ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54229— 2010 (CEN/TS 15413: 2006)

Топливо твердое из бытовых отходов

МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦА ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ИЗ ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ

CEN/TS 15413:2006
Solid recovered fuels — Methods for the preparation of the test sample from the laboratory sample
(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 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 23 декабря 2010 г. № 1028-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEH/TC 15413:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки образца для испытаний из лабораторной пробы» (CEN/TS 15413:2006 «Solid recovered fuels — Methods for the preparation of the test sample from the laboratory sample») 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 Требования безопасности 2
5 Сущность метода 2
6 Оборудование 2
7 Помехи и источники ошибок 2
8 Подготовка проб 3
9 Контроль качества 5
10 Протокол испытаний 5
Приложение А (обязательное) Выбор метода подготовки проб 6
Приложение Б (справочное) Соотношение между минимальной массой точечных проб и размером частиц 11
Приложение В (справочное) Оборудование для обработки проб 13
Приложение Г (справочное) Характеристики лабораторной пробы для химического анализа топлива твердого из бытовых отходов 14

Введение

Очень часто для проведения химических испытаний лабораторная проба, отобранная в соответствии с планом отбора проб, нуждается в предварительной подготовке. Для этой цели отбор и деление проб проводятся таким образом, чтобы различные навески были представительными по отношению к исходной лабораторной пробе, интересующим соединениям и специфическим аналитическим процедурам. Представительность лабораторной пробы и исследуемой навески имеет важное значение для обеспечения качества и точности результатов испытаний.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Топливо твердое из бытовых отходов

МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦА ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ИЗ ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ

Solid recovered fuels.
Methods for the preparation of the test sample from the laboratory sample

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт определяет последовательность операций для обеспечения представительности проб, отобранных в соответствии с планом отбора для физического и/или химического анализа.

Настоящий стандарт определяет последовательность проводимых операций обработки лабораторной пробы для получения необходимой навески для проведения испытаний в дополнение к определенным требованиям анализа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 54228—2010 (CEN/TS 15443:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки лабораторной пробы

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

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 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,* а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **высушивание:** Процесс удаления воды из пробы.

Примечание — Для того чтобы подготовить навеску для испытания, стоит удалить только то количество воды, которое может влиять на другие процессы (например, измельчение или дробление). Чтобы свести к минимуму изменения пробы во время подготовки проб для испытаний, не следует удалять всю влагу, присутствующую в пробе.

3.2 **разделение на фракции:** Процесс разделения материала по размеру частиц или слоев, если гомогенизация пробы не применима практически или целесообразно проводить испытания отдельных фракций или фаз.

Издание официальное

3.3 **гомогенизация:** Процесс объединения компонентов, частиц или слоев в более однородное состояние, чем изначальная проба (в случае составных проб) или предварительно обработанные фракции пробы, для обеспечения равного распределения вещества и свойств в пробе.

3.4 **деление пробы:** Процесс отбора одной или более частей из пробы.

3.5 **навеска пробы:** Количество материала необходимого размера для определения требуемых параметров лабораторной пробы.

Примечание — Навеска пробы может быть отобрана непосредственно из лабораторной пробы, если не требуется подготовка образца (например, гомогенизация, растворение, измельчение), но обычно она отбирается из аналитической пробы.

3.6 **аналитическая проба:** Проба, приготовленная из лабораторной пробы, от которой отбирается навеска для проведения испытаний.

Примечания

1 Когда лабораторная проба подвергается дальнейшей обработке разделением, смешиванием, измельчением или сочетанием этих операций, она становится аналитической пробой. Если не требуется проводить подготовку лабораторной пробы, то лабораторная проба и является аналитической пробой. Навеска отбирается от аналитической пробы для проведения испытаний.

2 Лабораторная проба является конечной пробой с точки зрения отбора проб, но с точки зрения лаборатории это начальная проба.

3 Некоторые лабораторные пробы могут быть подготовлены и отправлены в разные лаборатории или в одну и ту же лабораторию для различных целей. При отправке в одну лабораторию набор рассматривается как одна лабораторная проба и документально оформляется как одна проба.

4 Требования безопасности

Для обеспечения безопасности при работе с потенциально опасными материалами необходимо строго следовать инструкциям к оборудованию и веществам. Кроме того:

- оборудование для измельчения, резки, фрезерования и гомогенизации должно управляться квалифицированным персоналом строго в соответствии с инструкцией завода-производителя;
- все процедуры должны выполняться в вытяжном шкафу или в закрытом оборудовании с вентиляцией, из-за возможности генерации мелкодисперсных фракций.

5 Сущность метода

Сущность метода заключается в сокращении размера частиц и массы лабораторной пробы с использованием различного оборудования и методов в зависимости от типа пробы и типа испытаний, для которых проба была предназначена.

6 Оборудование

Для приготовления навески из лабораторной пробы используется подходящее оборудование в соответствии с приложением А.

При выборе методов обработки проб следует учитывать, что каждый из них может влиять на результаты испытаний из-за введения примесей или изменения физико-химических свойств образца.

Все оборудование, приборы и посуда, вступающие в контакт с пробой, должны быть сделаны из материалов, химически совместимых с пробой, выбранных так, чтобы минимизировать загрязнение проб.

Примерный список оборудования, подходящего для процедур подготовки проб приведен в приложении В.

7 Помехи и источники ошибок

Проба (часть пробы) должна быть заново гомогенизирована после операции, которая могла привести к сегрегации частиц разного размера.

Должна быть исключена потеря материала пробы и ее загрязнения.

При использовании оборудования при обработке проб возможно загрязнение в процессе истирания; перекрестное загрязнение в процессе испытаний нескольких проб; за счет выделения химических веществ.

Химическая реакция из-за выделения тепла может служить источником изменений в материале пробы.

Выполнять обработку отходов рекомендуется в специально предназначенном помещении, особенно при процессах дробления и прессования.

Если проба порошкообразная или в ней присутствуют летучие соединения, часть пробы может быть потеряна, что может привести к изменению физико-химических свойств материала.

8 Подготовка проб

8.1 Хранение проб и их предварительная обработка

Лабораторные пробы должны храниться в соответствии с требованиями, изложенными в приложении Г.

Любой возможный источник загрязнений при подготовке лабораторной пробы по ГОСТ Р 54228 (например, измельчение металлическими аппаратами, преимущественно алюминиевыми или из сплавов алюминия) должен быть устранен или уменьшен, насколько это возможно.

Лабораторная проба должна храниться и доставляться в запечатанных контейнерах из пластмасс высокой плотности.

8.2 Основные положения

Подготовка аналитической пробы является процессом, зависящим от типа пробы и ее физического состояния, массы лабораторной пробы, типа и количества проводимых определений и т. д. Подготовленная навеска должна удовлетворять следующим требованиям:

- каждая навеска должна быть представительной по отношению к лабораторной пробе;
- количество и физическое состояние (например, размер частиц) каждой навески должны соответствовать требованиям испытательного оборудования;
- в каждой навеске не должно быть потерь и загрязнений.

Подготовка навески в лаборатории часто включает в себя операции гомогенизации, разделения фракций, измельчения и деления пробы. Подробное описание этих операций приведено в приложении А. Порядок проведения этих операций определяется лабораторией отдельно для каждой пробы. Как правило, последовательность применяемых операций проста. В более сложных случаях (например, когда должны быть выполнены несколько определений с различными требованиями) должна быть определена и обоснована последовательность операций.

Для определения операций, применяемых к лабораторной пробе для получения одной или нескольких представительных навесок, предусматривается три основных шага:

- определение аналитических требований

Должны быть установлены требования интересуемых аналитических операций:

- методы исследований;
- необходимое число навесок;
- количество и свойства навесок, необходимых для каждой аналитической операции;
- сохранность проб (например, временной интервал, температура, добавление реагентов).

Примечание — Рекомендуется подготовить по крайней мере в пять раз большее количество материала, чем необходимо для навески;

- определение последовательности операций

Определяют требуемое количество операций в зависимости от технологического процесса (рисунок 1), основанное на свойствах лабораторной пробы и требованиях аналитических операций: каждая отдельная операция этой последовательности должна рассматриваться как независимая операция:

- разделение по фракциям;
- высушивание;
- измельчение;
- гомогенизация;
- деление пробы.

Примечание — Рекомендуется группировать параметры так, чтобы пробы могли быть подготовлены для определения нескольких параметров. Проба может быть использована для определения различных параметров, если она отвечает необходимым требованиям.

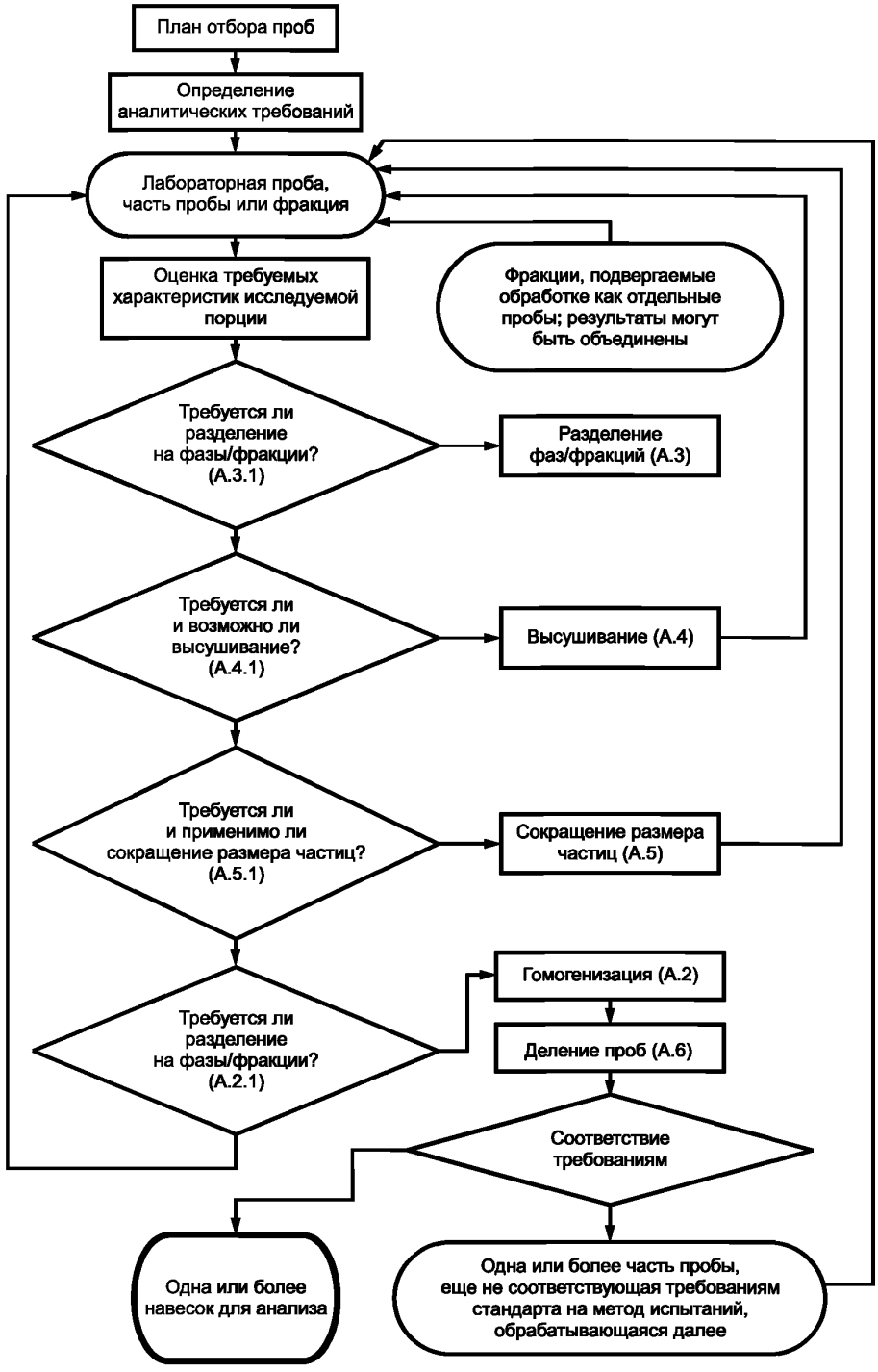


Рисунок 1 — Последовательность операций подготовки навески

Часто на лабораторных пробах должны быть выполнены различные определения. В таких случаях элементы процесса должны быть объединены и/или повторены для получения частей пробы, из которых в результате можно получить различные навески. Для того чтобы определить актуальную последова-

тельность применяемых к данной пробе операций, следует использовать карту технологического процесса (рисунок 1);

- выбор подходящих операций

В соответствии с требованиями методов испытаний и свойствами пробы выбирается подходящий метод обработки пробы для каждого элемента процесса по инструкциям приложения А.

8.3 Последовательность методов обработки

В карте технологического процесса (рисунок 1) приведен особый порядок операций обработки отдельной лабораторной пробы для получения представительной навески. Операции следует применять, начиная с лабораторной пробы и продолжая их для всех фракций пробы или части пробы, полученных в ходе подготовки, в итерационном цикле до выполнения всех аналитических требований.

В случае определения ртути при испытаниях должна быть предотвращена потеря ртути при гомогенизации и/или сокращении размера частиц.

Примечание — В отдельных случаях деление пробы без этапа осушения не обеспечивает представительность навески.

9 Контроль качества

Необходимо проводить постоянный контроль используемой аппаратуры для предотвращения возможности загрязнения пробы.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать, по крайней мере, следующую информацию:

a) название, адрес и расположение каждой лаборатории, участвующей в подготовке исследуемой пробы;

b) описание и идентификация лабораторной пробы;

c) дата получения проб лабораторией и дата выполнения испытаний;

d) ссылка на настоящий стандарт;

e) ссылка на стандарт методов испытаний, используемый для определения каждого элемента;

f) результаты испытаний со ссылкой на соответствующие пункты в стандарте, указанном в перечислении e);

g) ссылка на акт отбора проб;

h) вся последовательность и условия операций (процедуры и оборудование), фактически применяемых к лабораторной пробе при подготовке навески;

i) любые детали, не характерные для проводимых испытаний или не являющиеся обязательными, и любые другие факторы, которые могли повлиять на результаты;

j) однозначная идентификация протокола (такая как серийный номер) и каждой страницы, а также общее число страниц в протоколе.

