ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55112 — 2012

Биотопливо твердое

Определение содержания водорастворимых хлорида, натрия и калия

EN 15105:2011
Solid biofuels - Determination of the water soluble chloride, sodium and potassium content
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 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 15 ноября 2012 № 896-СТ

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному стандарту ЕН 15105:2011 «Биотопливо твердое. Определение содержания водорастворимых хлорида, натрия и калия» (EN 15105:2011 «Solid biofuels - Determination of the water soluble chloride, sodium and potassium content») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

Введение

Элементы хлор, натрий и калий содержатся в твердых биотопливах. Их присутствие создает значительные проблемы при использовании биотоплива, способствуя коррозии, образованию загрязнений и шлака в печах. Кроме того, они влияют на газообразные выбросы при тепловых процессах.

Хлор в твердом биотопливе присутствует, в основном, в виде растворимых в воде неорганических солей, таких как хлориды натрия и калия, а также в других ионообменных формах. Определение содержания растворимых в воде хлоридов является альтернативным и простым способом получения информации об уровне содержания хлоридов в твердом биотопливе. Однако содержание растворимых в воде хлоридов не равнозначно общему содержанию хлора в топливе.

В твердых биотопливах натрий и калий могут присутствовать в виде минералов и солей. Соли этих элементов экстрагируются водой и легко удаляются при тепловой обработке. По результатам определения содержания водорастворимых натрия и калия можно оценить, при каком содержании этих элементов возникают трудности при сжигании, связанные с шлакованием и загрязнением. Для некоторых видов биотоплива, например для соломы, содержание водорастворимых натрия и калия, как показывает опыт, соответствует общему содержанию этих элементов в топливе. Однако в общем случае содержание водорастворимых натрия и калия не равнозначно общему содержанию этих элементов в биотопливе.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Биотопливо твердое.

Определение содержания водорастворимых хлорида, натрия и калия

Solid biofuels — Determination of the water soluble chloride, sodium and potassium content

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на твердое биотопливо и устана-вливает метод определения содержания растворимых в воде хлоридов, натрия и калия путем экстракции водой в закрытом сосуде с последующим их количественным определением различными аналитическими методами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51309–99 Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

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 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

ГОСТ Р 54211–2010 (ЕН 14774-3:2009) Биотопливо твердое. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая

ГОСТ Р 54212–2010 (CEN/TS 14780:2005) Биотопливо твердое. Методы подготовки проб

ГОСТ Р 54219–2010 (ЕН 14588:2010) Биотопливо твердое. Термины и определения

ГОСТ Р 55113–2012 (EN 15296:2011) Биотопливо твердое. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива

ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 23268.17–78 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения хлорид-ионов

ГОСТ 26726–85 Реактивы. Пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия, кальция и стронция

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 этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию

Издание официальное

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 и определения по ГОСТ Р 54219, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание растворимых в воде хлоридов, натрия и калия**: количество хлорида, натрия и калия, которые могут быть извлечены водой методом экстракции, регламентированным настоящим стандартом.

4 Сущность метода

Пробу топлива нагревают в воде в закрытом сосуде при температуре 120 °С в течение 1 ч. Концентрации хлорида, натрия и калия в полученном водном экстракте определяют одним из следующих способов:

- хлорид: ионная хроматография (IC) или потенциометрическое титрование нитратом серебра *по ГОСТ Р 52181.*

Примечание – При использовании метода потенциометрического титрования нитратом серебра одновременно с хлоридами титруются водорастворимые бромиды и йодиды;

- натрий и калий: пламенная эмиссионная спектрометрия (FES), пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (FAAS) *по ГОСТ 26726*, оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES) по *ГОСТ Р 51309*.

5 Реактивы

Вода второй 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 или полипропилена по ГОСТ Р 51760.

6 Аппаратура

6.1 Сушильный шкаф или автоклав, способный поддерживать температуру (120 ± 5) °С.

6.2 Сосуд, изготовленный из фторопласта, объемом около 100 мл, с плотно прилегающей крышкой. Сосуд с крышкой должен выдерживать температуру не менее 125 °С при давлении 232 КПа. Если необходимо определить только содержание водорастворимого хлорида, то может быть использована стеклянная посуда Pyrex.

6.3 Весы *по ГОСТ Р 53228* с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 1 мг.

6.4 Пластиковые мерные колбы и мерные цилиндры.

При определении натрия и калия не следует пользоваться стеклянной посудой.

6.5 Аппарат для мембранного фильтрования со средним размером пор мембранного фильтра 0,45 мкм.

7 Подготовка проб

Проба для испытаний представляет собой аналитическую пробу с размером частиц не более 1 мм, приготовленную в соответствии с *ГОСТ Р 54212*.

Если необходимо пересчитать результаты анализа на другие состояния топлива, отличные от аналитического, то одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги аналитической пробы по *ГОСТ Р 54211*.

8 Проведение испытания

8.1 Экстракция

а) В пустой чистый сосуд (6.2) помещают 1,0 г аналитической пробы, взвешенной с точностью до 1 мг.

б) Добавляют 50,0 мл воды, перемешивают содержимое круговыми движениями и плотно закрывают сосуд.

в) Закрытый сосуд помещают в сушильный шкаф или автоклав (6.1) и оставляют на 60 мин при температуре 120 °С.

г) Вынимают закрытый сосуд из сушильного шкафа или автоклава и дают остыть до комнатной температуры.

Внимание — не пытайтесь открыть емкость, пока она не остынет.

д) Содержимое сосуда переносят в мерную колбу емкостью 100 мл. Промывают внутреннюю поверхность сосуда небольшим количеством воды, сливают эту воду в мерную колбу, после чего разбавляют содержимое колбы водой до метки и перемешивают.

е) Часть раствора (д) фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая при этом первую порцию фильтрата. Альтернативно фильтрование можно проводить с помощью шприца, снабженного фильтром с размером пор 0,45 мкм.

Примечание – Если определяют только водорастворимые хлориды, стадия фильтрования может быть опущена или проведена с использованием вместо мембранного фильтра бумажного, сложенного крупной складкой.

8.2 Методы определения

8.2.1 Общие положения

Измерение концентраций элементов в приготовленном растворе проводят:

- хлоридов — одним из методов, указанных в 8.2.2;
- натрия и калия — одним из методов, указанных в 8.2.3.

8.2.2 Для определения концентрации хлорида применяют один из следующих методов:

- ионная хроматография (*ГОСТ Р 52181*);
- потенциометрическое титрование нитратом серебра (*ГОСТ 23268.17*).

Допускается использовать другие методы определения, если доказано, что получаемые с их помощью результаты сопоставимы с результатами, полученными одним из вышеуказанных методов, а параметры, характеризующие точность результатов, не хуже соответствующих параметров для вышеуказанных методов.

8.2.3 Для определения концентраций натрия и калия применяют один из следующих методов:

- ICP-OES — оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (*ГОСТ Р 51309*);
- FAAS — пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (*ГОСТ 26726*);
- FES — пламенная эмиссионная спектрометрия.

При использовании инструментальных методов выполняют входной контроль возможных помех с использованием стандартного метода добавок и/или метода разбавления.

Допускается использовать другие методы определения, если доказано, что получаемые с их помощью результаты сопоставимы с результатами, полученными одним из вышеуказанных методов, а параметры, характеризующие точность результатов, не хуже соответствующих параметров для вышеуказанных методов.

8.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт, используя те же процедуры и методы, что описаны в 8.1 и 8.2, но без навески пробы. Холостой опыт необходим для оценки содержания элементов в применяемых реактивах, а также в загрязнениях, поступающих от оборудования и из атмосферы лаборатории. Результаты холостых опытов должны быть количественно незначимыми.

Результат холостого опыта следует вычитать из результата, полученного при испытании пробы.

Примечание – При высоких содержаниях элемента результат холостого опыта должен быть менее 10 % от содержания элемента в пробе. При низких содержаниях элемента (менее 500 мг/кг пробы) результат холостого опыта может составлять 30 % или менее от содержания элементов в анализируемом растворе.

9 Обработка результатов

Содержание водорастворимого элемента в аналитической пробе топлива, $Э^a$, выраженное в мг/кг, рассчитывают по формуле

$$Э^a = \frac{(c - c_0)V}{m}, \quad (1)$$

где c – концентрация элемента (хлорида, натрия или калия) в экстракте (см. 8.1 д), мг/л;

c_0 – концентрация элемента (хлорида, натрия или калия) в экстракте холостого опыта (см. 8.3), мг/л;

V – объем экстракта, мл;

m – масса навески, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты могут быть пересчитаны на сухое или рабочее состояние топлива по *ГОСТ Р 55113*

10 Статистическая обработка результатов

Статистическая обработка результатов, полученных настоящим методом для проб древесной щепы и истощенного оливкового жмыха при проведении европейских сравнительных исследований, приведена в приложении А. Содержания определяемых элементов в этих двух пробах близки к предельным значениям диапазона определяемых концентраций для примененных методов. Щепа представляет собой образец с низким содержанием водорастворимых хлорида, натрия и калия, а оливковый жмых – образец с высоким содержанием этих элементов.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

а) идентификационные данные лаборатории и дату проведения испытания;

б) идентификационные данные испытуемой продукции (пробы);

в) ссылку на настоящий стандарт;

г) использованный метод определения;

д) результаты определения с указанием состояния пробы в соответствии с разделом 9;

е) особенности, отмеченные в ходе испытания;

ж) любые операции, не включенные в настоящий стандарт, или рассматриваемые как дополнительные.

Приложение А
(информационное)

Результаты статистической обработки данных

Сравнительные испытания были проведены в лабораториях Австрии, Бельгии, Дании, Финляндии, Германии, Ирландии, Италии, Нидерландов, Испании, Швеции и Великобритании. Испытания проводили с использованием аппаратуры, реактивов и прочих условий, соответствующих требованиям настоящего стандарта.

Испытания проводили на двух пробах: древесной щепы и истощенного оливкового жмыха, произведенных в EUproject BioNorm в 2008 году в соответствии с *ГОСТ Р 54212*. Проба «древесная щепа» была изготовлена из немецкой хвойной щепы, высушенной и измельченной до 1 мм с помощью ножевой мельницы. Проба «истощенный оливковый жмых» была получена из обычного открытого хранилища предприятия в Испании, производящего оливковое масло. В исходной пробе присутствовали косточки и другие примеси, которые были удалены вручную. Пробу для испытания приготовили в два этапа, используя грубую ножевую мельницу, оснащенную ситом с размером отверстий 10 мм, и лабораторную ножевую мельницу, оснащенную ситом с размером отверстий 1 мм.

Все данные приведены на сухое состояние топлива.

Результаты статистической обработки данных, проведенной в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 5725-2*, представлены в таблицах А.1, А.2 и А.3.

Примечания

1 Объяснение символов, используемых в таблицах А.1, А.2 и А.3, приведено в таблице А.1.

2 Пересчет результатов анализа на другие состояния топлива проводят по ГОСТ Р 55113

Таблица А.1 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого хлорида

Проба	*n*	*l*	*0*	*x*	s_R	CV_R	s_r	CV_r
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	7	35	15	26	13	45	5	19
Истощенный оливковый жмых	7	35	0	2100	150	7,7	49	2,4
Символы								
n	количество лабораторий после исключения результатов, признанных выбросами							
l	количество отдельных результатов испытаний после исключения выбросов							
0	процент выбросов при параллельных определениях							
x	среднеарифметическое значение всех учтенных результатов							
s_R	стандартное отклонение воспроизводимости							
CV_R	коэффициент вариации воспроизводимости							
s_r	стандартное отклонение повторяемости							
CV_r	коэффициент вариации повторяемости							

Таблица А.2 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого натрия

Проба	*n*	*l*	*0*	*x*	s_R	CV_R	s_r	CV_r
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	Не достаточно данных							
Истощенный оливковый жмых	8	40	0	99	16	16	8	8,4

Таблица А.3 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого калия

Проба	*n*	*l*	*0*	*x*	s_R	CV_R	s_r	CV_r
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	6	29	4,4	634	20	3,1	9	1,4
Истощенный оливковый жмых	7	35	0	22400	1060	4,8	524	2,3

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском региональном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта, документа
ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987)	MOD	ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»
ГОСТ Р 54211–2010 (ЕН 14774-3:2009)	MOD	ЕН 14774-3:2009 «Биотопливо твердое. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая»
ГОСТ Р 54212–2010 (CEN/TS 14780:2005)	MOD	CEN/TS 14780:2005 «Биотопливо твердое. Методы подготовки проб»
ГОСТ Р 54219–2010 (ЕН 14588:2010)	MOD	ЕН 14588:2010 «Биотопливо твердое. Терминология. Определение и описание»
ГОСТ Р 55113-2012 (EN 15296:2011)	MOD	ЕН 15296:2011 «Биотопливо твердое. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива»
ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002	IDT	ИСО 5725-2–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»
Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - MOD – модифицированные стандарты - IDT – идентичные стандарты		

УДК 662.6:543.812:006.354	ОКС 75.160.10	А 19	ОКП 02 5149

Ключевые слова: биотопливо твердое, метод определения, содержание, водорастворимые хлорид, натрий, калий

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 36 экз. Зак. 3150.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru