ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54213— 2015 (ЕН 15290:2011)

БИОТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Определение макроэлементов

EN 15290:2011
Solid biofuels – Determination of major elements
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, 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 03 августа 2015 г. № 1057-ст.

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному стандарту ЕН 15290:2011 «Биотоплива твердые. Определение макроэлементов» (EN 15290:2011 «Solid biofuels – Determination of major elements») путем изменения отдельных фраз, ссылок, которые выделены в тексте курсивом

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 54213-2010 (CEN/TS 15290:2006)

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0–2012 (раздел 8). 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, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2015

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 Обозначения и сокращения 2
5 Сущность метода 2
6 Реактивы 2
7 Оборудование и требования к нему 2
8 Подготовка пробы 3
9 Проведение испытания 3
10 Обработка результатов 4
11 Протокол испытаний 4
Приложение А (справочное) Коэффициенты пересчета определяемых концентраций с элемента на оксид элемента 5

Введение

Элементы, называемые в настоящем стандарте макроэлементами твердого биотоплива, в большей степени являются макроэлементами золы топлива, чем самого топлива. Сведения о содержании этих элементов в топливе могут быть полезными для прогнозирования поведения золы, т.е. для прогнозирования процесса шлакообразования при сжигании топлива. Следует иметь в виду, что повышенное содержание некоторых элементов может свидетельствовать о загрязнении топлива песком или землей.

В настоящем стандарте описан химический метод определения макроэлементов. В качестве альтернативного может быть использован метод рентгено-флуоресцентной спектрометрии (XRF) при наличии подходящих стандартных образцов биомассы.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БИОТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Определение макроэлементов

Solid biofuel. Determination of major elements

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения таких макроэлементов, как алюминий (Al), кальций (Ca), железо (Fe), магний (Mg), фосфор (P), калий (K), кремний (Si), натрий (Na) и титан (Ti) в твердом биотопливе или в его золе. Данными методами могут быть также определены барий (Ba) и марганец (Mn).

Стандарт состоит из двух частей: в части А приведен метод прямого определения макроэлементов в биотопливе. Этот метод применим также для определения в топливе серы и микроэлементов. В части В приведен метод определения макроэлементов в золе биотоплива, полученной при 550 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656–75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484–78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10929–76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 13867–68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 23268.6–78 Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов натрия

ГОСТ 23268.7–78 Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов калия

ГОСТ 32975.3–2014 (EN 14774-3:2009) Биотопливо твердое. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ 32988–2014 (EN 14775:2009) Биотопливо твердое. Определение зольности

ГОСТ 33104–2014 (EN 14588:2010) Биотопливо твердое. Термины и определения

ГОСТ 33255–2015 (EN 14780:2011) Биотопливо твердое. Методы подготовки проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по 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 данного 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 применены термины по *ГОСТ 33104*.

4 Обозначения и сокращения

4.1 Обозначения

Al — алюминий;	Mg — магний;	Si — кремний;
Ca — кальций;	P — фосфор;	Na — натрий;
Fe — железо;	K — калий;	Ti — титан.

4.2 Сокращения

4.2.1 ICP-OES — Оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.
4.2.2 ICP-MS — Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.
4.2.3 FAAS — Пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия.
4.2.4 FES — Пламенная эмиссионная спектрометрия.

5 Сущность метода

Пробу твердого биотоплива (часть А) или золы биотоплива, полученной при 550 °С (часть В), разлагают в закрытом сосуде под воздействием химических реактивов, температуры и давления.

В полученном растворе макроэлементы определяют следующими методами: оптической эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP–OES), масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS) или пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией (FAAS).

6 Реактивы

6.1 Общие положения

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч.д.а. *по ГОСТ 13867*. Если в пробе определяют также микроэлементы, степень чистоты реактивов должна быть выше.

6.2 Вода второй степени чистоты

Дистиллированную воду по ГОСТ 6709 дважды перегоняют в аппаратуре из кварцевого стекла или подвергают деионизации.

Воду второй степени чистоты хранят в герметически закрытой таре из полиэтилена высокого давления или полипропилена.

6.3 Кислота азотная (HNO_3) *по ГОСТ 4461*, раствор 65 % масс. плотностью ρ_{20} = 1,40 г/см^3.

6.4 Водорода пероксид (H_2O_2), раствор 30 % масс. плотностью ρ_{20} = 1,11 г/см^3 *по ГОСТ 10929*.

6.5 Кислота фтористоводородная (плавиковая) (HF) *по ГОСТ 10484*, раствор 40 % масс. плотностью ρ_{20} = 1,13 г/см^3.

ВНИМАНИЕ! Плавиковая кислота может быть опасна для здоровья.

6.6 Кислота борная (H_3BO_3) *по ГОСТ 9656*, раствор 4 % масс.

7 Оборудование и требования к нему

7.1 Нагревательное оборудование, подходящее для использования при разложении проб.

Сушильный шкаф с электронагревом или другой нагревательный блок, обеспечивающий температуру (220 ± 10) °С.

7.2 Микроволновая печь, предназначенная для лабораторного использования, оснащенная устройством для контроля температуры.

7.3 Сосуды для разложения проб

Банки из фторопласта, способные выдерживать температуру разложения пробы.

7.4 Весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 1 мг.

7.5 Пластиковые мерные колбы.

8 Подготовка пробы

Проба для испытаний представляет собой аналитическую пробу с максимальным размером частиц 1 мм, приготовленную в соответствии с *ГОСТ 33255*.

Результаты испытаний рассчитывают на сухое состояние топлива. Одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги аналитической пробы по *ГОСТ 32975.3*.

9 Проведение испытания

9.1 Разложение проб

Примечание — При разложении проб в присутствии фтористо-водородной кислоты возможно образование летучих соединений.

9.1.1 Часть А: прямое определение из топлива

Пробу топлива разлагают в закрытом сосуде из фторолпласта (7.3). Разложение проводят в сушильном шкафу, нагревательном блоке (7.1) или микроволновой печи (7.2). Для этого:

- навеску измельченной и тщательно перемешанной пробы массой 500 мг помещают в сосуд для разложения. В сосуд добавляют 3,0 см^3 H_2O_2 (6.4), 8,0 см^3 HNO_3 (6.3) и 1,0 см^3 HF (6.5). Содержимое сосуда осторожно перемешивают и через 5 мин (после того, как пройдет реакция) закрывают крышкой;
- нагрев сосуда проводят постепенно. Динамика нагрева должна быть следующей:

a) в сушильном шкафу или нагревательном блоке[1]:

1) в течение 1 ч нагревают до 220 °С со скоростью 3,33 °С/мин;
2) выдерживают в течение 1 ч при 220 °С;

b) в микроволновой печи[2]:

1) в течение 15 мин нагревают до 190 °С со скоростью 11,33 °С/мин;
2) выдерживают в течение 20 мин при 190 °С;

- после охлаждения до комнатной температуры сосуд открывают, добавляют в него 10 см^3 H_3BO_3 (6.6) для нейтрализации HF. Снова закрывают сосуд и нагревают в следующем режиме:

a) в сушильном шкафу или нагревательном блоке[1]:

1) нагревают как можно быстрее до 180 °С;
2) выдерживают в течение 15 мин при 180 °С;

b) в микроволновой печи[2]:

1) нагревают как можно быстрее до 150 °С;
2) выдерживают в течение 15 мин при 150 °С;

- после охлаждения раствор из сосуда для разложения переносят в мерную колбу. Сосуд для разложения несколько раз тщательно промывают водой (6.2), сливая воду в ту же мерную колбу. Вместимость мерной колбы зависит от используемого метода определения. Доливают воду до метки.

Примечание – Некоторые сосуды из фторопласта не выдерживают температуру выше 170 °С. В этом случае разложение проводят при меньшей температуре, выдерживая пробу при этой температуре более длительное время. Проверку правильности результатов, полученных в таких условиях, осуществляют, проводя в этих же условиях анализ стандартного образца биомассы, близкого по составу анализируемой пробе биотоплива, и сравнивая полученные результаты с паспортными значениями.

9.1.2 Часть В: определение из золы, полученной при 550 °С

Золу для испытания получают, нагревая пробу до 550 °С и одновременно определяя ее зольность при этой температуре в соответствии с *ГОСТ 32988*.

Дальнейшие процедуры разложения золы аналогичны процедурам, которые используют для разложения топлива:

- навеску тщательно перемешанной золы массой 50 мг помещают в сосуд для разложения. В сосуд добавляют 2,0 см^3 H_2O_2 (6.4), 3,0 см^3 HNO_3 (6.3) и 0,75 см^3 HF (6.5). Содержимое сосуда осторожно перемешивают и через 5 мин (после того, как пройдет реакция) закрывают крышкой;
- пробу разлагают, используя один из режимов нагрева, описанных в 9.1.1;
- после охлаждения до комнатной температуры сосуд открывают, добавляют в него 7,5 см^3 H_3BO_3 (6.6) и 20 см^3 воды (6.2) для нейтрализации HF;

[1] Указанная температура относится к нагревательному прибору (например, к сушильному шкафу)

[2] Указанная температура относится к раствору.

- снова нагревают пробу, используя один из режимов нагрева для нейтрализации (9.1.1);
- после охлаждения раствор из сосуда для разложения переносят в мерную колбу. Сосуд для разложения несколько раз тщательно промывают водой (6.2), сливая воду в ту же мерную колбу. Вместимость мерной колбы зависит от используемого метода определения. Доливают воду до метки.

Примечание — Разложение золы следует проводить сразу же после ее получения. При хранении золы существует риск поглощения ею влаги.

9.2 Методы определения

Для измерения концентраций Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na и Ti используют следующие методы: ICP-OES, ICP-MS, FAAS, FES. Эти и другие методы регламентированы в *ГОСТ 23268.6*, *ГОСТ 23268.7*.

9.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт в соответствии с процедурами, описанными в 9.1.1, 9.1.2 и 9.2, но без навески пробы. Результаты холостого опыта позволяют оценить содержание определяемых элементов в реактивах и любые загрязнения, попадающие от оборудования и из воздуха лаборатории. Содержание этих загрязнений не должно быть большим.

Примечние — Количественно незначимым считают массовую долю элемента в растворе холостого опыта, составляющую менее 20 % содержания элемента в растворе пробы.

10 Обработка результатов

Результаты испытания представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты испытаний могут быть пересчитаны на различные состояния топлива.

Массовую долю элемента в сухой пробе биотоплива $Э^d$, мг/кг, рассчитывают по формулам:

- при определении из биотоплива

$$Э^d = \frac{(c_Э - c_{Э,0})V}{m} \cdot \frac{100}{(100 - W^a)}; \quad (1)$$

- при определении из золы биотоплива

$$Э^d = \frac{(c_Э - c_{Э,0})V}{m_A} \cdot \frac{A^a}{(100 - W^a)}, \quad (2)$$

где $c_Э$ — концентрация элемента в растворе пробы, мг/дм^3;

$c_{Э,0}$ — концентрация элемента в растворе холостого опыта, мг/дм^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески биотоплива, отобранная для испытания, г;

m_A — масса навески золы биотоплива, полученной при 550 °С, отобранная для испытания, г;

A^a — зольность аналитической пробы биотоплива при 550 °С, %;

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

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) результаты испытаний с указанием на какое состояние топлива они выражены;

c) идентификационные данные лаборатории и дату проведения испытаний;

d) идентификацию исследуемой пробы;

e) проводившиеся при испытаниях процедуры, не описанные в настоящем стандарте или необязательные;

f) любые особенности, отмеченные в ходе испытаний.

Приложение А
(справочное)

Коэффициенты пересчета определяемых концентраций с элемента на оксид элемента

При необходимости представить состав золы твердого биотоплива, полученной при 550 ºС, в виде массовых долей в золе оксидов макроэлементов используют следующие коэффициенты пересчета массовых долей элементов на содержания оксидов:

$Al \rightarrow Al_2O_3$ 1,89;
$Ca \rightarrow CaO$ 1,40;
$Fe \rightarrow Fe_2O_3$ 1,43;
$Mg \rightarrow MgO$ 1,66;
$P \rightarrow P_2O_5$ 2,29;
$K \rightarrow K_2O$ 1,20;
$Si \rightarrow SiO_2$ 2,14;
$Na \rightarrow Na_2O$ 1,35;
$Ti \rightarrow TiO_2$ 1,67.

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: твердое биотопливо, макроэлементы, методы определения

Редактор *Т.В. Крамарева*
Технический редактор *А.Б. Заварзина*
Корректор *В.Г. Смолин*
Компьютерная верстка *Д.Е. Першин*

Сдано в набор 24.09.2015. Подписано в печать 8.10.2015. Формат 60x841/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 32 экз. Зак. 3404.

Набрано в ООО «Академиздат».
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru