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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32988— 2014 (EN 14775:2009)

БИОТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Определение зольности

(EN 14775:2009, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

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. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

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 перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 апреля 2015 г. № 285-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32988—2014 (EN 14775:2009) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому стандарту EN 14775:2009 «Биотопливо твердое. Определение зольности» («Solid biofuels — Determination of ash content», MOD) путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ТС 335 «Биотопливо твердое» Европейского комитета по стандартизации (CEN)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 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»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 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 . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Аппаратура . . . 2
6 Подготовка пробы . . . 2
7 Проведение испытаний . . . 2
8 Обработка результатов . . . 3
9 Прецизионность . . . 3
10 Протокол испытаний . . . 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БИОТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Определение зольности

Solid biofuels. Determination of ash content

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды твердого биотоплива и устанавливает метод определения зольности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ ISO 1171[1)] *Топливо твердое минеральное. Определение зольности*

ГОСТ 32975.3 (EN 14774-3:2009) Биотопливо твердое. Определения содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ 33104 (EN 14588:2010) Биотопливо твердое. Термины и определения

ГОСТ 33255 (EN 14780:2011) Биотопливо твердое. Методы подготовки проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям 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 33104*, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **зольность *на сухое состояние*** (Ash content *on dry basis*): Масса твердого неорганического остатка, образующегося после полного сгорания навески топлива в установленных условиях, отнесенная к массе сухой навески и выраженная в процентах.

[1)] *В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55661—2013 (ИСО 1171:2010).*

Издание официальное

4 Сущность метода

Зольность определяют расчетным путем, исходя из массы остатка, образовавшегося после сжигания навески биотоплива при свободном доступе воздуха и температуре (550 ± 10) °С. Величины массы навески, скорости и продолжительности нагрева и конечной температуры установлены настоящим стандартом.

Автоматическое оборудование может быть использовано, если метод проверен на стандартных образцах биомассы, схожей по типу с биомассой анализируемого топлива. Это оборудование должно отвечать всем требованиям, приведенным в разделе 7, касающимся массы навески, процедуры нагрева, температуры, атмосферы и точности взвешивания.

Примечание — Отличие величины зольности, определенной при 815 °С по *ГОСТ ISO 1171*, от величины зольности, определенной при 550 °С, объясняется разложением карбонатов с образованием CO_2, улетучиванием некоторых неорганических соединений и окислением некоторых неорганических соединений. При определении зольности в реальных условиях, например на предприятиях по сжиганию отходов, занижение зольности за счет улетучивания неорганических соединений может быть компенсировано путем учета «золы уноса», в то время как CO_2 и другие газообразные продукты выбрасываются в атмосферу и учтены быть не могут.

5 Аппаратура

5.1 Тигли

Тигли для сжигания из инертного материала, например фарфора, кварца или платины такого размера, чтобы толщина слоя равномерно распределенной в них навески топлива не превышала 0,1 г/см^2.

5.2 Муфельная печь

Муфельная печь, обеспечивающая зону постоянной температуры и скорость нагрева в соответствии с требованиями настоящего стандарта. Вентиляция должна быть такой, чтобы не было недостатка кислорода при озолении.

Примечание — Скорость обмена воздуха в муфельной печи должна составлять от 5 до 10 рабочих объемов печи в минуту.

5.3 Весы

Весы лабораторные по *ГОСТ OIML R 76-1* с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

5.4 Эксикатор

Эксикатор с осушителем.

Примечание — Золы твердых биотоплив очень гигроскопичны и могут абсорбировать влагу, поглощенную осушителем, поэтому состояние осушителя следует проверять часто и при необходимости его регенерировать.

6 Подготовка пробы

Для определения зольности используют аналитическую пробу биотоплива, измельченную до размера частиц 1 мм и менее, подготовленную в соответствии с *ГОСТ 33255*.

Определение зольности проводят:

а) непосредственно из аналитической пробы с одновременным определением массовой доли аналитической влаги по *ГОСТ 32975.3*;

б) из отдельной порции аналитической пробы, высушенной в тех же условиях, в которых определяют массовую долю аналитической влаги. Высушенную порцию сохраняют сухой до взятия навески для определения зольности в закрытом контейнере в эксикаторе.

Примечание — Для некоторых видов биотоплива необходимо готовить для испытания пробу с размером частиц менее 1 мм (например, 0,25 мм) для того, чтобы достичь требуемой прецизионности результатов.

7 Проведение испытаний

7.1 Испытания проводят минимум на двух навесках.

Все взвешивания проводят на весах (5.3) с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

7.2 Прокаливают пустой тигель (5.1) в муфельной печи (5.2) при температуре (550 ± 10) °С не менее 60 мин. После этого вынимают тигель из муфельной печи, дают ему остыть сначала в течение 5—10 мин на пластине из термостойкого материала, а затем в эксикаторе без осушителя до комнатной температуры, после чего взвешивают.

Примечания

1 В муфельной печи разрешается прокаливать несколько тиглей одновременно.

2 Определение зольности при температуре 815 °С проводят по *ГОСТ ISO 1171*.

7.3 Перед началом определения аналитическую пробу тщательно перемешивают. Навеску пробы массой не менее 1 г помещают на дно тигля, распределяя ее ровным слоем. Взвешивают тигель с навеской. Если порция пробы была предварительно высушена по *6 б)*, то тигель с навеской подсушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С, а затем взвешивают, соблюдая все меры предосторожности, предотвращающие абсорбцию влаги.

Примечание — Если ожидают, что зольность пробы очень мала, то для повышения точности проводимого испытания используют навеску большей массы (и большие по размеру тигли).

7.4 Тигель с навеской помещают в холодную муфельную печь. Затем нагревают печь следующим образом:

- повышают температуру равномерно до 250 °С в течение 30—50 мин (т. е. скорость нагрева составляет от 4,5 до 7,5 °С/мин). Поддерживают эту температуру в течение 60 мин для удаления летучих веществ;
- продолжают равномерно повышать температуру до (550 ± 10) °С в течение 30 мин (т. е. скорость нагрева составляет 10 °С/мин) и поддерживают эту температуру в течение не менее 120 мин.

7.5 Вынимают тигель с зольным остатком из муфельной печи. Дают тиглю остыть сначала на пластине из термостойкого материала в течение 5—10 мин, а затем в эксикаторе без осушителя до комнатной температуры, после чего его взвешивают. Рассчитывают зольность, как указано в разделе 8.

7.6 Если возникает сомнение в полноте сгорания навески (например, при визуальном осмотре обнаружена сажа), то:

- тигель с остатком помещают в печь, нагретую до 550 °С, и выдерживают несколько раз по 30 мин (каждый раз охлаждая его и взвешивая по 7.5) до тех пор, пока изменение массы тигля с остатком не станет менее 0,5 мг; или
- в тигель с остатком добавляют несколько капель воды или нитрат аммония, помещают его в холодную муфельную печь, нагревают до температуры (550 ± 10) °С и выдерживают несколько раз по 30 мин (каждый раз охлаждая его и взвешивая по 7.5) до тех пор, пока изменение массы тигля с остатком не станет менее 0,5 мг.

8 Обработка результатов

Зольность из сухой пробы A^d, %, рассчитывают по формуле

$$A^d = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} 100 \frac{100}{100 - W^a}, \quad (1)$$

где m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с навеской пробы, г;

m_3 — масса тигля с зольным остатком, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе, %.

Результаты испытаний вычисляют до 0,01 % и округляют до 0,1 %. За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9 Прецизионность

9.1 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, проведенных в течение короткого промежутка времени, но не одновременно в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же

аппаратуры на двух представительных навесках, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться друг от друга более чем на значения, указанные в таблице 1.

9.2 Воспроизводимость

Результаты, полученные в двух разных лабораториях, каждый из которых представляет собой среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, проведенных на представительных порциях, отобранных от одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться друг от друга более чем на значения, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость метода

Зольность, %	Максимально допустимые расхождения между результатами	
	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
Менее 10 %	0,2 % абс.	0,3 % абс.
10 % и более	2,0 % от среднего значения	3,0 % от среднего значения

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:
а) идентификацию лаборатории и дату проведения испытаний;
б) идентификацию продукции или испытуемой пробы;
в) ссылку на настоящий стандарт;
г) описание любого отклонения от требований настоящего стандарта;
д) результаты испытаний, выраженные на сухое состояние биотоплива;
е) описание особенностей, замеченных во время испытаний, которые могли повлиять на их результат.

УДК 662.6:543.812:006.354 МКС 75.160.10

Ключевые слова: биотопливо твердое, метод определения, зольность

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Н.М. Кузнецовой*

Сдано в набор 27.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru