
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
57699—
2017

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Определение содержания углеводородов
гравиметрическим методом анализа

(EN 14345:2004, NEQ)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий (ФГУП «ВНИИ СМТ») совместно с ООО «Инновационный экологический фонд» (ООО «ИНЭКО»)

2 ВНЕСЕН подкомитетом «Обращение с отходами» Технического комитета по стандартизации ТК 409 «Охрана окружающей природной среды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2017 г. № 1204-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 14345:2004 «Характеристика отходов. Определение содержания углеводородов гравиметрическим методом анализа» (EN 14345:2004 «Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehalts mittels Gravimetrie», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

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 применения1
2 Нормативные ссылки1
3 Термины и определения2
4 Общие положения2
5 Требования к используемым реактивам и материалам2
6 Требования к лабораторному оборудованию3
7 Требования к проведению анализа3
8 Требования безопасности при проведении анализа6
Приложение А (справочное) Учет труднолетучих углеводородов7
Приложение Б (справочное) Водосодержащие отходы8
Приложение В (справочное) Порядок проведения анализа9
Приложение Г (справочное) Дополнительные рекомендации по отбору проб твердых отходов10
Библиография11

Введение

Настоящий стандарт разработан на основе европейского стандарта ЕН 14345:2004 [1], подготовленного Техническим комитетом CEN/TC 292 «Характеристика отходов», секретариат которого поддерживается Бюро по стандартизации NBN (Бельгия). Данные, полученные в результате гравиметрического метода анализа, не могут быть сопоставимы с результатами, полученными при использовании метода инфракрасной спектроскопии.

При проведении анализа отходов и шламов (определении любых показателей) лицо, осуществляющее анализ, должно ознакомиться с основными рисками, возникающими при обращении с этими материалами. Пробы отходов и шламов могут содержать опасные (например, токсичные, химически активные, огнеопасные, инфицированные) компоненты, обладающие высокой биологической и химической реакционной способностью. Поэтому при работе с пробами этих материалов следует соблюдать особую осторожность. Кроме того, в результате микробиологической или химической активности материалов могут образовываться горючие газы, которые приводят к избыточному давлению в закрытых сосудах. При взрыве сосудов могут образовываться опасные осколки, пыль и/или аэрозоли. Требования национальных стандартов следует соблюдать при возникновении всех рисков, связанных с процедурами анализа отходов и шламов.

Объектом стандартизации является ресурсосбережение, предметом стандартизации — обращение с отходами, аспектом стандартизации — определение содержания углеводородов гравиметрическим методом анализа.

Настоящий стандарт является незквивалентным по отношению к аналогу: введены ссылки на национальные стандарты Российской Федерации и уточнена структура стандарта.

Установление надлежащего порядка обеспечения техники безопасности и охраны труда при проведении анализа относится к сферам непосредственной ответственности пользователей настоящим стандартом.

Приложения А—Г являются справочными.

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Определение содержания углеводородов гравиметрическим методом анализа

Resources saving. Waste treatment. Determination of hydrocarbon content by gravimetry

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к использованию гравиметрического метода анализа с использованием галогенированных растворителей, например 1,1,2-трихлор-1,2,2-трифторметана или тетрахлорметана, для определения содержания углеводородов в образцах отходов и шламов.

Настоящий стандарт распространяется на гравиметрический метод анализа образцов отходов и шламов, содержащих большие количества относительно тяжелых углеводородов с точкой кипения, превышающей 250 °C.

Настоящий стандарт не распространяется на сточные воды.

