствующих национальных и европейских правилах, которых должна придерживаться каждая лаборатория.

В дополнение к этим правилам необходимо иметь в виду следующее:

- большинство реагентов, которые используются в данном стандарте, являются чрезвычайно коррозионными и токсичными. Работа с сильно коррозионными реактивами при высокой температуре требует обязательного соблюдения мер безопасности;
- в ходе реакции металлического алюминия (и других металлов, таких как цинк, олово и свинец) с раствором NaOH выделяется газообразный водород, который может образовывать взрывоопасные смеси с воздухом;
- все процедуры необходимо выполнять в вытяжном шкафу или с использованием закрытого оборудования с принудительной вентиляцией. При использовании сильных окисляющих реагентов возможно образование взрывоопасных органических полупродуктов, особенно при испытании проб 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.

6 Сущность метода

6.1 Метод А

Навеску твердого топлива из бытовых отходов с максимальным размером частиц 1 мм помещают в раствор азотной кислоты концентрацией 0,14 моль/дм^3 и встряхивают в течение часа, после чего смесь фильтруют. Фильтр с осадком, содержащим не растворимый в азотной кислоте алюминий, переносят в раствор гидроксида натрия концентрацией 0,75 моль/дм^3. Смесь кипятят в течение 1,5 ч для выщелачивания алюминия, а затем фильтруют. В фильтрате определяют содержание алюминия с помощью методов ICP-OES или FAAS.

6.2 Метод Б

Навеску твердого топлива из бытовых отходов с максимальным размером частиц 1 мм озоляют. Полученную золу вводят в дифференциальный термический анализатор (DTA) и производят измерения в соответствии с заданной программой. Записывают кривую DTA.

7 Оборудование и требования к нему

7.1 Метод А

7.1.1 Весы *ГОСТ Р 53228* с точностью взвешивания до 1 мг.

7.1.2 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 с NaOH.

7.1.3 Аппарат для встряхивания.

7.1.4 Плитка электрическая с регулятором температуры нагрева до 120 °С.

7.1.5 Атомно-абсорбционный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES).

7.1.6 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр (FAAS).

7.2 Метод Б

7.2.1 Дифференциальный термический анализатор (DTA) или дифференциальный термический анализатор/термогравиметрический анализатор (DTA/TGA).

7.2.2 Платиновые чашки.

8 Реактивы

8.1 Общие положения

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

Перечень и описания других реактивов приведены в нормативных документах, указанных в разделе 2.

8.2 Метод А

8.2.1 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.

8.2.2 Натрия гидроксид (NaOH) *по ГОСТ 4328*, раствор концентрацией 0,75 моль/дм^3.

8.2.3 Кислота азотная (HNO_3) концентрированная *плотностью ρ_{20} = 1,42 г/см^3* (14 моль/дм^3) *по ГОСТ 4461*.

8.2.4 Кислота азотная (HNO_3), раствор концентрацией 0,14 моль/дм^3.

8.2.5 Стандартный раствор алюминия, 1000 мг/дм^3.

Может быть использован стандартный раствор алюминия для спектроскопии, выпускаемый промышленностью.

8.2.6 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы готовят следующим образом. В мерной колбе емкостью 100 см^3 смешивают 10 см^3 раствора NaOH (8.2.2) и 3 см^3 концентрированной HNO_3 (8.2.3). Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора алюминия (7.2.5). Содержимое колбы разбавляют водой до метки и перемешивают.

8.3 Метод Б

8.3.1 Алюминиевый порошок со степенью чистоты 96,7 % или выше.

8.3.2 Песок кварцевый очищенный с высоким содержанием кварца *по ГОСТ 9077*.

8.3.3 Смесь для градуировки

Твердые смеси получают путем смешивания песка (8.3.2) и металлического алюминия (8.3.1) в соответствии с ожидаемым содержанием алюминия в твердом топливе из бытовых отходов.

9 Приготовление пробы

9.1 Пробы 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*. Для метода Б необходимое количество аналитической пробы озоляют в соответствии с *ГОСТ Р 54224*.

Для метода А может быть использована проба в сухом или воздушно-сухом состоянии, а для метода Б — проба золы, приготовленная по *ГОСТ Р 54224,* в сухом или воздушно-сухом состоянии.

Примечания

1 В некоторых случаях присутствие кальцита (карбоната кальция) в пробе может влиять на результаты анализа методом Б. В таких случаях рекомендуется озолять топливо при более высоких температурах, например, при 850 °С.

2 При приготовлении пробы следует уделить особое внимание тому, чтобы исключить возможную сегрегацию частиц алюминия (метод А).

В зависимости от используемого метода масса навесок колеблется от 50 мг (метод Б) до 2 г (метод А).

Результаты испытаний рассчитывают на сухое состояние топлива, поэтому при испытании воздушно-сухой пробы одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги по *ГОСТ Р 54233*.

9.2 Замечания, касающиеся хранения и приготовления лабораторных проб

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

При приготовлении лабораторной пробы следует исключить или по возможности минимизировать использование оборудования для измельчения из алюминия или алюминиевого сплава как источников загрязнения.

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

10 Расщепление проб

10.1 Метод А

10.1.1 Общие сведения

Около 2 г пробы взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$. Одновременно проводят два холостых опыта, соблюдая всю процедуру, но без пробы топлива.

Примечания

1 При необходимости может быть использована воронка Бюхнера со стеклянным фильтром диаметром 10 см, задерживающим частицы более 1 мкм, для фильтрования под вакуумом.

2 Иногда фильтрат остается слегка мутным, но это не мешает определению.

10.1.2 Выщелачивание легко растворимых соединений алюминия

В коническую колбу с навеской пробы добавляют 100 $см^3$ раствора азотной кислоты 0,14 моль/$дм^3$ (8.2.4). Помещают колбу в аппарат для встряхивания (7.1.3) и встряхивают в течение 1 ч. Содержимое колбы фильтруют, 3 раза промывают колбу водой (8.2.1), используя порции воды по 20 $см^3$ и пропуская промывные воды через тот же фильтр.

10.1.3 Растворение металлического алюминия

Переносят фильтр с осадком в узкую емкость из политетрафторэтилена (фторопласта-4). Добавляют 100 $см^3$ раствора гидроксида натрия 0,75 моль/$дм^3$ (8.2.2) и нагревают до кипения. Осторожно кипятят смесь в течение 1,5 ч. После окончания нагревания в емкость добавляют 100 $см^3$ воды (8.2.1) и дают остыть. Смесь фильтруют и помещают в пластиковую мерную колбу объемом 500 $см^3$. Емкость из фторопласта и фильтр трижды промывают порциями воды по 20 $см^3$ (8.2.1). В колбу добавляют 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (8.2.4) и доливают водой до метки.

10.2 Метод Б

Пробу топлива озоляют в соответствии с требованиями *ГОСТ Р 54224*. Около 50 мг золы взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают в платиновую чашку. С помощью DTA (7.2.1) снимают термограмму.

10.3 Определение металлического алюминия

10.3.1 Метод А

Содержание алюминия в растворе, полученном по 10.1.3 (метод А), определяют методами FAAS или ICP-OES в соответствии с *ГОСТ Р 51309*.

10.3.2 Метод Б

Содержание металлического алюминия определяют с помощью термограммы, снятой на DTA, путем интегрирования пика плавления алюминия при 660 °С. Пик направлен вниз, т. к. реакция эндотермическая. Градуировку прибора проводят с использованием смесей для градуировки (8.3.3).

11 Обработка результатов

11.1 Общие положения

Результаты испытаний рассчитывают на сухое состояние топлива. При расчетах должны быть учтены промежуточные разбавления раствора, если таковые имели место.

11.2 Метод А

Массовую долю алюминия в сухой пробе твердого топлива из бытовых отходов $Э^d$, %, рассчитывают по формуле:

$$Э^d = \frac{(c - c_0)V}{m} 100, \qquad (1)$$

где c — концентрация алюминия в конечном растворе, мг/дм^3;

c_0 — концентрация алюминия в растворе холостого опыта, мг/дм^3;

m — масса навески пробы, рассчитанная на сухое состояние, мг;

V – объем конечного раствора, дм^3.

11.3 Метод Б

Массовую долю алюминия в золе топлива, выраженную в процентах, определяют с помощью градуировочной кривой. Массовую долю алюминия в сухой пробе рассчитывают исходя из зольности сухой пробы.

12 Контроль качества

Для обнаружения возможных загрязнений от сосудов и/или реагентов следует провести холостые опыты, *соблюдая процедуры в соответствии с разделом 9 и используя такие же количества реактивов*.

Правильность аналитического метода проверяют путем проведения испытаний стандартных образцов состава. Результат, полученный при испытании стандартного образца состава, сравнивают с величиной, указанной в паспорте.

Степень извлечения при испытании настоящим методом может быть проверена с помощью образца, например, природной древесины, смешанной с известным количеством металлического алюминия.

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 проводились какие-либо определения в испытуемой пробе;

е) результаты испытаний;

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

з) 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 (термограммы, исходные данные, расчеты), которые должны быть доступны при необходимости.

Приложение А
(справочное)
Характеристики лабораторной пробы для химического анализа твердого топлива из бытовых отходов

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.

Т а б л и ц а А.1 – Требования к лабораторной пробе для анализа 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
1	2	3	4	5
C, H, N	100	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Охлаждение до 4 °С	Пластиковая бутылка или коробка
Cl, S, Br, F	100	То же	То же	Пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)
Металлический Al	200	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Охлаждение до 4 °С	Пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы	400	То же	То же	То же
Микроэлементы, исключая Hg	200	>>	>>	>>
Hg	100	>>	>>	Бутылка из стекла или фторопласта
C, H, N, Cl, S, Br, F	150	>>	>>	Пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)
Макроэлементы, микроэлементы, исключая Hg	500	>>	>>	Пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы, микроэлементы, Hg	600	>>	>>	Стеклянная бутылка (100 г) и пластиковая бутылка или коробка
Макроэлементы, микроэлементы, Hg, металлический Al	700	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Охлаждение до 4 °С	Стеклянная бутылка (100 г) и пластиковая бутылка или коробка

Окончание таблицы А.1

1	2	3	4	5
Общий анализ	800	То же	То же	Стеклянная бутылка (100 г) и пластиковая бутылка или коробка (не ПВХ)
[a] Максимальный размер частиц (мм) по отношению к количеству лабораторной пробы (г) в целях обеспечения однородности пробы в соответствии с *ГОСТ Р 54229*.				

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском региональном документе

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта, документа
ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987)	MOD	ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ГОСТ Р 54224–2010 (CEN/TS 15403:2006)	MOD	CEN/TS 15403:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Определение зольности»
ГОСТ Р 54229–2010 (CEN/TS 15413:2006)	MOD	CEN/TS 15413:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Методы приготовления пробы для испытания из лабораторной пробы»
ГОСТ Р 54233–2010 (CEN/TS 15414-3:2006)	MOD	CEN/TS 15414-3:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая»
ГОСТ Р 54235–2010 (CEN/TS 15357:2006)	MOD	CEN/TS 15357:2006 « Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определени»
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042:1983, ИСО 4788:1980)	MOD	ISO 1042:1983 «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой»; ISO 4788:1980 «Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры»
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1:1981)	MOD	ISO 835-1:1981 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD – модифицированные стандарты.		

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 ОКП 02 5149

Ключевые слова: топливо твердое из бытовых отходов, металлический алюминий, методы определения

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 36 экз. Зак. 3160.

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