ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55118 — 2012 (CEN/TR 15404: 2010)

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ

Определение плавкости золы методом характерных температур

CEN/TR 15404:2010
Solid recovered fuels – Methods for the determination of ash melting Behaviour by using characteristic temperatures

(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН 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 г. № 902-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEH/TP 15404:2010 «Топливо твердое из бытовых отходов. Определение плавкости золы методом характерных температур» (CEN/TR 15404:2010 «Solid recovered fuels – Methods for the determination of ash melting behaviour by using characteristic temperatures») 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

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 жидкоплавкое при нагревании в стандартных условиях. Плавкость золы описывается набором температур, которые характеризуют все стадии этого процесса.

Метод испытания в большинстве случаев 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.

Методы, описанные в настоящем стандарте, должны использоваться в зависимости от следующих аспектов и параметров:

– повторяемость,
– воспроизводимость,
– надежность,
– время исполнения (экспресс-методы испытаний),
– эффективность затрат;
– возможность автоматизации испытаний.

Температуры, характеризующие все стадии испытания, могут быть использованы для сравнения поведения золы различных типов и качеств твердого топлива из бытовых отходов.

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

Термины «плавление золы» и «размягчение золы» являются синонимами термина «плавкость золы».

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ ИЗ БЫТОВЫХ ОТХОДОВ
Определение плавкости золы методом характерных температур

Solid recovered fuels – Methods for the determination of ash melting behaviour by using characteristic temperatures

Дата введения —2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды твердого топлива из бытовых отходов и устанавливает метод определения температур усадки, деформации, полусферы и растекания для характеристики плавкости золы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 54224–2010 (CEN/TS 15403:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Определение зольности.

ГОСТ Р 54227–2010 (CEN/TS 15442:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы отбора проб

ГОСТ Р 54228–2010 (CEN/TS 15443:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки лабораторной пробы

ГОСТ Р 54235–2010 (CEN/TS 15357:2006) Топливо твердое из бытовых отходов. Термины и определения

ГОСТ Р 54238–2010 (ИСО 540:2008) Топливо твердое минеральное. Определение плавкости золы

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 54235, 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.

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

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

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 «температура полусферы» 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.

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 Диоксид углерода.

5.5 Газовая смесь диоксида (5.4) и монооксида углерода: от 55 % до 65 % (об.) монооксида углерода и от 35 % до 45 % (об.) диоксида углерода (5.4).

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

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

Примечание – Никель используется для восстановления атмосферы.

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

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 от 550 °С и выше с постоянной скоростью;
- печь должна быть способна поддерживать требуемую испытательную атмосферу (среду) 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 Посуда, изготовленная из инертного материала, такого как стекло, платина, глубиной от 10 до 20 мм и такого размера, чтобы помещенная в нее проба не превышала насыпную плотность 0,1 г/см^2.

6.3 Пирометр с платиновой/платинородиевой термопарой.

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

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

6.6 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.*

6.7 Расходомеры для измерения компонентов восстановительной газовой среды (2 шт.).

Примечание – При использовании окислительной газовой среды определение скорости потока не является необходимым.

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

6.9 Сита с размером отверстий 0,075 мм и диаметром не менее 100 мм с крышкой и приемником.

6.10 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 газовую среду. 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 % до 65 % (об.) монооксида углерода и от 35 % до 45 % (об.) диоксида углерода или

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

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 открытого типа 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.

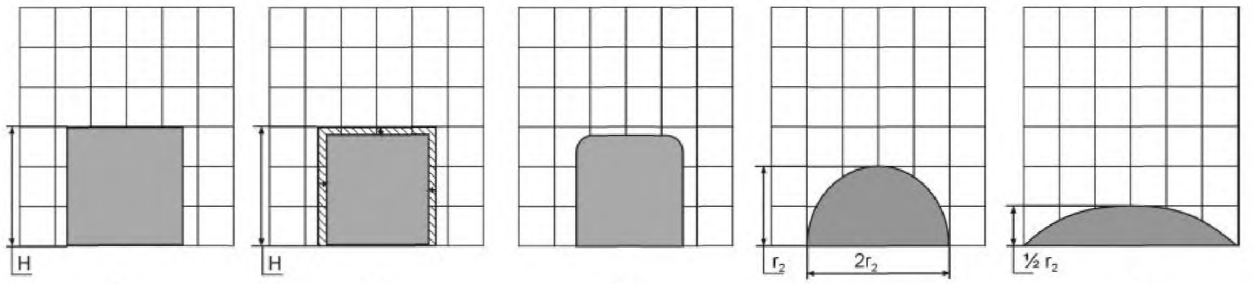
Внимание! При проведении анализа в восстановительной газовой среде газы, выходящие из печи, могут содержать монооксид углерода. Необходимо обеспечить отвод выходящих газов во внешнюю атмосферу, используя для этого вытяжной шкаф или эффективную систему вентиляции. Если для создания восстановительной газовой 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.

Для испытания используют образцы в форме цилиндра, пирамиды, куба, усеченной пирамиды с размерами (диаметром и высотой) примерно от 3 до 5 мм. На рисунке 1 изображен образец цилиндрической формы при различных характерных температурах.



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

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

8 Приготовление образца для испытания

Зола должна быть подготовлена в соответствии с ГОСТ Р 54224 (см. также ГОСТ Р 54227 и ГОСТ Р 54228). Полное сжигание образца имеет очень важное значение. Зола должна быть измельчена до размера частиц не более 0,075 мм. В процессе измельчения не должны происходить потери золы. Достаточное количество подготовленной золы с размером частиц не более 0,075 мм, смоченных водой (5.1), декстрином (5.2) или этанолом (5.3) до пастообразного состояния, выдавливают в форму. Затем образец высушивают.

9 Проведение испытания

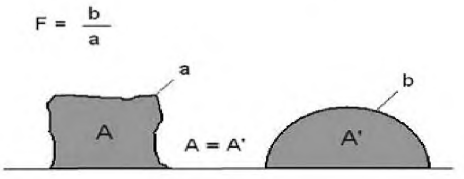
Образец на подставке (6.6) помещают в печь (6.1) и корректируют состав и скорость потока атмосферы. Температуру повышают постепенно со скоростью от 3 до 10 К/мин. Фотографии делают не реже чем через каждые 10 К. Затем температуру повышают до точки чуть ниже ожидаемой температуры деформации, такой, чтобы интервал температуры между точкой и ожидаемой температурой деформации превышал 150 °С.

Если это возможно, определяют температуры усадки, деформации, полусферы и растекания.

Примечания

1 Существует несколько стандартных методов, например, DIN 51730, для определения плавкости золы твердого топлива и существуют отдельные различия в методологии и интерпретации характерных температур, которые следует отметить, особенно форму образца и характерную температуру.

2 Для оценки образца используют компьютерное изображение. Температура деформации достигается, если коэффициент формы изменился на 1,5 %. 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).



A – тень области образца (фактическое изображение); *A´* – площадь образца после компьютерной оценки изображения (эквивалент теневой площади); *a* – реально измеряемый контур; *b* – идеальный контур.

Рисунок 2 – Схематичное изображение образца, полученное после компьютерной обработки

В случаях плавкости некоторых зол могут возникать трудности, происходящие из-за таких эффектов, как вспенивание, искривление, усадка, вспучивание, несмоченная подставка, вызываемых высоким поверхностным натяжением и разрывом внутренних пузырьков газа. В таких случаях эти

явления должны быть записаны и, при необходимости, эксперимент повторяют с использованием различных типов подставок.

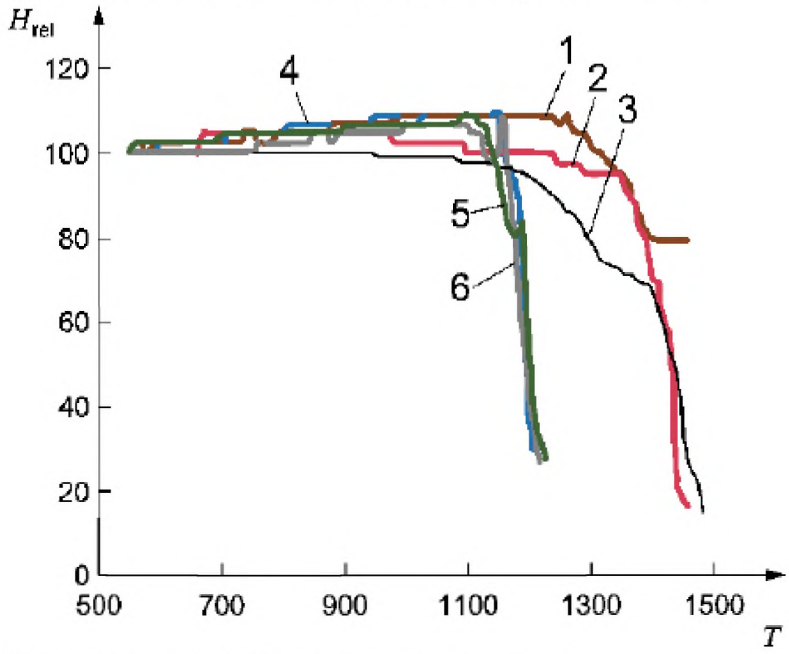
10 Оценка полученных результатов

Характерные температуры, например, температуры усадки, деформации, полусферы и растекания, выражаются в градусах Цельсия и округляются с точностью до 5 °С или 10 °С. На рисунках 3 и 4 изображены примеры определения температур плавкости золы для некоторых видов твердого топлива из бытовых отходов графическим и фотографическим методами.

На рисунке 3 изображено графическое представление образца во время испытания на плавкость золы. Кривые основаны на сочетании фотографического метода, используемого в настоящем стандарте, и графического метода, описанного во французском стандарте (NF M03-048, см. Библиографию [1]), и дают наглядное представление о процессе плавления. В этом случае изменения высоты образца по отношению к его исходной высоте при 550 °С были получены фотографически и нанесены на график в соответствии с температурой. Отдельные позиции на этих кривых представляют точки усадки, деформации, полусферы и растекания золы.

Температуры плавкости золы, полученные из кривых на рисунке 3, а также температуры плавкости эталонного образца каменного угля отображены на рисунке 4.

Результаты межлабораторных испытаний по определению плавкости золы некоторых видов твердого топлива из бытовых отходов на соответствие требованиям настоящего стандарта, проведенных в трех лабораториях, приведены на диаграммах в приложении А.

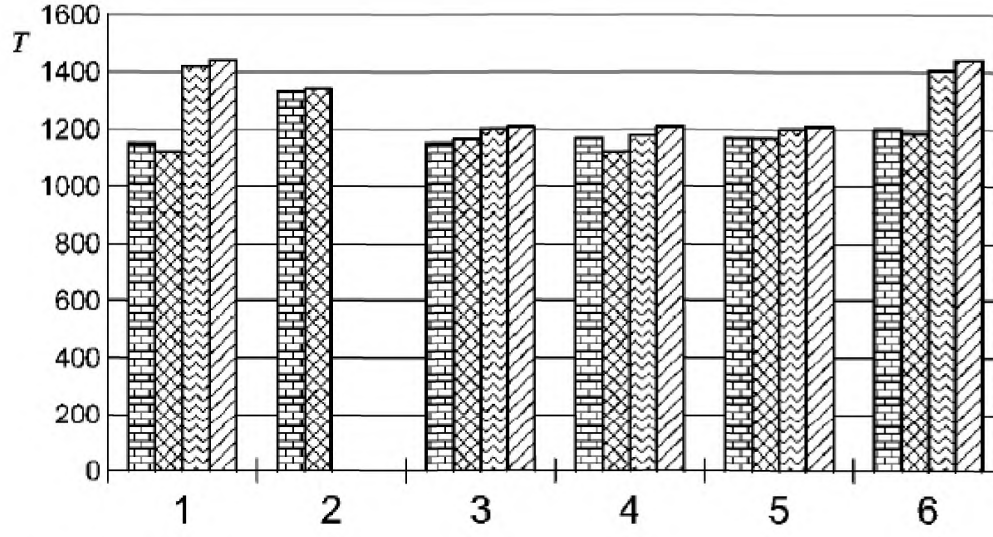


H_{rel} – отношение высота образца к его исходной высоте, %

T – температура, °С

1 – дерево; 2 – шины; 3 – каменный уголь; 4 – твердые бытовые отходы; 5 – осадки сточных вод; 6 – бумажные или пластиковые отходы.

Рисунок 3 – Графически полученные кривые плавкости золы для различных типов твердого топлива из бытовых отходов в окислительной атмосфере



T – температура, °С

Температура усадки, ST

Температура деформации, DT

Температура полусферы, HT

Температура растекания, FT

1 – измельченные шины; 2 – срубленные деревья; 3 – подсушенный ил; 4 – бумажные или пластиковые отходы; 5 – твердые бытовые отходы; 6 – каменный уголь.

Рисунок 4 – Характерные температуры для твердого топлива из бытовых отходов

11 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) (обычно пишем: на настоящий стандарт);

- 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.

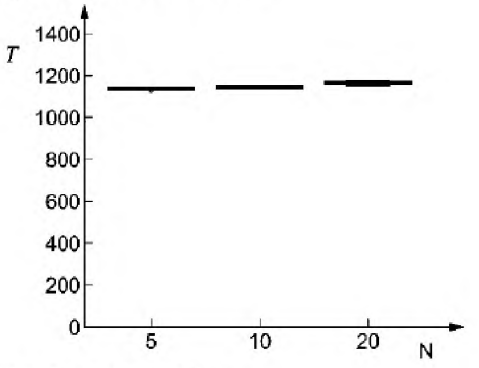
Приложение А
(обязательное)

Результаты межлабораторных испытаний

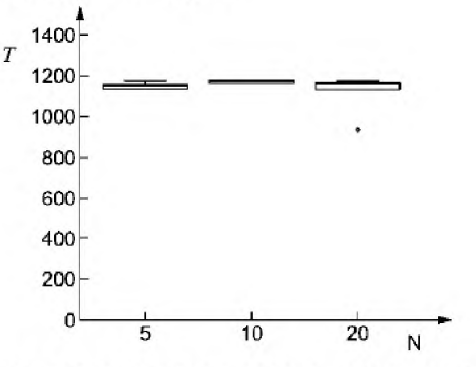
Статистическая оценка результатов межлабораторных испытаний не проводилась из-за недостаточного количества индивидуальных значений и слишком большой дисперсии в них.

Отклонения между результатами испытаний отдельных лабораторий для каждого типа образца и каждой характерной температуры показаны на рисунках А.1 – А.4.

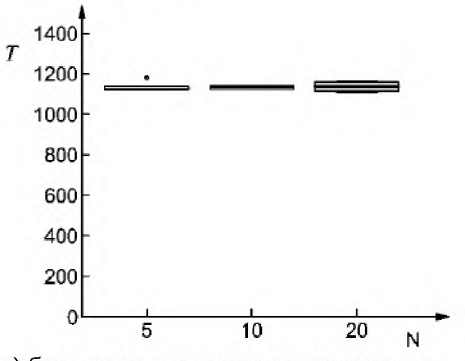
а) измельченные шины



б) срубленное дерево



в) подсушенный ил

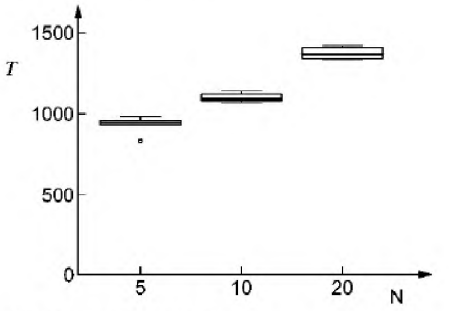


г) тугоплавкая фракция твердых бытовых отходов

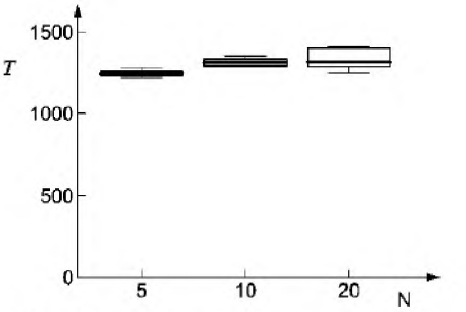
д) бумажные или пластиковые отходы

T – температура, °C; N – число отдельных лабораторий.

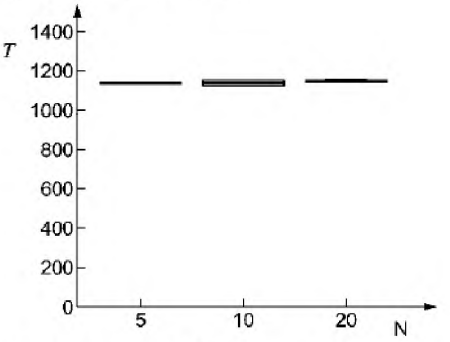
Рисунок А.1 – Отклонения температуры усадки между лабораториями



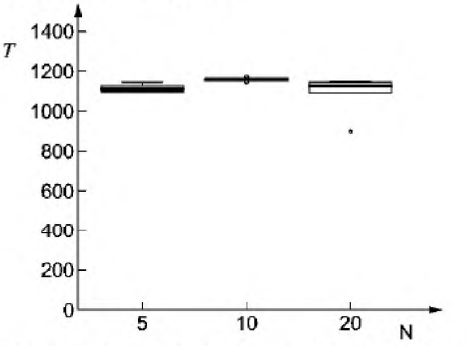
а) измельченные шины



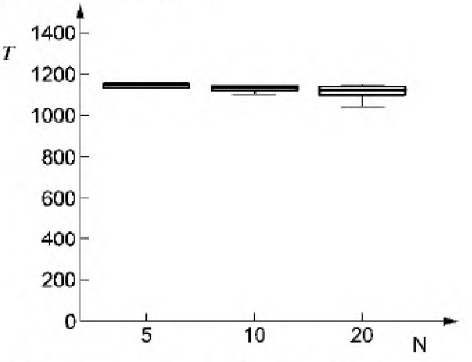
б) срубленное дерево



в) подсушенный ил



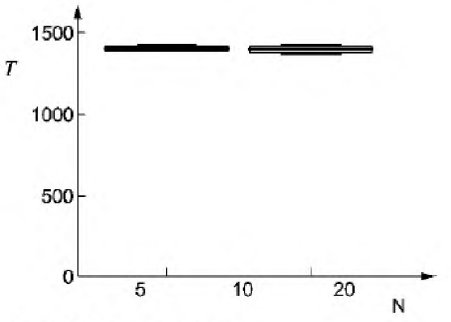
г) тугоплавкая фракция твердых бытовых отходов



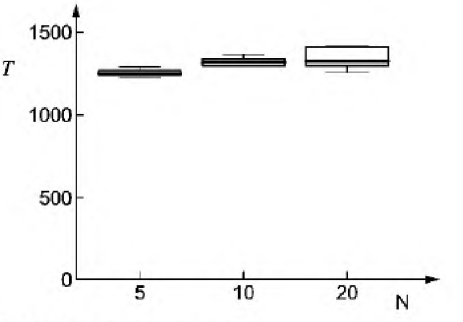
д) бумажные или пластиковые отходы

T – температура, °C, N – число отдельных лабораторий.

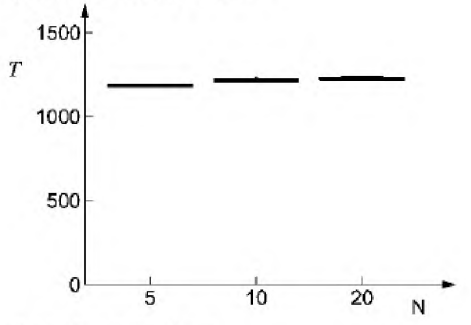
Рисунок А.2 – Отклонения температуры деформации между лабораториями



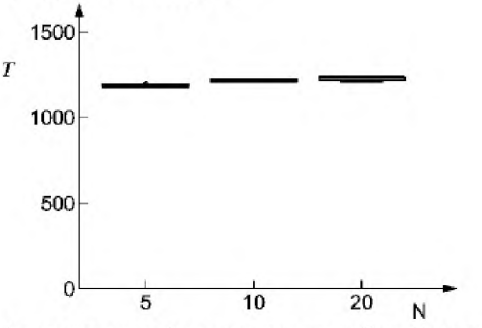
а) измельченные шины



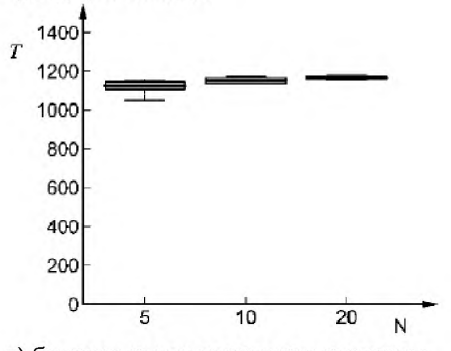
б) срубленное дерево



в) подсушенный ил



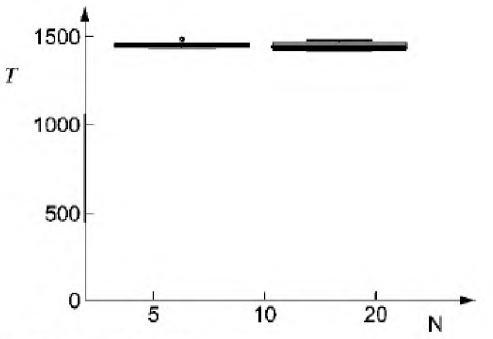
г) тугоплавкая фракция твердых бытовых отходов



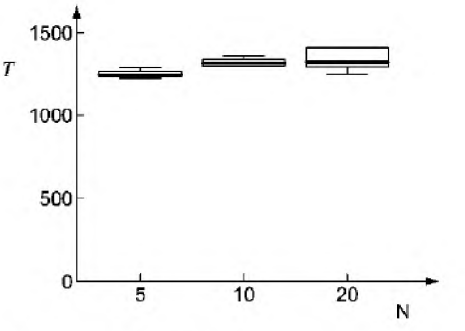
д) бумажные или пластиковые отходы

T – температура, °C; N – число отдельных лабораторий.

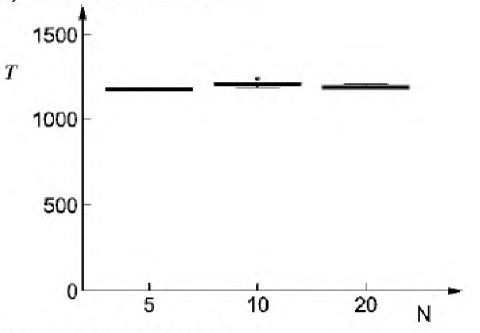
Рисунок А.3 – Отклонения температуры полусферы между лабораториями



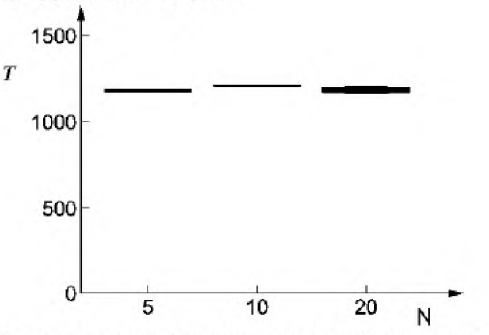
а) измельченные шины



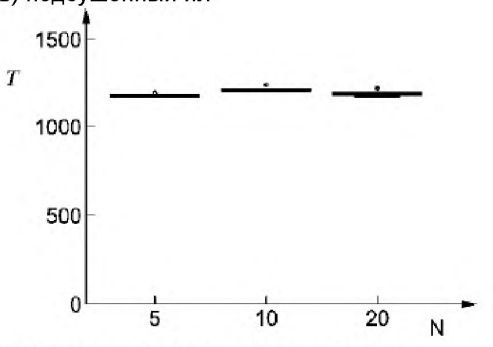
б) срубленное дерево



в) подсушенный ил



г) тугоплавкая фракция твердых бытовых отходов



д) бумажные или пластиковые отходы

T – температура, °C; N – число отдельных лабораторий

Рисунок А.4 – Отклонения температуры растекания между лабораториями

Библиография

[1] NF M03-048, *Solid mineral fuels — Determination of ash fusibility*

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

Ключевые слова: топливо твердое из бытовых отходов, зола, плавкость золы, метод характерных температур

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 36 экз. Зак. 3169.
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