ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55125— 2012 (CEN/TS 15370-1: 2006)

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАВКОСТИ ЗОЛЫ

Часть 1

МЕТОД ХАРАКТЕРНЫХ ТЕМПЕРАТУР

CEN/TS 15370-1:2006
Solid biofuels — Method for the determination of ash melting behaviour — Part 1: Characteristic temperatures method (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 документа, 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 г. № 909-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу СЕН/ТС 15370-1:2006 «Биотопливо твердое. Определение плавкости золы. Часть 1. Метод характерных температур» (CEN/TS 15370-1:2006 «Solid biofuels — Method for the determination of ash melting behaviour — Part 1: Characteristic temperatures method») 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 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 (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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Условия испытания . . . 3
7.1 Газовая среда . . . 3
7.2 Форма образца . . . 3
8 Градуировка . . . 4
9 Приготовление образца для испытания . . . 4
10 Проведение испытания . . . 5
11 Прецизионность метода . . . 5
12 Протокол испытаний . . . 5
Приложение А (обязательное) Определение коэффициента формы . . . 6

Введение

Плавкость золы представляет собой сложный процесс, в ходе которого происходит спекание, усадка или набухание. Метод, описанный в настоящем стандарте, дает возможность получить информацию о процессах, происходящих в сложных неорганических элементах золы топлива при высоких температурах.

Плавкость золы твердого топлива — это свойство золы постепенно переходить из твердого состояния в жидко-плавкое при нагревании в стандартных условиях. Плавкость золы описывается набором температур, которые характеризуют все стадии этого процесса.

Метод испытания является эмпирическим. Зола, используемая для испытания, является гомогенным (однородным) материалом топлива. Определение проводят с контролируемой скоростью нагрева в контролируемой атмосфере. В производственных условиях в сложные процессы горения и плавления вовлекаются гетерогенные смеси частиц, переменная скорость нагрева и газовые составы.

Характерные температуры, описывающие все стадии испытания, могут быть использованы для сравнения поведения золы различных типов и качеств твердого биотоплива.

Метод, изложенный в настоящем стандарте, основан на методе, изложенном в ГОСТ Р 54238.

Термины «плавление золы» и «размягчение золы» являются синонимами к термину «плавкость золы».

В настоящее время плавкость золы — общепринятый показатель, характеризующий свойства золы образовывать шлаки в топках (шлакуемость топлива).

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАВКОСТИ ЗОЛЫ

Часть 1

МЕТОД ХАРАКТЕРНЫХ ТЕМПЕРАТУР

Solid biofuels. Method for the determination of ash melting behaviour. Part 1. Characteristic temperatures method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды твердого биотоплива и устанавливает метод определения характерных температур плавкости золы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 54185—2010 (ЕН 14775:2009) Биотопливо твердое. Определение зольности (*ЕН 14775:2009, MOD*)

ГОСТ Р 54219—2010 (ЕН 14588:2010) Биотопливо твердое. Термины и определения (*ЕН 14588:2010, MOD*)

ГОСТ Р 54238—2010 (ИСО 540:2008) Топливо твердое минеральное. Определение плавкости золы (*ИСО 540:2008, MOD*)

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 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 Р 54219, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **начальная температура усадки** (shrinkage starting temperature), **SST:** температура, при которой происходит усадка испытательного образца. Эта температура определяется как температура, при которой площадь образца становится меньше 95 % первоначальной площади образца при температуре 550 °С.

Издание официальное

Примечание — Усадка может быть связана с высвобождением углекислого газа, летучих щелочных соединений и/или спеканием.

3.2 **температура деформации** (deformation temperature), **DT:** температура, при которой появляются первые признаки оплавления и скругления верхушки или кромок испытуемого образца вследствие его размягчения.

Примечание — При компьютерной оценке изменение коэффициента формы от 15 %-ного уровня температуры деформации. Определение коэффициента формы см. приложение А.

3.3 **температура полусферы** (hemisphere temperature), **HT:** температура, при которой испытуемый образец принимает приблизительно полусферическую форму, т. е. его высота становится равной половине диаметра основания.

Примечание — Термин 3.3 в переводе на русский язык правильнее называть: «температура образования полусферы».

3.4 **температура растекания** (flow temperature), **FT:** температура, при которой расплавленная зола растекается по подставке, образуя слой, высота которого равна половине высоты образца при температуре полусферы.

Примечание — Высота, равная половине высоты образца, была определена из-за часто встречающегося процесса пенообразования. Это особенно важно при автоматической оценке изображения. Необходимо обратить внимание, что определение термина «температура растекания», данное в настоящем стандарте, отличается от определений, приведенных в других стандартах (в т. ч. в ГОСТ Р 54238).

4 Сущность метода

Подготовленный образец золы нагревают с постоянной скоростью при постоянном наблюдении. Записывают температуры, при которых происходят характерные изменения формы образца. Названия и определения характерных температур плавления приведены в разделе 3 (рисунок 1).

5 Реактивы

5.1 Вода дистиллированная.

5.2 Декстрин, 10 г/л раствор.

Растворяют 10 г декстрина в 100 мл воды.

5.3 Этиловый спирт чистотой ≥95 %.

5.4 Золотая проволока диаметром 0,5 мм и более или золотая пластина толщиной от 0,5 до 1,0 мм, чистотой 99,99 % и сертифицированной температурой плавления (например, 1064 °С).

5.5 Никелевая проволока диаметром 0,5 мм и более или никелевая пластина толщиной от 0,5 до 1,0 мм, чистотой 99,9 % и сертифицированной температурой плавления (например, 1455 °С).

5.6 Палладиевая проволока диаметром 0,5 мм и более или палладиевая пластина толщиной от 0,5 до 1,0 мм, чистотой 99,9 % и сертифицированной температурой плавления (например, 1554 °С).

5.7 Диоксид углерода, монооксид углерода, водород или:

- готовая смесь диоксида и монооксида углерода: от 55 % об. до 65 % об. монооксида углерода и от 35 % об. до 45 % об. диоксида углерода, или
- готовая смесь водорода и диоксида углерода: от 45 % об. до 55 % об. водорода и от 45 % об. до 55 % об. диоксида углерода.

6 Аппаратура

6.1 Печь с электронагревом, удовлетворяющая следующим требованиям:

- печь должна обеспечивать максимальную температуру, необходимую для определения температур плавкости золы (температура 1500 °С и выше);
- в печи должна быть зона равномерного нагрева, в которую помещают испытуемый образец (образцы);
- печь должна обеспечивать равномерный нагрев образца (образцов) золы (температура 550 °С и выше) с постоянной скоростью;

- печь должна быть способна поддерживать требуемую испытательную атмосферу (среду) (см. 7.1) вокруг анализируемого образца (образцов) в течение всего времени испытания;

- в конструкции печи должна быть предусмотрена возможность наблюдения за изменением формы испытуемого образца (образцов) при нагревании.

6.2 Пирометр с платиновой/платинородиевой термопарой.

6.3 Формы из нержавеющей стали (или другого подходящего материала) для приготовления образцов золы.

6.4 Ручной пресс с пружиной сжатия для приготовления образцов золы. Необходимое давление пружины около 1,5 Н/м^2.

6.5 Подставка для образцов.

Подставку изготавливают из материала, который не деформируется, не вступает в реакцию с золой и не абсорбирует ее при нагревании. Обычно используют огнеупорные подставки из спеченного корунда, тонкозернистого муллита или платины. Трудности, которые могут возникать при анализе некоторых зол, устраняют, помещая между подставкой и анализируемым образцом платиновую фольгу, не абсорбирующую золу.

6.6 Расходомеры для измерения компонентов восстановительной газовой среды (см. 7.1) и/или для определения скорости потока окислительной газовой среды.

6.7 Агатовые ступка и пестик или другие подходящие инструменты для измельчения.

6.8 Сита с размером отверстий 0,075 мм (например, диаметром 100 мм и менее, с крышкой и дном).

6.9 Оптическое устройство для наблюдения за изменением профиля испытуемого образца во время определения с использованием камеры или видеооборудования.

7 Условия испытания

7.1 Газовая среда

Используют окислительную или восстановительную газовые среды.

Окислительную газовую среду создают введением в печь воздуха или диоксида углерода.

Восстановительную газовую среду получают путем введения в печь одной из следующих газовых смесей:

а) от 55 % об. до 65 % об. монооксида углерода (см. 5.6) и от 35 % об. до 45 % об. диоксида углерода (см. 5.4) или

б) от 45 % об. до 55 % об. водорода (см. 5.5) и от 45 % об. до 55 % об.диоксида углерода (см. 5.4).

При использовании восстановительной газовой среды минимальная линейная скорость газового потока, обтекающего образец, рассчитанная на температуру окружающей среды, составляет 100—250 мм/мин.

Примечание — Скорость газового потока не является строго нормированной, но должна быть достаточной, чтобы предотвратить попадание воздуха в печь. Однако при использовании окислительной газовой среды рекомендуется использовать такую же линейную скорость газового потока, как и при восстановительной газовой среде. Для печей с большим диаметром при использовании восстановительной газовой среды необходимая скорость газового потока может составлять около 400 мм/мин. При использовании ротаметра скорость потока в л/мин вычисляют путем умножения скорости потока в мм/мин на площадь внутреннего поперечного сечения трубы печи.

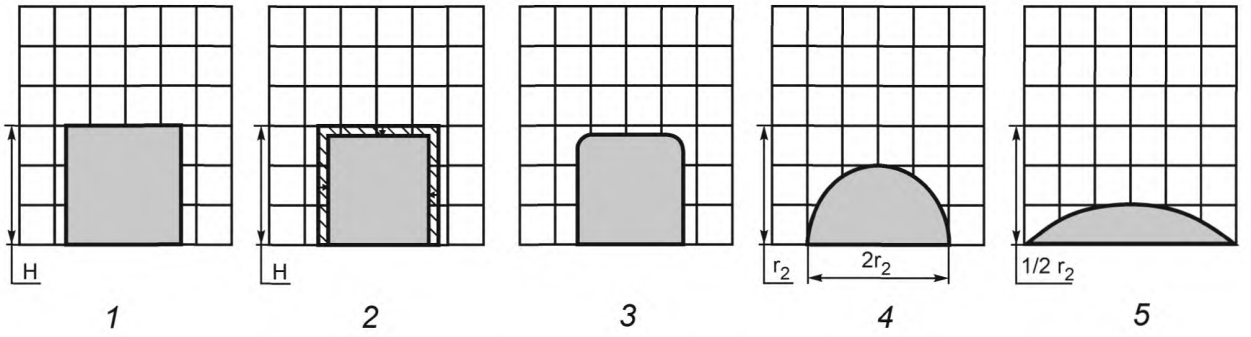
Внимание! При проведении анализа в восстановительной газовой среде газы, выходящие из печи, могут содержать монооксид углерода. Необходимо обеспечить отвод выходящих газов во внешнюю атмосферу, используя для этого вытяжной шкаф или эффективную систему вентиляции. Если для создания восстановительной газовой среды используют водород, следует строго соблюдать требования техники безопасности, чтобы предотвратить возможность взрыва, а именно: продувать печь диоксидом углерода перед подачей водорода, а также после прекращения его подачи.

7.2 Форма образца

Образец для испытания должен иметь острые кромки для удобства наблюдения за изменением формы.

Масса образца должна быть такой, чтобы обеспечить быстрое выравнивание температуры внутри образца, т. е. размеры образца не должны быть слишком большими.

Используют образец в форме цилиндра высотой от 3 до 5 мм и диаметром, равным высоте (см. рисунок 1).



1 — исходный образец; *2* — усадка; *3* — деформация; *4* — полусфера; *5* — растекание

Рисунок 1 — Этапы процесса плавления золы (исходный образец-форма и размеры при температуре 550 °С)

8 Градуировка

Проверку пирометра проводят в стандартных условиях путем определения точки плавления золота (см. 5.4) и, если возможно, точки плавления палладия (см. 5.6) в максимально разогретой печи (см. 6.1). Если испытания проводят в восстановительной газовой среде, то определяют точку плавления никеля (см. 5.5).

Если полученные температуры плавления золота или палладия отличаются более чем на 10 °С от температур плавления, приведенных в 5.4 и 5.6, то пирометр градуируют повторно.

Альтернативный метод контроля за пирометром заключается в сравнении его показаний с показаниями образцового (эталонного) пирометра, поверенного уполномоченными организациями, аккредитованными на право проведения поверки.

Если температура плавления никеля отличается более чем на 10 °С от температуры плавления, приведенной в 5.5, то это может быть связано с окислением никеля кислородом, попавшим в печь (т. е. недостаточно восстановительной газовой среды). В этом случае проверяют герметичность аппаратуры, скорость газового потока и степень чистоты газов, после чего определение температуры плавления никеля повторяют.

Примечание — Правильность найденной температуры плавления никеля не является гарантией полного отсутствия кислорода в печи (т. е. не гарантирует правильность состава восстановительной атмосферы), так как температура плавления не изменяется, пока отклонения в составе смеси не станут значительными.

9 Приготовление образца для испытания

Золу подготавливают по ГОСТ Р 54185. В отличие от ГОСТ Р 54185 для подготовки золы могут быть использованы большие тарелки (пластины) типа блюда или тигли. Использование добавок для обеспечения полного сгорания топлива запрещено. Непрерывное озоление путем добавки к образцу золы, оставшейся от предыдущего сгорания, также не допускается.

Примечания

1 Добавление водных растворов в золу может привести к выщелачиванию солей из образца.

2 Из-за переменных свойств золы ее минимальное количество не указано в настоящем стандарте.

Золу измельчают в агатовой ступке или другом подходящем инструменте для измельчения (см. 6.7) до тех пор, пока максимальный размер частиц не станет меньше 0,075 мм (см. 6.8). Ничто из золы не может быть забрано в процессе измельчения.

Далее достаточное количество измельченной золы смачивают дистиллированной водой, декстрином или этиловым спиртом, перемешивают до образования пластичной массы (пасты). Пастой заполняют форму (см. 6.3) и прессуют под определенным давлением с помощью ручного пресса (см. 6.4). Прежде чем извлечь образец из формы, ему дают подсохнуть. После этого извлекают его из формы и устанавливают на подставке (см. 6.5).

При установке образца необходимо соблюдать осторожность, чтобы не повредить его края и вершину.

10 Проведение испытания

Подготавливают два образца для испытаний согласно разделу 9.

Испытуемый образец (образцы) золы, помещенный на подставку (см. 6.5), вносят в печь прибора (см. 6.1) и подготавливают газовую среду согласно п. 7.1, регулируют состав и скорость газового потока. Допускается одновременное либо отдельное последовательное (два различных определения) помещение в поток двух образцов.

Затем повышают температуру до 550 °С или до температуры, которая как минимум на 150 °С ниже ожидаемой начальной температуры усадки, SST. После этого продолжают подъем температуры с постоянной скоростью в пределах 3—10 °С/мин.

Записывают температуры, при которых происходят характерные изменения формы образца. Во время проведения испытания *снимки делают по крайней мере каждые 10 °С*. Определение начальной температуры усадки (SST) проводят на добровольной основе.

При анализе некоторых зол могут встретиться трудности, вызванные такими явлениями, как образование раковин и вздутий, деформация образца, его вспучивание, несмачиваемость поверхности подставки (вызванная высоким поверхностным натяжением) и разрыв внутренних пузырьков газа. В этих случаях желательно отметить эти особенности в протоколе, а эксперимент, по возможности, повторить, используя подставку другого типа.

11 Прецизионность метода

Показатели воспроизводимости и повторяемости до настоящего времени не установлены.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие сведения:

- идентификацию лаборатории, проводящей определения, и дату проведения испытаний;
- идентификацию испытуемой пробы;
- ссылку на используемый метод (например, компьютеризированная оценка);
- тип газовой среды, используемой при испытании (восстановительная или окислительная);
- начальную температуру усадки, округленную до 10 °С (добровольно);
- температуру деформации, округленную до 10 °С;
- температуру полусферы, округленную до 10 °С;
- температуру растекания, округленную до 10 °С;
- любые необычные особенности, отмеченные в ходе определения;
- любые дополнительные операции, не включенные в настоящий стандарт.

Приложение А
(обязательное)

Определение коэффициента формы

Коэффициент формы F образца определяют, когда используют компьютер для анализа изображения испытательного образца при нагревании. Для определения коэффициента формы рассчитывают длину полуокружности правильной формы (b), площадь (A‘) которой равна площади контура испытательного образца (A) на снимке. Далее коэффициент формы рассчитывают как отношение длины полуокружности (b) к фактически измеренной длине контура образца (a).

$$F = \frac{b}{a}$$

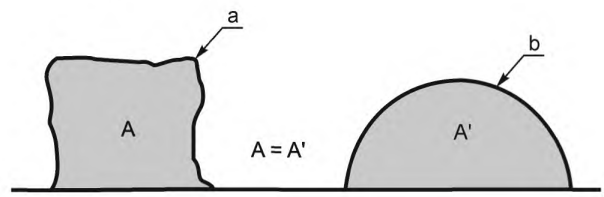


Рисунок А.1 — Схематичное определение коэффициента формы

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10 А19 ОКП 02 5149

Ключевые слова: биотопливо твердое, зола, плавкость золы, метод характерных температур

Редактор *Е.С. Кочубина*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 08.07.2014. Подписано в печать 23.07.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 64 экз. Зак. 2739.

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

gost.e-ecolog.ru