

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54226—  
2010  
(CEN/TS 15408:2006)

---

**Топливо твердое из бытовых отходов**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ (S),**  
**ХЛОРА (Cl), ФТОРА (F) И БРОМА (Br)**

CEN/TS 15408:2006  
Solid recovered fuels — Methods for the determination  
of sulphur (S), chlorine (Cl), fluorine (F) and bromine (Br) content  
(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## 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 международного 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. № 1025-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу СЕН/ТС 15408:2006 «Топливо твердое из бытовых отходов. Определение содержания серы (S), хлора (Cl), фтора (F) и брома (Br)» (CEN/TS 15408:2006 «Solid recovered fuels — Method for the determination of sulphur (S), chlorine (Cl), fluorine (F) and bromine (Br) 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 . . . . .	2
4 Требования по безопасности . . . . .	2
5 Сущность метода . . . . .	2
6 Оборудование и требования к нему . . . . .	2
7 Реактивы . . . . .	3
8 Помехи и источники ошибок . . . . .	4
9 Проведение испытания . . . . .	4
10 Обработка результатов . . . . .	5
11 Контроль качества . . . . .	5
12 Протокол испытаний . . . . .	5
Приложение А (обязательное) Руководство. Характеристики лабораторной пробы для проведения химического анализа твердого топлива из бытовых отходов . . . . .	6

## 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 могут использоваться инструментальные методы анализа. Также могут быть использованы другие методы при условии, что они дают такие же результаты.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

Топливо твердое из бытовых отходов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ (S), ХЛОРА (Cl), ФТОРА (F)  
И БРОМА (Br)

Solid recovered fuels. Determination of  
sulphur (S), chlorine (Cl), fluorine (F) and bromine (Br) content

---

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения 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. Также могут быть использованы другие методы при условии, что они дают аналогичные результаты.

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.

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 стандарты:

ГОСТ Р 54229—2010 (CEN/TS 15413:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки образца 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 Р 51760—2001 Тара потребительская полимерная. Общие технические условия

ГОСТ Р 52181—2003 Вода питьевая. Определение содержания анионов методами ионной хроматографии и капиллярного электрофореза

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ 147—95 Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

ГОСТ 4245—72 Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов

ГОСТ 4386—89 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов

ГОСТ 5583—78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 23268.15—78 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения бромид-ионов

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

*П р и м е ч а н и е* — При использовании 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 использовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 54235, в том числе 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.

*П р и м е ч а н и е* — Приведенное определение справедливо только для данного стандарта и не соответствует научному определению содержания галогенов.

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

### 4 Требования по безопасности

Правила обращения с потенциально опасными материалами описаны в соответствующих национальных и международных документах, которым должна следовать 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 п. 2. Бром предпочтительно определяют методом ICP-MS (масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой), так как при сжигании в кислороде образуются некоторые окисленные формы брома.

### 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 (коммерчески доступны бомбы для сжигания, устойчивые к хлору).

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

6.2 Весы — по ГОСТ Р 53228:

- 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—68. Реактивы не должны содержать серу и галогены.

7.1 Вода, 2-й 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 второй степени чистоты хранят в герметически закрытой таре из полиэтилена высокого давления, полипропилена или боросиликатного стекла по ГОСТ Р 51760, предварительно промытой водой той же степени чистоты.

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 > 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 рентген-флуоресцентного 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 разбавляют 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.

## 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 Р 54229.

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 Р 54229.

Поскольку результат определения должен быть представлен в пересчете на сухое состояние топлива, одновременно с испытанием пробы из отдельной навески проводят определение содержания влаги по ГОСТ Р 54233.

### 9.3 Сжигание в бомбе

Оборудование подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Отбирают навеску пробы массой около 1 г и с помощью ручного пресса прессуют из навески прочную таблетку. Взвешивают таблетку на весах с точностью взвешивания 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 < 1 % и не предусмотрено определение брома, вместо раствора КОН гидроксида калия можно использовать воду.

Проводят сжигание навески пробы (ГОСТ 147), после чего в течение, как минимум, 10 мин дают системе остыть до комнатной температуры. Открывают бомбу, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки.

Определяют хлориды, фториды, сульфаты и бромиды по ГОСТ Р 52181, ГОСТ 4245, ГОСТ 4386, ГОСТ 23268.15.

### 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 месяца 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/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  — концентрация хлора (фтора, брома) в растворе холостого опыта, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора, дм<sup>3</sup>;

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

$W^a$  — массовая доля влаги в анализируемой пробе, определенная по ГОСТ Р 54233, %.

### 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  $C$  — концентрация сульфат-иона в растворе анализируемой пробы, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  — концентрация сульфат-иона в растворе холостого опыта, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора, дм<sup>3</sup>;

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

$W^a$  — массовая доля влаги в анализируемой пробе, определенная по ГОСТ Р 54233, %;

0,3338 — стехиометрическое отношение масс серы и сульфат-иона.

## 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 трижды 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 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) сведения о лаборатории, проводившей испытания;
- б) идентификацию и описание пробы;
- в) дату поступления пробы и дату (даты) выполнения испытания;
- г) ссылку на настоящий стандарт;
- д) ссылку на стандартные методы определения каждого элемента;
- е) результаты испытаний в соответствии с разделом 10;
- ж) процедуры, проводившиеся при испытаниях, не описанные в данном стандарте или необязательные, а также любые другие факторы, которые могли повлиять на результаты;
- з) 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 А1.

**П р и м е ч а н и е** — 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 установлены максимальное количество лабораторной пробы, необходимое для испытаний, — 10 кг и максимальный размер частиц лабораторной пробы — 1 см.

**Т а б л и ц а 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	»	»	Пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы	400	»	»	То же
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	Пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы, исключая Hg	500	То же	То же	Пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg	600	»	»	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет
Макроэлементы + следовые элементы + Hg + металлический Al	700	»	»	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый сосуд или пакет
Полный анализ	800	»	»	Стеклянный сосуд (100 г) + пластиковый (без ПВХ) сосуд или пакет
* Для сохранения представительности пробы максимальный размер частиц, мм, должен соотноситься с количеством лабораторной пробы, г. Соотношение между этими величинами регламентировано в ГОСТ Р 54229—2010 CEN/TS 15413:2006.				

---

УДК 662.6:543.812:006.354

ОКС 75.160.10

А19

ОКП 02 5149

Ключевые слова: твердое топливо из бытовых отходов, хлор, бром, фтор, сера, метод определения

---

Редактор *М.Р. Холодкова*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.04.2012. Подписано в печать 25.04.2012. Формат 60х84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 124 экз. Зак. 395.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.