Требования, установленные настоящим стандартом, предназначены для добровольного применения в нормативно-правовой, нормативной, технической и проектно-конструкторской документации, а также в научно-технической, учебной и справочной литературе применительно к процессам обращения с отходами на этапах их технологического цикла с вовлечением соответствующих материальных ресурсов в хозяйственную деятельность в качестве вторичного сырья, обеспечивая при этом сохранение и защиту окружающей среды, здоровья и жизни людей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 30772 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Термины и определения

ГОСТ 31886 Принципы надлежащей лабораторной практики (GLP). Применение Принципов GLP к краткосрочным исследованиям

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

ГОСТ Р 52104 Ресурсосбережение. Термины и определения

ГОСТ Р 53691 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Паспорт отхода I-IV класса опасности. Основные требования

ГОСТ Р 53692 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов

ГОСТ Р 54098 Ресурсосбережение. Вторичные материальные ресурсы. Термины и определения

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом

утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины по ГОСТ Р 52104, ГОСТ Р 53691, ГОСТ Р 53692, ГОСТ Р 54098, ГОСТ 30772, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 содержание углеводородов, определенное гравиметрическим методом анализа: Сумма соединений, которые могут быть экстрагированы с помощью ацетона и петролейного эфира и ацетона в объемном соотношении 2:1, которые не адсорбируются на флоксиле и не испаряются в процессе сушки.

Причина

1 Для упрощения выражения «содержание углеводородов, определенное гравиметрическим методом анализа» далее используется сочетание «содержание углеводородов».

2 Вещества, подпадающие под это определение, включают неполярные, содержащие длинную или разветвленную цепь (алифатические, алициклические, полициклические или алкилизамещенные ароматические соединения) углеводородов.

3 Это определение отличается от приведенного в [2].

3.2

принципы надлежащей лабораторной практики (Good Laboratory Practice (GLP): Система обеспечения качества, имеющая отношение к процессам организации, планирования, порядку проведения и контролю испытаний в области охраны здоровья человека и безопасности окружающей среды, а также оформления, архивирования и представления результатов этих испытаний.

[ГОСТ Р 53434—2009, статья 2.1.1]

Причина

1 В ГОСТ 31886 термин «надлежащая практика» используется без определения.

2 В Российской Федерации получил распространение (без определения термина) синоним «добропроводная практика» (ГОСТ Р 54884, ГОСТ Р 54887), что учтено и в настоящем стандарте.

4 Общие положения

4.1 Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения содержания в твердых отходах углеводородов, превышающих 0,5 % (м/м) в пересчете на сухое вещество.

4.2 Гравиметрический метод не позволяет качественно оценить природу и происхождение углеводородов.

Причина — Пробы, выделенные из жидкого отхода (шламов), могут быть проанализированы по [2] или по методу, описание которого приводится в приложении Б.

4.3 В зависимости от вида отходов известное количество гомогенизированной пробы экстрагируют посредством двукратного механического встряхивания с ацетоном и петролейным эфиром (2:1).

4.3.1 Полученные экстракты дважды экстрагируют водой.

4.3.2 Полярные соединения извлекают с помощью колоночной хроматографии, применяя флоксил.

4.3.3 Конечный экстракт упаривают досуха; массу остатка определяют взвешиванием.

5 Требования к используемым реактивам и материалам

5.1 Химические реактивы

5.1.1 Предназначенные для анализа реактивы должны быть чистыми. Следует применять воду, которая соответствует, по меньшей мере, уровню качества 3 в соответствии с [3].

5.2 Ацетон $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$.

5.3 Петролейный эфир (температура кипения 40 °С—60 °С).

П р и м е ч а н и е — Можно использовать другие растворители, имеющие температурный интервал кипения от 36 °С до 69 °С, если при их использовании будет достигнута сравнимая эффективность экстракции.

5.4 Флорисил 100/60 меш, с размером частиц от 150 до 250 мкм, нагревают в течение 16 ч при 140 °С и выдерживают в эксикаторе над молекулярным ситом. В качестве альтернативы используют обычные патроны с 2 г флорисила и 2 г сульфата натрия.

П р и м е ч а н и е — Флорисил — торговое название обработанного кизельгуря, состоящего в основном из безводного силиката магния. Эта информация носит только информационный характер в рамках данного европейского стандарта и не означает признание CEN указанного продукта. Могут быть использованы эквивалентные продукты, если они наглядно дают сопоставимые результаты.

5.5 Безводный сульфат натрия Na_2SO_4 нагревают не менее 2 ч при 550 °С.

5.6 Раствор октадецилового эфира (n-Octadecansäureoctadecylester, $\text{C}_{38}\text{H}_{72}\text{O}_2$). В 100 мл петролейного эфира (5.3) растворяют 2 г октадецилового эфира (n-Octadecansäureoctadecylester, $\text{C}_{38}\text{H}_{72}\text{O}_2$).

5.7 Стандартный раствор углеводородов для контрольных испытаний.

В 100 мл петролейного эфира (5.3) растворяют 2 г тяжелого нефтяного топлива, например смазочного масла без каких-либо добавок.

5.8 Тампон из предварительно промытой стекловаты или спекшейся массы (агломерата) ПТФЭ (политетрафторэтилена) набивают в колонку (6.10). Затем последовательно добавляют 2 г флорисила (5.4) и 2 г сульфата натрия (5.5). Колонка должна быть подготовлена непосредственно перед использованием.

6 Требования к лабораторному оборудованию

6.1 Стандартные лабораторные приборы из стекла должны быть перед использованием высушены в сушильном шкафу при температуре 105 °С или промыты ацетоном (5.2) и высушены.

6.2 Встряхиватель, например горизонтальный или ротационный.

6.3 Выпарной аппарат, например ротационный испаритель.

6.4 Аналитические весы неавтоматического действия (погрешность не менее 1 мг, согласно ГОСТ Р 53228).

6.5 Стеклянная экстракционная емкость вместимостью, по крайней мере, 100 мл, с притертой пробкой или колпачками, с вкладышами из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

6.6 Колбы Эрленмейера вместимостью 100 мл или 250 мл, со шлифованной стеклянной пробкой.

6.7 Делительная воронка объемом 500 мл, со шлифованной стеклянной пробкой.

6.8 Стеклянная емкость для выпаривания, например круглая стеклянная колба объемом 100 мл или 250 мл.

6.9 Стеклянный стакан, 25 мл.

6.10 Хроматографическая колонка для очистки: следует применять стеклянную колонку примерно 10 мм внутреннего диаметра. Верхняя часть колонки должна быть расширена для приема растворителей, нижняя — сужена и иметь конусообразное сужение.

7 Требования к проведению анализа

7.1 Хранение и предварительная обработка проб

7.1.1 Пробы следует хранить при температуре около 4 °С в закрытом сосуде в темном месте и экстрагировать в течение одной недели. Если это невозможно, то пробы следует хранить при температуре минус 18 °С или ниже.

7.1.2 Перед анализом пробы следует гомогенизировать.

7.2 Холостой опыт

Для каждой серии проб следует провести холостой опыт в соответствии с 10.3. При этом используются все те же реагенты и создаются те же условия, что и в основном опыте, но в отсутствие пробы. Если значения определяемого вещества, полученные в холостом опыте, превышают 0,1 % от основной пробы (20 мг для типичной массы пробы 20 г), то выверяют каждый шаг опыта, чтобы найти причину высоких значений.

7.3 Сухое вещество

Сухое вещество определяется в соответствии с ЕН 14346 [4] для отдельной выборочной пробы (или для каждой фазы, если проводили разделение по фазам). Если пробы представляет собой стабильную эмульсию, то анализ осуществляется без разделения по фазам.

7.4 Экстракция

С точностью до 0,1 г следует отвесить около 20 г гомогенизированной пробы в стеклянную емкость для экстракции (6.5). После этого необходимо добавить (40 ± 1) мл ацетона (5.2). После краткого ручного перемешивания добавляют $(20 \pm 0,1)$ мл петролейного эфира (5.3). Пробу экстрагируют в течение определенного периода времени (от 10 до 15 мин) во встряхивателе (6.2) или вручную (при этом время экстракции следует увеличить). После отстаивания и оседания твердых частиц верхнюю часть переносят в делительную воронку (6.7). Экстракцию повторяют с теми же объемами свежего растворителя. Экстракты объединяют. Ацетон удаляют посредством двукратной промывки по 100 мл воды. Органическую фазу собирают в колбы Эрленмейера (6.6). Сульфат натрия добавляют в таком количестве (5.5), чтобы не образовались комки.

П р и м е ч а н и я

1 Можно использовать альтернативные методы экстракции, например ультразвуковую экстракцию или экстракцию растворителем, если они дают сравнимые результаты экстракции.

2 Чтобы улучшить и ускорить разделение фаз, можно применять центрифугирование, придерживаясь необходимых мер безопасности, в частности в связи с использованием горючих растворителей.

3 Дополнительные рекомендации по отбору проб установлены в приложении Г.

7.5 Методы очистки

Очистительная колонка должна быть заполнена флокулятором в соответствии с 7.8. Затем сверху колонки добавляют экстракт. Колбу Эрленмейера с сульфатом натрия дважды промывают 5 мл петролейного эфира, который также пропускают через колонку. Полученный элюат собирают в стеклянный выпарной аппарат (6.8). Колонку дважды промывают 5 мл петролейного эфира. Этот элюат также переносят в стеклянный выпарной аппарат (6.8).

П р и м е ч а н и е — Альтернативно можно использовать обычный патрон с 2 г флокулятора и 2 г сульфата натрия.

7.6 Гравиметрическое определение содержания углеводородов

Экстракт концентрируют с помощью соответствующего испарительного устройства (6.3) до небольшого объема, но не выпаривают досуха. Концентрированный экстракт переносят в мерный стакан объемом 25 мл (6.9). Выпарной аппарат ополаскивают трижды небольшим количеством петролейного эфира (5.3). Промывочную жидкость добавляют в стакан. Стакан помещают в водяную баню и растворитель выпаривают в вытяжном шкафу до 1—2 мл. Стакан нагревают в сушильном шкафу в течение $(15 \pm 0,5)$ мин при температуре (80 ± 2) °С. Стакан извлекают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Массы m_2 экстракционного остатка определяют по разности.

П р и м е ч а н и е — При наличии среднепетутических углеводородов, например дизельного масла, сушку при 80 °С не производят, а применяют способ, указанный в приложении А.

7.7 Расчет и оценка результатов

7.7.1 Содержание углеводородов в расчете на массу рассчитывают для каждой фазы по формуле

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \cdot 100\% \cdot 100\%, \quad (1)$$

где w — содержание углеводородов по массе в пробе, в процентах, в пересчете на массу сухого вещества;

m_0 — масса экстракционного остатка холостой пробы, в граммах, в соответствии с 7.2;

m_1 — масса отобранный для анализа пробы, в граммах;

m_2 — масса экстракционного остатка, в граммах;

w_{dm} — масса сухого вещества исходной пробы в соответствии с 7.3, в процентах.

7.7.2 Результат округляется до 0,1 %. При наличии в пробе двух или более фаз содержание углеводородов в исходной пробе рассчитывается соответственно сухому веществу фазы.

П р и м е ч а н и е — Результаты могут быть выражены в % или в г/кг в пересчете на исходный образец, если этого требуют национальные стандарты.

7.8 Контроль качества

7.8.1 Контроль качества реагента

Контроль качества следует проводить для каждой партии флорисила следующим образом (если используются патроны флорисил, то их также проверяют): 10 мл раствора октадецилового эфира (*n*-Octadecansäureoctadecylester, $C_{38}H_{72}O_2$) (5.6) переносят с помощью пипетки в коническую колбу Эрленмейера (6.6) и добавляют 40 мл петролейного эфира (5.3). В 7.5 и 7.6 приводится описание опасности этих процедур. Масса остатка m_2 не должна превышать 10 мг (менее 5 % от первоначального содержания эфиров жирных кислот). Если степень восстановления октадецилового эфира (*n*-Octadecansäureoctadecylester, $C_{38}H_{72}O_2$) более 5 %, то в соответствии с 5.4 активируют флорисил и испытание проводят повторно. Если при этой повторной проверке этот критерий не выполняется, то следует отказаться от данной партии флорисила.

7.8.2 Стандартный раствор

Стандартный раствор для определения углеводородов (5.7) должен быть проверен для каждой партии флорисила с помощью следующей процедуры (если используются патроны флорисил, то обнаружение производят аналогичным образом): 10 мл стандартного раствора углеводородов (5.7) переносят пипеткой в коническую колбу Эрленмейера (5.6) и добавляют 40 мл петролейного эфира (5.3). Опасности этой процедуры описаны в разделах 7.5 и 7.6. Масса остатка m должна составлять не менее 160 мг (процент обнаружения превышает 80 %).

Если процент определения содержания углеводородов стандартным раствором ниже 80 %, то флорисил активируют в соответствии с 5.4 и испытание повторяют. Если при этой повторной проверке этот критерий не выполняется, то следует отказаться от данной партии флорисила.

7.9 Параметры метода

В таблице 7.1 приведены параметры метода, полученные в 2003 году в европейском институте.

Т а б л и ц а 7.1 — Параметры для определения содержания углеводородов в отходах с помощью гравиметрического метода анализа

Материал	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>f</i> , %	<i>w:w</i> , %	<i>CV_R</i> , %	<i>CV_R</i> , %
Загрязненная почва	21	42	0	1,33	7,44	19,59
Шлам из установок для физико-химической обработки отходов	21	42	0	8,09	12,16	33,74

где *l* — число участвующих лабораторий;

n — число аналитических показателей после исключения грубых промахов;

f — количество грубых промахов в процентах;

CV_R — стандартное отклонение повторяемости;

CV_R — стандартное отклонение сравнимости.

7.10 Последовательность проведения анализа приведена в приложении В на рисунке В.1.

7.11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать, как минимум, следующие данные:

- ссылка на настоящий стандарт;
- указание на примененный метод экстракции (встряхивание, ультразвук, другое) и на процесс очистки;
- описание и идентификация пробы;
- результаты анализа определения содержания углеводородов;
- все данные, которые не указаны в настоящем стандарте, или которые были выбраны произвольно, а также все обстоятельства, которые могли повлиять на результаты;
- ссылки на приложения А—Г, если они использовались.

8 Требования безопасности при проведении анализа

8.1 Ацетон и петролейный эфир являются легковоспламеняющимися растворителями, поэтому обращение с ними требует осторожности, особенно при центрифугировании. Во время экстракции в экстракционной емкости может повышаться давление. Его необходимо снизить, открыть емкость в вытяжном шкафу. При использовании петролейного эфира с учетом его токсичности следует избегать его попадания на кожу и в глаза, а также вдыхания его паров.

8.2 Возможные источники ошибок

При высоких концентрациях полярных соединений, например животных и растительных жиров и масел, адсорбционная емкость используемого флокулятора может быть превышена. Массовая доля таких соединений до 1,0 % не влияет на определение содержания углеводородов.

8.3 Пробы отходов и шламов могут содержать токсичные, химически активные, огнеопасные, инфицированные ингредиенты, которые могут привести к развитию биологических и (или) химических реакций. Поэтому при работе с пробами этих материалов следует соблюдать особую осторожность. По причине микробиологической или химической активности материалов могут образовываться горючие газы, которые приводят к избыточному давлению в закупоренных емкостях. Разорвавшиеся емкости могут быть причиной возникновения опасных осколков, пыли и (или) аэрозолей. В связи с этим следует учитывать все риски, связанные с анализами отходов и шламов.

Приложение А
(справочное)

Учет труднолетучих углеводородов

А.1 Наличие в пробе труднолетучих углеводородов (например, дизельного топлива) может привести (в соответствии с установленным в 7.6 методом выпаривания) к потере низкокипящих компонентов смеси углеводородов и, следовательно, к занижению показателя содержания углеводородов.

А.2 Эта ошибка сводится к минимуму, если конечную стадию выпаривания (15 мин при 80 °С) после выпаривания растворителя на 1—2 мл заменяют на выпаривание при температуре окружающей среды

А.3 Слабый поток инертного газа (например, азота) продувают в течение 5 мин к поверхности жидкости; затем стаканы взвешивают.

А.4 Стакан следует оставить еще на 5 мин в потоке газа, а затем снова взвесить.

А.5 Если разность двух нетто-масс составляет менее 5 % от второго значения, то второе значение записывают в качестве массы экстракционного остатка m_2 (см. рисунок А.1).

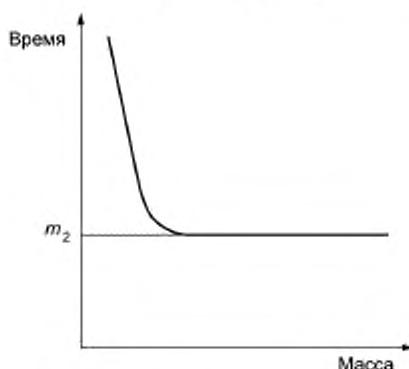


Рисунок А.1 — Анализируемая проба, содержащая тяжелое моторное топливо

А.6 Если разница составляет более 5 %, что указывает на наличие среднелетучих соединений, то эту процедуру повторяют и записывают полученные массы. Эти массы наносят на график в зависимости от времени. На прямолинейной части кривая после точки перегиба проецируется обратно на ось ординат (масса). Точка пересечения показывает массу m_2 , которая используется в формуле (1), подраздел 7.7 (см. рисунок А.2).

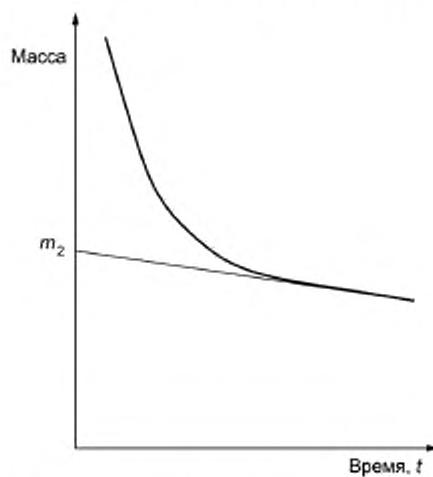


Рисунок А.2 — Анализируемая проба, содержащая дизельное топливо

Приложение Б
(справочное)

Водосодержащие отходы

Гомогенизированные жидкие отходы с содержанием сухого вещества примерно 20 г (например, 400 г жидких отходов с содержанием сухого вещества около 5 %) подают в делительную воронку (6.7). Добавляют около 50 мл петролейного эфира (5.3). После этого пробу экстрагируют путем встряхивания в течение 10—15 мин. После разделения фаз органическую фазу переносят в коническую колбу (6.6). Экстракцию повторяют с теми же объемами свежего растворителя. Экстракты объединяют. Добавляют достаточное количество сульфата натрия (5.5), чтобы комочки больше не образовывались. Экстракт очищают и определяют содержание углеводородов по 7.5 и 7.6.

При меч ани е — Этот вид отходов обычно представляет собой жидкий шлам с небольшим количеством (около 5 %—10 %) очень тонких твердых веществ, которые обычно сложно отделить путем фильтрации или центрифugирования. Если пробы имеют лишь незначительную массовую долю сухого вещества, например, менее 0,5 %, то следует применять другой подходящий способ.

Приложение В
(справочное)

Порядок проведения анализа

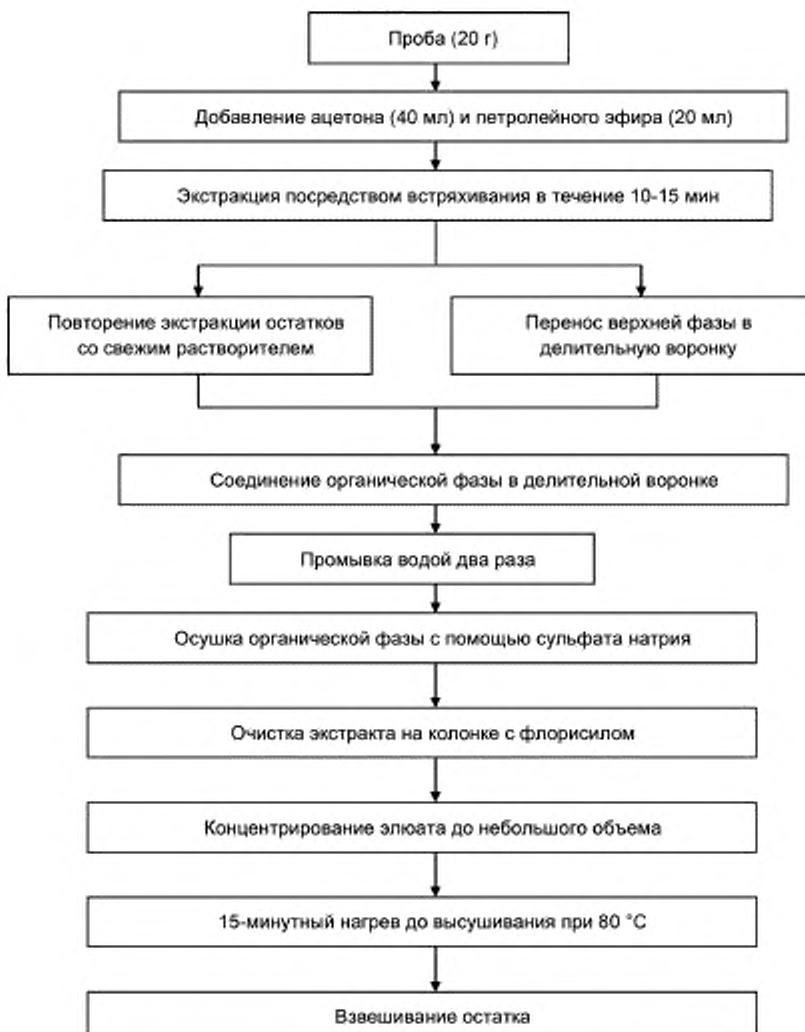


Рисунок В.1 — Порядок проведения анализа

Приложение Г
(справочное)

Дополнительные рекомендации по отбору проб твердых отходов

Г.1 Емкость для отбора проб должна быть сухой и очищенной от растворителей и других загрязняющих веществ.

Г.2 Для отбора проб следует использовать емкость из темного стекла с широким горлом и стеклянной шлифованной пробкой.

Г.3 Транспортирование отобранный пробы осуществляют в темном и холодном месте.

Г.4 Хранение отобранный пробы осуществляют в темном месте при 4 °С не более одной недели. В случае длительного хранения пробу хранят в морозильной камере при температуре минус 18 °С.

Г.5 Если полностью исключены потери углеводородов, можно применять сушку, желательно сублимационную.

Г.6 Оптимальным размером частиц при просеивании являются частицы размером менее 2 мм. Уменьшение размера частиц допускается только в том случае, если полностью исключены потери углеводородов.

Г.7 Отобранные пробы можно использовать для определения углеводородов, галогенов и серы, сухого вещества. В зависимости от количества анализируемых параметров следует увеличить количество образцов.

Библиография

- [1] ЕН 14345:2004
 (EN 14345:2004) Характеристика отходов. Определение содержания углеводородов гравиметрическим методом анализа
 (Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehalts mittels Gravimetrie)
- [2] ЕН 14039:2005
 (EN 14039:2005) Характеристика отходов. Определение содержания углеводородов от C_{10} до C_{40} методом газовой хроматографии
 (Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C_{10} bis C_{40} mittels Gaschromatographie)
- [3] ЕН ИСО 3696:1987
 (EN ISO 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические характеристики и методы испытаний
 (Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987))
- [4] prЕН 14346:2004-07
 (prEN 14346:2004-07) Характеристика отходов. Определение сухого остатка и влагосодержания
 (Charakterisierung von Abfällen—Bestimmung des Trockenrückstandes und Wassergehalts)

Ключевые слова: ресурсосбережение, отходы, обращение с отходами, гравиметрический метод, метод анализа, содержание углеводородов

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.07.2019. Подписано в печать 01.08.2019. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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