Лаборатория должна отмечать любые этапы испытаний и промежуточные результаты (хроматограммы, необработанные данные и подробные расчеты), которые должны быть доступны при необходимости.

Приложение А
(обязательное)

Выбор метода подготовки проб

А.1 Общие положения

Подготовка исследуемой пробы из лабораторной пробы часто сопряжена с последовательными операциями, такими как гомогенизация, разделение фаз, высушивание, измельчение, деление пробы на части. Данное приложение подробно описывает эти операции.

Описанные в стандартах на методы испытаний процедуры обработки проб должны быть выполнены.

А.2 Гомогенизация

А.2.1 Общие положения

Перед каждой операцией, которая подразумевает деление проб на части, требуется гомогенизация для гарантии стабильности свойств и состава всей пробы или фракции пробы. Методика гомогенизации выбирается в зависимости от свойств пробы.

Во многих случаях перед гомогенизацией может быть проведено измельчение пробы.

А.2.2 Методика гомогенизации

А.2.2.1 Ручная гомогенизация

Используется:

- в случаях, когда механическая гомогенизация может привести к потере летучих соединений (ртути).

Не используется:

- для проб, которые образуют слои из-за присутствия частиц различной плотности;
- для проб с таким большим размером частиц, что гомогенизация не достигается ручным смешиванием;
- для проб, которые образуют слои из-за присутствия частиц с сильно различающимися размерами.

Методика

Пробу смешивают с помощью подходящего оборудования (например, совковая лопата, ступка и пестик). При возможности потери летучих веществ ручную гомогенизацию проводят осторожно.

А.2.2.2 Механическая гомогенизация

Используется:

- в общих случаях, особенно, когда ручная гомогенизация не применима;
- в случае большого размера частиц пробы;
- для твердых проб, содержащих частицы приблизительно одинаковой плотности (например, для материалов, которые не образуют «слои» после встряхивания).

Не используется:

- для проб, которые образуют слои из-за присутствия частиц различной плотности; в этом случае, если гомогенизация невозможна, разделяют слои и обрабатывают каждый как отдельную пробу;
- при нагревании пробы прибором может происходить потеря испытываемых летучих веществ; в этом случае следует проводить ручную гомогенизацию.

Методика

Операция производится в соответствии с инструкцией производителя.

Примечание — Для гомогенизации проб с частицами малого размера может также быть использована шаровая мельница без шаров.

А.2.3 Гомогенизация в случае наличия летучих соединений (ртуть)

При определении наличия ртути гомогенизация пробы должна проводиться осторожно и быстро для предотвращения ее потери. При невозможности предотвращения потери ртути во время гомогенизации можно растворить несколько негомогенизированных частей пробы для анализа и рассчитать статистическое среднее значение как оценку общего содержания.

Примечание — План отбора проб должен учитывать присутствие летучих соединений.

А.3 Разделение фракций

А.3.1 Общие положения

Для гомогенизации пробы в зависимости от ее природы и требуемых испытаний применяются одна или несколько методик разделения фракций для получения двух или более различных частей пробы, которые могут быть испытаны раздельно. Для проб, содержащих различные фракции, необходимо разделение на фракции. Масса каждой отдельной фракции должна быть определена напрямую или косвенно после разделения, для получения средневзвешенных результатов испытаний различных фракций.

В протоколе испытаний должны быть четко определены используемые для разделения фракций методики, масса и результаты испытаний всех частей пробы, полученных при разделении фракций.

А.3.2 Разделение на различные фракции

А.3.2.1 Общие положения

При визуально определяемой гетерогенности отдельных фракций необходимо их разделить, особенно, если это может облегчить последующие измельчение, гомогенизацию и деление.

А.3.2.2 Ручное разделение

Используется:

- при возможности выделения нескольких фракций;
- при наличии неразрушаемых фракций (например, медный провод).

Не используется:

- при возможном загрязнении или потере материала фракций.

Методика

Вручную выбираются куски различной природы и помещаются в отдельные контейнеры либо руками (в защитных перчатках), либо с использованием соответствующих инструментов (например, пинцет, магнит).

А.3.2.3 Просеивание

Используется:

- при необходимости разделения фракций с различным размером частиц;
- для проверки размера частиц в пробе или разделения частиц по размеру.

Не используется:

- при возможности загрязнения или потере материала пробы.

Методика

Просеивают пробу встряхиванием либо вручную, либо с использованием оборудования через сита с соответствующим размером сетки.

А.4 Высушивание

А.4.1 Общие положения

В зависимости от природы пробы и конкретных требований к навеске может быть необходим этап высушивания. Высушивание используется только для удаления того количества воды, которое может влиять на подготовку навески (например, во время измельчения или дробления). Для определения содержания влаги может быть необходимо разделить пробу на части.

Высушивание приводит к ошибкам при определении летучих соединений. Высушивания следует избегать без крайней необходимости. Если проба для определения летучих соединений должна быть сухой, практическая методика высушивания должна обеспечить минимальную потерю летучих соединений. В протоколе испытаний должна быть четко определена методика, используемая для высушивания, включая взвешивание частей проб до и после каждого этапа высушивания.

Если выбранная методика высушивания применима не для всех требуемых испытаний, то различные части проб должны быть высушены по-разному с выбором соответствующей методики для каждой.

Время высушивания зависит от выбранной методики, толщины слоя пробы, особенностей материала пробы, влажности пробы и воздуха и скорости вентиляции.

Степень высушивания зависит от последующей обработки, применяемой к пробе. Как правило, нет необходимости добиваться постоянной массы пробы при высушивании. Например, проба должна быть высушена только до такой степени, чтобы возможно было произвести дробление, разделение и т. д.

А.4.2 Методика

А.4.2.1 Высушивание воздухом комнатной температуры

Используется:

- в случае, когда высушивание может быть достигнуто за подходящий промежуток времени без изменений, существенных для последующего анализа пробы;
- в случае определения содержания ртути.

Не используется:

- когда время высушивания значительно, и свойства пробы не позволяют достичь хорошего высушивания в реальное время при комнатной температуре, и возможно безопасное применение высушивания при повышенной температуре.

Методика

Распределяют пробу на лотках тонким слоем и дают остаточно высохнуть. Следует применять меры для минимизации возможных загрязнений, например, пылью. Использование эксикатора может ускорить процесс высушивания для небольших количеств материала.

А.4.2.2 Высушивание в сушильном шкафу при 40 °С

Используется:

- когда свойства пробы не позволяют достичь хорошего высушивания за реальное время при комнатной температуре;

- в случае определения содержания ртути.

Не используется:

- когда свойства пробы не позволяют достичь необходимой степени высушивания за реальное время при данной температуре, и безопасно применять высушивание при более высокой температуре.

Методика

Распределяют пробу по лотку тонким слоем и высушивают в сушильном шкафу при 40 °С. Можно ускорить процесс вентиляцией воздуха, если это не приводит к потере пылевидных частиц.

Примечание — Можно высушивать топливо в сушильном шкафу при других температурах, если это предусмотрено аналитическим методом.

А.4.2.3 Высушивание в сушильном шкафу при 105 °С

Используется:

- при высушивании пробы, в которой не определяется содержание ртути.

Не используется:

- в случае определения ртути;
- в случаях возможного самовозгорания.

Методика

Распределяют пробу на лотки тонким слоем и высушивают ее в сушильном шкафу при 105 °С. Можно ускорить процесс вентиляцией воздуха, если это не приводит к потере пылевидных частиц.

А.5 Измельчение

А.5.1 Общая информация

Для достижения гомогенизации и представительности испытываемой пробы может быть необходимо выполнить один или несколько этапов измельчения. Выбор методики в значительной степени зависит от природы материала пробы и необходимого размера частиц.

Как правило, измельчение — многоступенчатый процесс, подразумевающий использование последовательно различных методик; в некоторых случаях может быть необходимо повторное дробление для получения требуемого размера частиц пробы.

Измельчение — существенный этап в подготовке пробы из-за потенциальной возможности потери ртути при нагревании, потери пылевидных материалов и загрязнений пробы при использовании оборудования или загрязнения материала для измельчения других проб.

Протокол испытаний должен четко определять методику(и) и условия, применяемые при измельчении. Неразрушаемые фракции (например, медная проволока) должны быть отделены по А.3.2, взвешены и, если необходимо, испытаны как отдельные части фракций.

А.5.2 Методика

А.5.2.1 Дробление

Используется, когда:

- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- размер частиц пробы больше, чем требуемый размер частиц для дальнейшей обработки;
- требуются частицы пробы с размером 1 мм.

Не используется, когда:

- не применимо из-за природы образца (например, мягкие материалы);
- из-за применения оборудования для дробления возможно загрязнение пробы или потеря отдельных веществ пробы.

Методика

Разрушают крупные куски пробы и/или дробят пробу с помощью оборудования в соответствии с инструкциями завода-изготовителя до требуемого размера частиц.

А.5.2.2 Дробление при замораживании пробы

Используется, когда:

- проба содержит большое количество пластиков;
- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- размер частиц пробы больше, чем требуемый размер для дальнейшей обработки;
- аналитически требуются частицы пробы размером порядка 1 мм.

Не используется:

- когда из-за применения оборудования для дробления возможно загрязнение пробы или потери отдельных веществ пробы.

Методика

Пробу помещают в полиэтиленовый контейнер. Наполняют сосуд Дьюара жидким азотом и погружают в него упакованную пробу. Оставляют контейнер в сосуде до момента перед бурным кипением жидкого азота. Охлаждают пробу примерно 10 мин. После полного охлаждения извлекают упакованную пробу из жидкого азота и разбивают большие куски пробы молотком и/или подходящим инструментом (в соответствии с инструкцией завода-изготовителя) до требуемого размера частиц.

Возможно применение промышленного оборудования для дробления при замораживании пробы.

А.5.2.3 Размол

Используется:

- когда представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- когда требуемый размер частиц меньше 1 мм.

Не используется:

- когда начальный размер частиц слишком большой: в таком случае требуется этап дробления;
- когда размол не применим из-за природы пробы.

Методика

Размалывают пробу по инструкциям производителя мельницы до достижения необходимого размера частиц; для предотвращения потерь ртути следует предотвращать чрезмерное нагревание пробы при размоле: предпочтительно использовать последовательность коротких по времени циклов помола с низкой скоростью работы мельницы. Необходимо давать оборудованию охлаждаться перед каждой операцией помола. Использование мельницы с замороженной действующей частью может минимизировать потерю ртути.

Примечание — Если проба имеет пластическую консистенцию, замораживание ее до низких температур (например, от –20 °С до –30 °С) облегчает размол.

А.5.2.4 Резка

Используется, когда:

- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- материал пробы недостаточно твердый для дробления и размалывания, например, пластик, текстиль.

Не используется:

- при возможности загрязнения пробы.

Методика

Разрезают пробу в соответствии с инструкциями производителя режущих мельниц до требуемого размера частиц; для предотвращения потерь ртути следует предотвращать чрезмерное нагревание пробы при резке; необходимо охлаждать оборудование между каждыми процедурами резки. Для минимизирования потери ртути используется охлажденная режущая мельница или ручная резка ножницами.

А.5.2.5 Резка при замораживании пробы

Используется, когда:

- проба имеет пластическую волокнистую консистенцию;
- представительская часть пробы не может быть взята из-за большого размера частиц;
- требуется размол частиц до размера 1 мм.

Не используется:

- когда может произойти загрязнение пробы.

Методика

При необходимости пробы упаковываются в полиэтиленовые контейнеры. Наполняют сосуд Дьюара жидким азотом и погружают в него пробу (упакованную). Оставляют контейнер в сосуде до момента перед бурным кипением жидкого азота. Охлаждают пробу примерно 10 мин. После полного охлаждения вынимают упакованную пробу из жидкого азота, разрезают ее при необходимости в охлажденной мельнице (в соответствии с инструкциями завода-изготовителя) до требуемого размера частиц.

А.6 Деление пробы

А.6.1 Общие положения

Как правило, лабораторную пробу необходимо разделить на навески для испытаний. Для большинства аналитических методик требуется малое количество материала для анализа. От лабораторной пробы отбирают представительные порции материала для испытаний.

Деление пробы производится с выделением нескольких представительных навесок с учетом необходимого количества лабораторной пробы, размера частиц и гомогенности. При недостаточной гомогенности пробы или значительном размере частиц этапы измельчения и гомогенизации повторяются.

Для определения минимального количества пробы в зависимости от размера частиц и гетерогенности пробы следует принимать во внимание информацию, указанную в приложении Б.

Примечание — В некоторых случаях из-за практических ограничений не может быть получена представительная проба. В этом случае следует повторить процесс.

Протокол испытаний должен четко устанавливать способ определения минимального количества навесок и методик, используемых для деления проб, а также массу каждой испытанной фракции.

А.6.2 Ручное разделение твердых проб квартованием

Используется:

- в случае большой массы лабораторной пробы;
- когда проба достаточно сухая и в ней нет комков;
- если существует доказательство гетерогенного распределения химических компонентов.

Не используется:

- при содержании в пробе неразрушаемых комков.

Методика

Пробу помещают на плоской поверхности, покрытой инертным листом, придают форму круга, перемешивают ее лопаткой и формируют конус.

Пробу делят на четыре сектора (например, крестовиной из листового металла),
исключают два противоположных сектора и тщательно перемешивают оставшиеся (см. рисунок А.1).

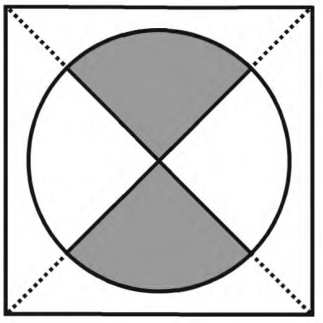


Рисунок А.1 — Разделение квартованием

Процесс повторяют до получения требуемого количества материала. Полученная часть пробы должна быть представительной.

А.6.3 Механическое деление твердых проб

Используется, когда:

- проба достаточно сухая и в ней нет комков;
- размер частиц допускает возможность использования конкретного оборудования;
- существует доказательство гетерогенного распределения химических компонентов.

Не используется:

- когда проба содержит комки, которые нельзя разбить.

Методика

Пробу разделяют с использованием делителя проб (например, короб с желобом, разделитель Тайлера) в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей.

Приложение Б
(справочное)

Соотношение между минимальной массой точечных проб и размером частиц

Б.1 Определение минимальной массы пробы

Минимальное количество пробы рассчитывается по формуле

$$M_{sam} = \frac{1}{6}\pi (d_{95})^3 s \rho g \frac{(1-p)}{CV^2 p}, \quad (Б.1)$$

где M_{sam} — масса пробы, г;

d_{95} — *номинальный верхний размер частиц (номинальный верхний размер частиц массовой доли пробы, равной 95 %)*, см;

s — коэффициент формы (для гранулированных материалов или материалов с частицами меньше 50 мм значение s может быть принято равным 1);

ρ — средняя плотность частиц в материале, г/см^3.

Примечание — Параметр не представляет собой насыпную плотность пробы, а является средней плотностью всех частиц;

g — корректирующий коэффициент, учитывающий распределение частиц в материале по размеру;

p — фракция частиц с определяемыми свойствами (м/м).

Примечание — Если все частицы пробы содержат одинаковое число определяемых свойств, $p = 1$;

CV — принятый коэффициент отклонения, вызывающий фундаментальную ошибку.

Примечание — Основное значение для CV — 0,1. В зависимости от природы пробы и метода испытания он может колебаться от 0,1 до 0,3.

Б.2 Пояснения по выбору коэффициентов

а) Коэффициент формы s — коэффициент, который корректирует характеристики минимального размера пробы в том случае, если частицы партии не гранулированы.

Значение s определяется по формуле

$$s = \frac{V_{95}}{d_{95l}}, \quad (Б.2)$$

где s — коэффициент формы, см^3/см^3;

V_{95} — максимальный объем частицы (95 % массы фракции частицы меньше, чем V_{95}), см^3 (где $V = lbh$);

d_{95l} — максимальная длина частицы (95 % массы фракции частицы меньше, чем d_{95l}), см;

Коэффициент формы зависит от типа материала; его значение увеличивается при измельчении материала.

b) Корректирующий коэффициент g.

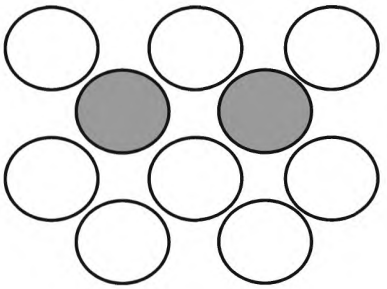
Значение корректирующего коэффициента g зависит от отношения d_{95}/d_{05}. Значение d_{95}/d_{05} близко к 1 при узком диапазоне распределения частиц по размеру (большинство частиц одинакового размера), высокое значение d_{95}/d_{05} (> 4) соответствует широкому диапазону распределения частиц по размеру. *Зависимость корректирующего коэффициента отражена в таблице Б.1.*

Примечание — d_{95} — максимальный размер частиц (95 % массы фракции частицы меньше, чем d_{95}) и d_{05} — минимальный размер частиц (5 % массы фракции частицы меньше, чем d_{05}).

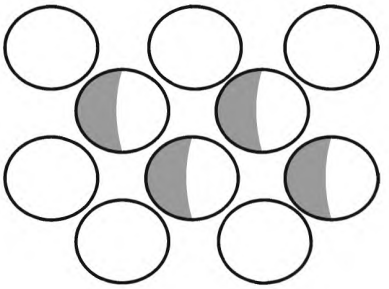
Таблица Б.1 — Выбор значения g

Отношение d_{95}/d_{05}	g
$d_{95}/d_{05} > 4$	0,25
$4 \geq d_{95}/d_{05} \geq 2$	0,50
$2 > d_{95}/d_{05} > 1$	0,75
$d_{95}/d_{05} = 1$	1,00

c) Установление фракции частиц с определяемыми свойствами p.



Пример 1: проба состоит из 10 частиц, 2 из них подлежат определению $p = 0,2$



Пример 2: проба состоит из 10 частиц, 4 из них подлежат определению $p = 0,4$

Рисунок Б.1 — Пример распределения частиц в пробе

Б.3 Пример определения минимальной массы пробы

В зависимости от свойств пробы были выбраны следующие коэффициенты и определены показатели:

$CV = 0,1$;

$g = 0,25$;

$s = 1$;

$\rho_p = 1$ г/см^3.

Т а б л и ц а Б.2 — Минимальная масса испытываемой пробы, M_{sam}, г

Степень гомогенности фракции	p	*Номинальный верхний размер 95 % частиц пробы, d_{95}*, см						
		10	4	1	0,4	0,2	0,1	0,02
Очень гетерогенная (следы)	0,001	13070250	836496	13070	836	104,6	13,07	0,105
Гетерогенная (микроэлементы)	0,02	641083	41029	641	41	5,1	0,64	0,005
Гомогенная (макроэлементы)	0,1	117750	7536	118	8	0,9	0,12	0,001

П р и м е ч а н и я:

1 Степень гетерогенности зависит от интересующих параметров и может отличаться для отдельной пробы (например, для макроэлементов $p \sim 0,1$ и для следовых элементов $p \sim 0,001$). Если проба или навеска используются для определения различных параметров, следует использовать наименьшие значения.

2 В таблице Б.2 коэффициент формы s принят равным 1 (наиболее распространенное значение). При наличии в пробе частиц большого размера есть смысл оценить реальное значение коэффициента формы, что может привести к уменьшению минимально необходимой массы пробы, особенно для волокнистых и пухообразных материалов.

Приложение В
(справочное)

Оборудование для обработки проб

Подготовка пробы для испытаний сопряжена с операциями гомогенизации, фазового/фракционного разделения, высушивания, измельчения и разделения проб. Оборудование, используемое для этих операций, приведено в таблице В.1.

Таблица В.1 — Оборудование

Оборудование	А.2 Гомогенизация	А.3 Разделение фракций	А.4 Высушивание	А.5 Измельчение	А.6 Деление пробы
Мельница	X			X	
Мельница для измельчения замороженной пробы	X			X	
Молотковая дробилка	X			X	
Резка				X	
Механическая мешалка	X				
Молот				X	
Щековая дробилка				X	
Ступка и пестик	X			X	
Лопата	X				X
Крестовина					X
Пинцет		X			
Магнит		X			
Разделитель					X
Разделитель Тайлера					X
Сита		X		X	X
Сушильный шкаф			X		
Сушка при замораживании пробы			X		
Эксикатор			X		
Весы		X	X	X	X

Примечание — В таблице применяются следующие обозначения:
X — оборудование, которое может быть применено для данного метода.

Приложение Г
(справочное)

Характеристики лабораторной пробы для химического анализа топлива твердого из бытовых отходов

При подготовке лабораторной пробы для химической характеристики твердого топлива из бытовых отходов предъявляются следующие требования.

Максимальная масса лабораторной пробы — 10 кг, а максимальный размер частиц 1 см установлены исходя из числа и типа определяемых параметров, представительности пробы и практических требований для обработки проб. В таблице Г.1 обобщены требования как по отдельным, так и по групповым химическим параметрам.

Таблица Г.1 — Требования для лабораторной пробы для анализов твердого топлива из бытовых отходов

Параметр (единичный или групповой)	Минимальная масса лабораторной пробы, г	Условия короткого срока хранения перед доставкой в лабораторию	Условия длительного срока хранения перед доставкой в лабораторию	Материал контейнера
C, H, N	100	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Холодильник 4 °C	Пластиковая бутылка или мешок
Cl, S, Br, F	100			Пластиковая бутылка или мешок (кроме ПВХ)
Металлический Al	200			Пластиковая бутылка или мешок
Макроэлементы	400			
Следовые элементы, исключая Hg	200	В условиях производства твердого топлива из бытовых отходов	Холодильник 4 °C	Пластиковая бутылка или мешок
Hg	100			Стеклянная или ПФА бутылка
C, H, N, Cl, S, Br, F	150			Пластиковая бутылка или мешок (кроме ПВХ)
Макроэлементы и следовые элементы, исключая Hg	500			Пластиковая бутылка или мешок
Макроэлементы и следовые элементы и Hg	600			Стеклянная бутылка (100 г) и пластиковая бутылка или мешок
Макроэлементы и следовые элементы и Hg и металлический Al	700			
Общие анализы	800	В условиях производства SRF	Холодильник 4 °C	Стеклянная бутылка (100 г) и пластиковая бутылка или мешок (кроме ПВХ)
Примечание — Максимальный размер частиц, мм, по отношению к количеству лабораторной пробы, г, принят для гарантии гомогенности пробы.				

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 А 19 ОКП 02 5149

Ключевые слова: топливо твердое из бытовых отходов, образец для испытаний, лабораторная проба, методы подготовки

Редактор *Е.В. Вахрушева*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 29.03.2012. Подписано в печать 10.04.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,85. Тираж 119 экз. Зак. 294.

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