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
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

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 региональному стандарту EN 14775:2009 Solid biofuels — Determination of ash content (Биотоплива твердые. Определение зольности) путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Европейский региональный стандарт EN 14775:2009 разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN) ТК 335 «Биотопливо твердое».

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2015

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 2
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 biofuel. 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—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

*ГОСТ ISO 1171—2012 Топливо твердое минеральное. Определение зольности**

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

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании 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 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.

---

* *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55661—2013 (ИСО 1171:2010) Топливо твердое минеральное. Определение зольности».*

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 требуемую прецизионность 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

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

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 А19 MOD

Ключевые слова: биотопливо твердое, метод определения, зольность

Редактор *А.В. Барандеев*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.05.2015. Подписано в печать 27.05.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 44 экз. Зак. 2027.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru