
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33515—
2015
(EN 15408:2011)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ
**Метод определения содержания серы (S), хлора (Cl),
фтора (F) и брома (Br)**
(EN 15408:2011, MOD)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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 перевода на русский язык англоязычной версии европейского стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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 28 октября 2015 г. № 1657-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33515—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому стандарту EN 15408:2011 «Топливо твердое из бытовых отходов. Метод определения содержания серы (S), хлора (Cl), фтора (F) и брома (Br)» [«Solid recovered fuels — Method for the determination of sulphur (S), chlorine (Cl), fluorine (F) and bromine (Br) content», MOD] путем внесения дополнительных положений, фраз, ссылок, а также путем изменения отдельных структурных элементов, выделенных в тексте курсивом.

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартиформ, оформление, 2016, 2019



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

Содержание

| | |
|---|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Термины и определения | 2 |
| 4 Требования безопасности | 2 |
| 5 Сущность метода | 2 |
| 6 Оборудование и требования к нему | 3 |
| 7 Реактивы | 3 |
| 8 Помехи и источники ошибок | 4 |
| 9 Проведение испытания | 4 |
| 10 Обработка результатов | 5 |
| 11 Контроль качества | 6 |
| 12 Данные о представительных характеристиках | 6 |
| 13 Протокол испытаний | 6 |
| Приложение А (обязательное) Руководство. Характеристики лабораторной пробы для проведения химического анализа твердого топлива из бытовых отходов | 7 |
| Приложение В (справочное) Данные по представительным характеристикам | 8 |
| Приложение С (справочное) Основные результаты испытаний на производительность | 11 |
| Библиография | 12 |

Введение

Определение содержания общей серы, хлора, фтора и брома в твердом топливе из бытовых отходов необходимо по экологическим и техническим причинам как на этапе производства, так и на этапе сжигания.

В процессе сжигания топлива эти элементы обычно превращаются в оксиды серы и галогениды. Эти продукты реакции существенно способствуют коррозии металлов и являются вредными выбросами в окружающую среду.

Настоящий метод заключается в сжигании навески в токе кислорода, улавливании серы, хлоридов, фторидов и бромидов поглотительным раствором и последующем их определении различными методами.

Альтернативно для прямого определения серы и хлора можно использовать инструментальные методы анализа. Также можно использовать другие методы при условии, что они дают такие же результаты.

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Метод определения содержания серы (S), хлора (Cl), фтора (F) и брома (Br)

Solid recovered fuels. Method for the determination
of sulphur (S), chlorine (Cl), fluorine (F) and bromine (Br) content

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания серы, хлора, фтора и брома в твердом топливе из бытовых отходов различного происхождения и состава после сжигания в атмосфере кислорода. Сера и хлор могут быть определены альтернативно прямым инструментальным методом. Настоящий метод применим для анализа топлив с содержанием элементов более 0,025 г/кг и имеет некоторые особенности проведения испытания в зависимости от определяемого элемента. При определении фтора метод применим для анализа топлив с содержанием определяемого элемента 0,015 г/кг.

Нерастворимые галогениды и сульфаты, присутствующие в исходной пробе или образующиеся в ходе сжигания, не полностью определяются этими методами.

Данный стандарт содержит рекомендации относительно стандартных методов определения галогенидов и сульфатов в растворе, полученном после сжигания пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 147 (ISO 1928:2009) *Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания*

ГОСТ 4245 *Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов*

ГОСТ 4386 *Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов*

ГОСТ 4389 *Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов*

ГОСТ 5583 (ISO 2046—73) *Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия*

ГОСТ 6709 *Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 9293 (ISO 2435—73) *Азот газообразный и жидкий. Технические условия*

ГОСТ 13867 *Продукты химические. Обозначение чистоты*

ГОСТ 23268.15 *Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения бромид-ионов*

ГОСТ 31867 *Вода питьевая. Определение содержания анионов методом хроматографии и капиллярного электрофореза*

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

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

ГОСТ 33513 (EN 15407:2011) *Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания углерода (C), водорода (H) и азота (N) инструментальным методом*

ГОСТ 33564 (EN 15357:2011) *Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определения*
ГОСТ ISO 3696 *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля**

ГОСТ OIML R 76-1 *Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавто-матического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания*

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 содержание галогенов (halogen content): Суммарное содержание галогенов, входящих в состав как органических, так и неорганических соединений в твердом топливе из бытовых отходов, которые могут быть превращены в галогениды (фторид, хлорид, бромид, иодид) путем сжигания с последующей абсорбцией водным раствором.

Примечание — Приведенное определение справедливо только для настоящего стандарта и не соответствует научному определению содержания галогенов.

3.2 сжигание в кислороде (oxygen combustion): Сжигание материала в атмосфере кислорода.

4 Требования безопасности

Правила обращения с потенциально опасными материалами описаны в соответствующих национальных и международных документах, которые должна соблюдать каждая лаборатория.

Кроме того, необходимо учитывать следующее:

- аппарат для сжигания в кислороде могут обслуживать только опытные сотрудники, проводя все операции в соответствии с инструкцией по эксплуатации аппарата, прилагаемой производителем;
- следует соблюдать меры предосторожности, предусмотренные при работе с кислородом при высоких температурах и повышенном давлении.

5 Сущность метода

Определение серы, хлора, фтора и брома проводят в два этапа или при помощи анализаторов:

- пробу окисляют сжиганием в калориметрической бомбе (по ГОСТ 147), содержащей кислород под давлением. Галоген- и серосодержащие соединения образуют при этом соответственно галогениды и сульфаты, которые абсорбируются и/или растворяются поглотительным раствором (вода или 0,2 М раствор КОН);

- определяют хлор, фтор, бром и серу методом ионной хроматографии или другим подходящим методом, приведенным в разделе 9. Бром предпочтительно определяют методом ICP-MS (масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой) по ГОСТ 23268.15, так как при сжигании в кислороде образуются некоторые окисленные формы брома.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

6 Оборудование и требования к нему

Используют стандартное лабораторное оборудование, а также:

6.1 Аппарат для сжигания в кислороде

Аппарат укомплектован бомбой для сжигания навески топлива, изготовленной из нержавеющей стали или любого другого материала, не разрушающегося в процессе сжигания и не вступающего во взаимодействие с продуктами горения. Бомба оснащена клапаном для подачи кислорода, предохранительным клапаном и электрическими контактами для образования искры. Могут быть использованы выпускаемые промышленностью аппараты для определения теплоты сгорания (калориметры в комплекте с калориметрической бомбой по ГОСТ 147).

Следует обратить внимание на характеристики бомбы для сжигания. Бомба должна быть пригодна для работы с материалами, содержащими значительное количество хлора (например, бомбы для сжигания, устойчивые к хлору).

Аппараты для сжигания оснащены автоматической системой поджига и системой для заполнения кислородом.

6.2 Весы по ГОСТ OIML R 76-1:

- аналитические весы с точностью взвешивания до 0,1 мг;
- весы с точностью взвешивания до 0,1 г.

6.3 Ионный хроматограф

Ионный хроматограф с подходящей анионной делительной колонкой, предварительной колонкой, глушителем фона и электропроводной ячейкой.

6.4 Оборудование для титриметрии

Оборудование для конечного определения элементов титрованием с индикатором или методом потенциометрического титрования.

6.5 Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

Любое подходящее оборудование с достаточным разрешением и пневматической системой введения пробы.

6.6 Автоматический анализатор

Выпускаемые промышленностью приборы для инструментального определения серы и хлора.

7 Реактивы

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч. д. а. по ГОСТ 13867. Реактивы не должны содержать серу и галогены.

7.1 Вода первой степени чистоты по ГОСТ ISO 3696.

7.2 Кислород газообразный по ГОСТ 5583, степень чистоты — не менее 99,99 %.

7.3 Азот по ГОСТ 9293.

Удовлетворяет требованиям, необходимым для использования в ионной хроматографии.

7.4 Элюент для ионной хроматографии

Раствор смеси карбонат/гидрокарбонат, используемый в качестве подвижной фазы при хроматографическом разделении ионов. Могут быть использованы другие элюенты в соответствии с инструкцией по использованию конкретной колонки.

7.5 Поглотительный раствор

В большинстве случаев в качестве поглотительного раствора используют воду. Если содержание хлора в пробе более 1 % или если стоит задача определить бром, то для более эффективного улавливания газов используют 0,2 М раствор гидроксида калия. В случае необходимости пробу предварительно проверяют на присутствие в ней брома или высоких содержаний хлора с помощью рентгенофлуоресцентного анализа.

7.6 Стандартные растворы

Стандартные растворы хлора, фтора, брома и сульфатов, имеющиеся в продаже, с содержанием элементов 1000 мг/л для приготовления рабочих и калибровочных растворов используют разбавленными водой.

7.7 Стандартные образцы

Правильность определения проверяют путем анализа стандартных образцов (СО), близких по своим характеристикам к твердому топливу из бытовых отходов, например стандартные образцы твердых отходов.

7.8 Контрольные смеси

Для приготовления подходящих контрольных смесей подбирают контрольные вещества таким образом, чтобы в их смеси присутствовали все определяемые в пробе элементы. Концентрация галогенов и серы в смеси должна быть того же порядка, что и концентрация элементов в пробе, и находиться приблизительно в центре области концентраций, измеряемых данным прибором.

Пример приготовления смеси контрольных веществ для определения фтора, хлора, брома и серы: смешивают 0,50 г 4-фтор-бензойной кислоты; 2,0 г 4-хлор-бензойной кислоты; 0,25 г 4-бром-бензойной кислоты; 0,25 г 4-йод-бензойной кислоты; 2,0 г сульфаниловой кислоты и 55,0 г целлюлозы. Гомогенизируют смесь, например с помощью барабанной мельницы. Эта смесь содержит 1,13 г/кг фтора; 7,547 г/кг хлора; 1,656 г/кг брома; 2,132 г/кг йода и 6,17 г/кг серы.

8 Помехи и источники ошибок

Емкость, в которой доставляют и хранят пробу, может быть источником ошибок. Материал, из которого она изготовлена, должен быть выбран с учетом того, какие элементы будут определять в помещаемой в емкость пробе. При дроблении и измельчении пробы также существует риск ее загрязнения.

Примечание — При испытании пробы с большим содержанием связанной с железом серы метод может дать другие результаты.

9 Проведение испытания

9.1 Хранение и предварительная обработка пробы

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

9.2 Приготовление пробы

Пробу для испытания готовят из лабораторной пробы по ГОСТ 33510.

Для проведения испытания данным методом размер частиц пробы должен быть не более 1 мм.

Масса навески пробы для проведения испытания обычно составляет 1 г. Если используемая аппаратура требует меньшей навески, пробу измельчают до размера частиц менее 1 мм, чтобы сохранить представительность навески, отобранной для испытания в соответствии с ГОСТ 33510.

Поскольку результат определения должен быть представлен на сухое состояние топлива, одновременно с испытанием пробы из отдельной навески проводят определение содержания влаги по ГОСТ 33512.3.

Примечание — В некоторых случаях, когда образец не гомогенизирован в отношении хлора, при маленьком размере частиц (например, 0,5 мм), испытание может дать лучшую воспроизводимость результатов.

9.3 Сжигание в бомбе

Оборудование подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Отбирают навеску пробы массой примерно 1 г. Навеска может быть:

- таблеткой, спрессованной с помощью ручного пресса;
- помещена и взвешена непосредственно в капсуле (с 20 % воды или без нее);
- помещена и взвешена непосредственно в небольшом полиэтиленовом пакете (с 20 % воды или без нее);
- смешана с катализатором (например, бензойная кислота или др. катализатор, не содержащий значительного количества определяемых элементов).

Навеску взвешивают на весах с точностью до 0,1 мг и переносят в тигель, который закрепляют в держателе для пробы в крышке бомбы для сжигания.

В бомбу для сжигания приливают 10 мл 0,2 М раствора КОН. Собирают бомбу, заполняют ее кислородом и подготавливают аппаратуру к испытанию в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Если содержание хлора в пробе менее 1 % и не предусмотрено определение брома, вместо раствора КОН гидроксида калия можно использовать воду.

Проводят сжигание навески пробы (ГОСТ 147), после чего в течение не менее 10 мин дают системе остыть до комнатной температуры. Открывают бомбу, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки.

Определяют хлориды, фториды, сульфаты и бромиды по ГОСТ 4245, ГОСТ 4386, ГОСТ 4389, ГОСТ 31867, ГОСТ 23268.15.

Примечание — Исследования показали, что метод неприменим для некоторых видов твердого топлива из бытовых отходов (например, произведенного из шин), потому что гранулы ломаются при горении.

9.4 Калибровка

Для методов определения, требующих калибровки измерительной аппаратуры, готовят серию калибровочных растворов разбавлением стандартных растворов элементов в соответствии с 7.6. Калибровочные растворы устойчивы в течение 1 мес при хранении их в холодильнике.

9.5 Анализ стандартных образцов

Анализ стандартных образцов (СО) проводят на подходящей аппаратуре в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Содержание элементов в СО рассчитывают с помощью калибровочных графиков.

9.6 Анализ проб

Анализ проб топлива проводят на подходящем оборудовании в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Анализ проб проводят в тех же условиях, что и испытание стандартных образцов.

10 Обработка результатов

10.1 Общие положения

Результаты анализа представляют в пересчете на сухое состояние топлива.

В расчетных формулах, представленных ниже, следует дополнительно учесть все промежуточные разбавления раствора.

10.2 Общий хлор, общий фтор или общий бром

Массовую долю общего хлора (фтора, брома) в сухом топливе Cl^d (F^d, Br^d), %, вычисляют по формуле

$$Cl^d (F^d, Br^d) = \frac{(C - C_0)V100}{m(100 - W^a)} 100, \quad (1)$$

где C — концентрация хлора (фтора, брома) в растворе анализируемой пробы, мг/дм³;

C_0 — концентрация хлора (фтора, брома) в растворе холостого опыта, мг/дм³;

V — объем раствора, дм³;

m — масса навески пробы (таблетки), взятой для анализа, мг;

W^a — массовая доля влаги в анализируемой пробе, определенная по ГОСТ 33512.3, %.

10.3 Общая сера

Массовую долю общей серы в сухом топливе S^d, %, вычисляют по формуле

$$S^d = 0,3338 \frac{(C - C_0)V100}{m(100 - W^a)} 100, \quad (2)$$

где $0,3338$ — стехиометрическое отношение масс серы и сульфат-иона;

C — концентрация сульфат-иона в растворе анализируемой пробы, мг/дм³;

C_0 — концентрация сульфат-иона в растворе холостого опыта, мг/дм³;

V — объем раствора, дм³;

m — масса навески пробы (таблетки), взятой для анализа, мг;

W^* — массовая доля влаги в анализируемой пробе, определенная по ГОСТ 33512.3, %.

11 Контроль качества

Для выявления возможных загрязнений от посуды и/или реагентов проводят холостой опыт, используя те же процедуры и те же количества реагентов, но без навески пробы.

С целью проверки правильности всей процедуры для каждой серии определений проводят контрольное испытание — анализ одной из контрольных смесей в соответствии с 7.8. Достаточно три раза провести испытание контрольной смеси с концентрацией определяемых элементов, лежащей приблизительно в середине диапазона измеряемых концентраций. Для каждого элемента результаты измерений должны находиться в диапазоне 90 % — 110 % от истинной концентрации элемента в смеси с коэффициентом вариации результатов менее 10 %.

Для контроля качества испытаний используют также имеющиеся в наличии стандартные образцы. Анализ стандартных образцов и контрольных смесей проводят по той же схеме, что и анализ проб.

12 Данные о представительных характеристиках

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

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) сведения о лаборатории, проводившей испытания;
- b) идентификацию и описание пробы;
- c) дату поступления пробы и дату (даты) проведения испытания;
- d) ссылку на настоящий стандарт;
- e) ссылку на стандартные методы определения каждого элемента;
- f) результаты испытаний в соответствии с разделом 10;
- g) процедуры, проводившиеся при испытаниях, не описанные в данном стандарте или необязательные, а также любые другие факторы, которые могли повлиять на результаты;
- h) 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 требования, изложенные в таблице А.1.

Примечание — Аналогичные требования предъявляют к приготовлению проб для всех стандартных химических методов испытаний твердого топлива из бытовых отходов, например по ГОСТ 33513, ГОСТ 33510 и др.

Исходя из практики работы с твердым топливом из бытовых отходов установлены 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 проба | Пластиковый сосуд или пакет |
| Cl, S, Br, F | 100 | Те же, в которых топливо хранится на производстве | Охлажденная до 4 °С проба | Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет |
| Металлический Al | 200 | — | — | Пластиковый сосуд или пакет |
| Макроэлементы | 400 | — | — | Пластиковый сосуд или пакет |
| Следовые элементы, исключая Hg | 200 | — | — | — |
| Hg | 100 | — | — | Сосуд из стекла или тефлона |
| C, H, N, Cl, S, Br, F | 150 | Те же, в которых топливо хранится на производстве | Охлажденная до 4 °С проба | Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет |
| Макроэлементы + следовые элементы, исключая Hg | 500 | Те же, в которых топливо хранится на производстве | Охлажденная до 4 °С проба | Пластиковый сосуд или пакет |
| Макроэлементы + сле- довые элементы + Hg | 600 | — | — | Стекланный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет |
| Макроэлементы + сле- довые элементы + Hg + металлический Al | 700 | — | — | Стекланный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет |
| Полный анализ | 800 | — | — | Стекланный 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 величинами 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.4.

Данные представлены лабораториями, участвовавшими в межлабораторных сравнительных испытаниях.

Таблица В.1 — Данные по производительности для серы

| Проба | Вещество | <i>I</i> | <i>n</i> | <i>o</i> , % | X_{ref} , % | \bar{X} , % | η , % | s_R , % | CV_R , % | S_r , % | CV_r , % |
|--|---|----------|----------|--------------|---------------|---------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|
| A | Твердое топливо из бытовых отходов из измельченных шин | 160 | 14 | 4,7 | па | 1,42 | па | 0,181 | 12,7 | 0,103 | 7,30 |
| B | Твердое топливо из бытовых отходов из древесных спилов | 144 | 13 | 7,7 | па | 0,03 | па | 0,013 | 43,3 | 0,007 | 23,3 |
| C | Твердое топливо из бытовых отходов из осадка сточных вод | 156 | 14 | 7,1 | па | 1,06 | па | 0,144 | 13,6 | 0,059 | 5,60 |
| D | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов | 154 | 14 | 8,3 | па | 0,25 | па | 0,029 | 11,6 | 0,029 | 11,6 |
| E | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика) | 154 | 14 | 8,3 | па | 0,13 | па | 0,026 | 20,0 | 0,013 | 10,0 |
| <p>Обозначения:</p> <p><i>I</i> — число значений, за исключением выбросов;</p> <p><i>n</i> — число лабораторий после исключения выбросов;</p> <p><i>o</i> — процент отделенных значений после повторных определений;</p> <p>X_{ref} — принимаемое эталонное значение на сухое вещество;</p> <p>\bar{X} — среднее общее на сухое вещество;</p> <p>η — коэффициент восстановления;</p> <p>s_R — стандартное отклонение воспроизводимости на сухое вещество;</p> <p>CV_R — коэффициент отклонения воспроизводимости;</p> <p>S_r — стандартное отклонение повторяемости на сухое вещество;</p> <p>CV_r — коэффициент отклонения повторяемости;</p> <p>па — нет данных.</p> | | | | | | | | | | | |

Таблица В.2 — Данные по производительности для хлора

| Проба | Вещество | <i>I</i> | <i>n</i> | <i>o</i> , % | X_{ref} , % | \bar{X} , % | η , % | s_R , % | CV_R , % | S_r , % | CV_r , % |
|-------|--|----------|----------|--------------|---------------|---------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|
| A | Твердое топливо из бытовых отходов из измельченных шин | 138 | 13 | 11,5 | па | 0,050 | па | 0,024 | 48,0 | 0,016 | 32,0 |

Окончание таблицы В.2

| Проба | Вещество | <i>l</i> | <i>n</i> | <i>o</i> , % | X_{ref} % | \bar{X} , % | η , % | s_R , % | CV_R , % | $S_{f'}$, % | $CV_{f'}$, % |
|--------------------------------|---|----------|----------|--------------|-------------|---------------|------------|-----------|------------|--------------|---------------|
| В | Твердое топливо из бытовых отходов из древесных спилов | 156 | 14 | 7,1 | на | 0,294 | на | 0,056 | 19,0 | 0,044 | 15,0 |
| С | Твердое топливо из бытовых отходов из осадка сточных вод | 156 | 14 | 7,1 | на | 0,311 | на | 0,087 | 28,0 | 0,027 | 8,70 |
| Д | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов | 156 | 14 | 7,1 | на | 0,571 | на | 0,153 | 26,8 | 0,102 | 17,9 |
| Е | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика) | 156 | 14 | 7,1 | на | 0,932 | на | 0,181 | 19,4 | 0,099 | 10,6 |
| Обозначения — см. таблицу В.1. | | | | | | | | | | | |

Таблица В.3 — Данные по производительности для брома

| Проба | Вещество | <i>l</i> | <i>n</i> | <i>o</i> , % | X_{ref} % | \bar{X} , % | η , % | s_R , % | CV_R , % | $S_{f'}$, % | $CV_{f'}$, % |
|--------------------------------|---|----------|----------|--------------|-------------|---------------|------------|-----------|------------|--------------|---------------|
| А | Твердое топливо из бытовых отходов из измельченных шин | 114 | 10 | 5,0 | на | 0,030 | на | 0,0138 | 46,0 | 0,0067 | 22,2 |
| В | Твердое топливо из бытовых отходов из древесных спилов | 49 | 5 | 18,3 | на | 0,0027 | на | 0,0012 | 4,40 | 0,0006 | 2,20 |
| С | ТТБО из осадка сточных вод | 60 | 6 | 16,7 | на | 0,0029 | на | 0,0008 | 27,6 | 0,0003 | 10,3 |
| Д | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов | 65 | 7 | 22,6 | на | 0,0065 | на | 0,0024 | 36,9 | 0,0024 | 36,9 |
| Е | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика) | 76 | 7 | 9,5 | на | 0,0110 | на | 0,0042 | 38,2 | 0,0042 | 38,2 |
| Обозначения — см. таблицу В.1. | | | | | | | | | | | |

Таблица В.4 — Данные по производительности для фтора

| Проба | Вещество | <i>l</i> | <i>n</i> | <i>o</i> , % | X_{ref} % | \bar{X} , % | η , % | s_R , % | CV_R , % | $S_{f'}$, % | $CV_{f'}$, % |
|-------|--|----------|----------|--------------|-------------|---------------|------------|-----------|------------|--------------|---------------|
| А | Твердое топливо из бытовых отходов из измельченных шин | 92 | 8 | 4,2 | на | 0,0063 | на | 0,0098 | 156 | 0,0059 | 93,7 |
| В | Твердое топливо из бытовых отходов из древесных спилов | 86 | 9 | 20,4 | на | 0,0027 | на | 0,0005 | 18,5 | 0,0005 | 18,5 |
| С | Твердое топливо из бытовых отходов из осадка сточных вод | 144 | 12 | 0,0 | на | 0,0311 | на | 0,0106 | 34,1 | 0,0051 | 16,4 |

Окончание таблицы В.4

| Проба | Вещество | l | n | $\alpha, \%$ | $X_{\text{ref}}, \%$ | $\bar{X}, \%$ | $\eta, \%$ | $s_R, \%$ | $CV_R, \%$ | $S_t, \%$ | $CV_t, \%$ |
|--------------------------------|---|-----|-----|--------------|----------------------|---------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|
| D | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов | 118 | 11 | 10,6 | па | 0,0098 | па | 0,0026 | 26,5 | 0,0019 | 19,4 |
| E | Твердое топливо из бытовых отходов из муниципальных отходов (бумаги и пластика) | 117 | 11 | 11,4 | па | 0,0100 | па | 0,0053 | 53,0 | 0,0048 | 48,0 |
| Обозначения — см. таблицу В.1. | | | | | | | | | | | |

**Приложение С
(справочное)****Основные результаты испытаний на производительность**

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 параметров на результаты испытаний.

Проведенные исследования показали, что метод неприменим для некоторых видов твердого топлива из бытовых отходов (например, содержащих резину), потому что пеллеты имеют тенденцию ломаться при горении. При работе с твердым топливом из бытовых отходов, содержащим подобные материалы, есть целесообразность проверить, происходит ли сжигание количественно. Кроме того, можно собрать газы после сжигания в сосуд с сорбционным раствором.

При увеличении размера гранул снижается повторяемость при определении брома и хлора, а также серы. При необходимости получения высокой повторяемости следует работать с гранулами не больше 0,5 мм.

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
(ISO 5725-2:1994) [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, хлор, бром, фтор, сера, метод определения

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 11.09.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

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