ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54234— 2010 (CEN/TS 15407:2006)

Топливо твердое из бытовых отходов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ

CEN/TS 15407:2006
Solid recovered fuels — Method for the determination of carbon (C), hydrogen (H) and nitrogen (N) content
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык 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 23 декабря 2010 г. № 1033-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу СЕН/ТС 15407:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Определение углерода, водорода и азота инструментальными методами» (CEN/TS 15407:2006 «Solid recovered fuels — Method for the determination of carbon (C), hydrogen (H) and nitrogen (N) content») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

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 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и стандартные образцы 2
6 Оборудование и требования к нему 2
7 Проведение испытания 3
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4
Приложение А (обязательное) Руководство. Характеристики лабораторной пробы для проведения химического анализа твердого топлива из бытовых отходов 5

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 навесок пробы в несколько миллиграммов, 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.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое из бытовых отходов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ

Solid recovered fuels. Determination of carbon, hydrogen and nitrogen content by instrument methods

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

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

Чувствительность 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 стандарты:

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

ГОСТ Р 54229—2010 (CEN/TS 15413:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки образца для испытаний 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 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

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

Примечания — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ Р 54235.

Издание официальное

4 Сущность метода

Метод основан на полном окислении пробы (могут использоваться приборы, в которых сгорание вещества происходит в результате вспышки) с переходом всех элементов, составляющих органическое 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 (оловянный или из другого материала) и сбрасывают в кварцевую трубку печи, нагретой до температуры около 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

Наименование	Формула	С, %	Н, %	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(гидроксиметил)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:

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

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

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

г) взвешивание должно производиться на лабораторных весах по ГОСТ Р 53228 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 завода-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 Р 54229.

Масса аналитической пробы зависит от модели используемого оборудования. Размер частиц аналитической пробы должен соответствовать ее массе по ГОСТ Р 54229.

Некоторые типы оборудования требуют для определения водорода использовать сухую пробу. Высушивание проводят непосредственно перед определением в сушильном шкафу при 105 °С так, как описано в ГОСТ Р 54233. 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 Р 54233.

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 в 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 величину, не превышающую 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 производят 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 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- 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.

Примечание — Аналогичные требования предъявляют к приготовлению проб для всех стандартных химических методов испытаний топлива твердого из бытовых отходов, например по ГОСТ Р 54234, ГОСТ Р 54226, ГОСТ Р 54229.

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 °С	Пластиковый сосуд или пакет
Cl, S, Br, F	100	То же	То же	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Металлический Al	200	»	»	То же
Макроэлементы	400	»	»	»
Следовые элементы, исключая Hg	200	»	»	»
Hg	100	»	»	Сосуд из стекла или тефлона
C, H, N, Cl, S, Br, F	150	»	»	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы, исключая Hg	500	»	»	Пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg	600	»	»	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg + металлический Al	700	»	»	То же
Полный анализ	800	»	»	Стеклянный сосуд (100г) + пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Примечание — Для сохранения представительности пробы максимальный размер частиц, мм, должен соотноситься с количеством лабораторной пробы, г. Соотношение между этими величинами регламентировано в ГОСТ Р 54229.				

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 А19 ОКП 02 5149

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

Редактор *М.Р. Холодкова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 06.04.2012. Подписано в печать 25.04.2012. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 104 экз. Зак. 391.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru