ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54216— 2010 (CEN/TS 15104:2005)

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ

CEN/TS 15104:2005
Solid biofuels — Determination of total content of carbon, hydrogen and nitrogen — Instrumental methods
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

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 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 23 декабря 2010 г. № 1015-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEH/TC 15104:2005 «Биотопливо твердое. Определение углерода, водорода и азота инструментальными методами» (CEN/TS 15104:2005 «Solid biofuels — Determination of total content of carbon, hydrogen and nitrogen — Instrumental methods») путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012

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 1
5 Реактивы и стандартные образцы 2
6 Оборудование и требования к нему 2
7 Подготовка пробы 3
8 Проведение испытания 3
9 Обработка результатов 4
10 Прецизионность 5
11 Протокол испытаний 5
Библиография 6

Введение

Инструментальные методы определения углерода, водорода и азота в настоящее время получили широкое распространение, их все чаще применяют вместо известных стандартных химических методов, регламентированных в национальных стандартах.

В связи с этим возникла необходимость стандартизировать инструментальные методы. В ближайшее время вступит в действие национальный стандарт, регламентирующий инструментальный метод определения углерода, водорода и азота в твердом минеральном топливе, модифицированный по отношению к международному стандарту ИСО 29541:2010.

Метод, регламентированный настоящим стандартом, имеет в своей основе процедуры, изложенные в *[1]*, и заключается в определении массовой доли общего углерода (включая углерод карбонатов), общего водорода (включая водород влаги) и азота инструментальными методами.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И АЗОТА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ

Solid biofuels. Determination of total content of carbon, hydrogen and nitrogen by instrumental methods

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды твердого биотоплива и устанавливает инструментальный метод определения массовых долей общего углерода, общего водорода и азота.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. *Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения*

ГОСТ 2408.1—95 (ИСО 625—96) Топливо твердое. Методы определения углерода и водорода

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 28743—93 (ИСО 333—96) Топливо твердое минеральное. Методы определения азота

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 и определения по ГОСТ Р 54219.

4 Сущность метода

Навеску пробы сжигают в кислороде или в смеси кислорода с газом-носителем в условиях, при которых образуются зола и газообразные продукты сжигания, состоящие в основном из диоксида углерода, паров воды, элементарного азота и/или оксидов азота, газообразных соединений серы и галогенидов водорода.

Издание официальное

Продукты сжигания подвергают обработке для выделения водорода из соединений с серой или галогенами и образования паров воды, для восстановления оксидов азота до элементарного азота, а также для удаления соединений, мешающих дальнейшему проведению анализа. Далее диоксид углерода, водяной пар и азот в газовом потоке количественно определяют подходящими инструментальными методами.

5 Реактивы и стандартные образцы

5.1 Общие положения

При проведении испытаний следует использовать химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч. д. а. (чистый для анализа) по *ГОСТ 13867*.

Следует соблюдать осторожность при обращении с реактивами, многие из которых обладают токсичными и коррозионными свойствами.

5.2 Газ-носитель

Гелий или другой газ, указанный в инструкции по эксплуатации прибора.

5.3 Кислород газообразный *по ГОСТ 5583*

Технические характеристики приведены в инструкции по эксплуатации прибора.

5.4 Дополнительные реактивы

Характеристики дополнительных реактивов приведены в инструкции по эксплуатации прибора.

5.5 Вещества для градуировки

Чистые органические вещества, используемые для градуировки, приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Примеры веществ, применяемых для градуировки, и рассчитанные в них массовые доли C, H и N

Наименование	Формула	C, %	H, %	N, %
Ацетанилид	C_8H_9NO	71,1	6,7	10,4
Атропин	$C_{17}H_{23}NO_3$	70,6	8,0	4,8
Бензойная кислота	$C_7H_6O_2$	68,8	5,0	0,0
Цистин	$C_6H_{12}N_2O_4S_2$	30,0	5,0	11,7
Дифениламин	$C_{12}H_{11}N$	85,2	6,5	8,3
ЭДТА	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41,1	5,5	9,6
Фенилаланин	$C_9H_{11}NO_2$	65,4	6,7	8,5
Сульфаниламид	$C_6H_8N_2O_2S$	41,8	4,7	16,3
Сульфаниловая кислота	$C_6H_7NO_3S$	41,6	4,1	8,1
ТРИС {три(гидроксиметил)аминометан}	$C_4H_{11}NO_3$	39,7	9,1	11,6

5.6 Стандартные образцы

Стандартные образцы государственные (ГСО), аттестованные, представляют собой образцы твердого биотоплива, углей или коксов с известным содержанием углерода, водорода или азота, установленным по ГОСТ 2408.1, ГОСТ 28743. Соответствующий ГСО должен быть аттестован и утвержден национальным органом по стандартизации, метрологии и сертификации (ГОСТ 8.315). Используют стандартные образцы близкие по составу к анализируемым пробам.

6 Оборудование и требования к нему

Для определения углерода, водорода и азота инструментальными методами используют приборы, выпускаемые промышленностью. Тип прибора должен быть сертифицирован, зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений и допущен к применению в Российской Федерации.

Используемые приборы должны отвечать следующим функциональным требованиям:

а) условия сжигания пробы должны обеспечивать полное превращение углерода (включая углерод карбонатов) в диоксид углерода, водорода (включая водород гидратной влаги минералов и исключая водород, связанный с серой и летучими галогенами) в водяной пар и азота в газообразный азот и/или оксиды азота;

б) газообразные продукты сжигания или их аликвота (точно измеренная порция) должны быть соответствующим образом обработаны для удаления и/или отделения всех компонентов, которые могут в дальнейшем мешать идентификации и измерению содержания диоксида углерода, водяного пара или азота в газовом потоке;

в) водород, связанный с галогенами и серой, должен быть выделен и возвращен в газовый поток в виде водяного пара до проведения измерения;

г) оксиды азота, образовавшиеся при сжигании навески пробы, должны быть восстановлены до элементарного азота перед проведением измерения;

д) сигнал детектора должен быть пропорционален концентрации определяемого газа в области измеряемых концентраций, причем предпочтительна линейная зависимость;

е) если зависимость между сигналом детектора и концентрацией определяемого газа не линейна, аппаратура должна быть снабжена системой, обеспечивающей корреляцию между величиной сигнала детектора и концентрацией определяемого продукта сжигания;

ж) в состав аппаратуры должен входить дисплей для отображения сигналов детектора или система, позволяющая после введения необходимых данных рассчитывать и представлять концентрации углерода, водорода и азота в пробе.

Примечание — Система, производящая оценку сигнала детектора и соответствующие расчеты, может быть встроена в аппаратуру или представлять собой дополнительный вспомогательный блок.

7 Подготовка пробы

Проба биотоплива для испытаний представляет собой аналитическую пробу с размером частиц не более 1 мм, подготовленную по ГОСТ Р 54212.

Одновременно с определением C, H и N из отдельной навески аналитической пробы определяют содержание в ней влаги по ГОСТ Р 54211.

Примечания

1 Некоторые типы оборудования требуют для определения водорода использовать высушенную пробу. Высушивание аналитической пробы проводят непосредственно перед определением в сушильном шкафу при 105 °С так, как описано в ГОСТ Р 54211. В этом случае предварительно (или параллельно) проводят определение водорода из аналитической пробы другим прямым методом, используя результат этого определения для контроля результатов, получаемых инструментальным методом из высушенной навески. Содержание влаги в аналитической пробе определяют по ГОСТ Р 54211.

2 Некоторые типы оборудования требуют для проведения испытаний использовать пробы с максимальным размером частиц менее 1 мм (например, 0,25 мм) для того, чтобы добиться заявленной прецизионности измерений (таблица 2). При поступлении на испытание биотоплива ранее не встречавшегося вида размер частиц аналитической пробы подбирают экспериментально.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка пробы

Навеску пробы взвешивают с точностью, равной 0,1 % от ее величины. Величина навески определяется инструкцией по эксплуатации прибора и зависит от типа прибора и от ожидаемых содержаний углерода, водорода и азота.

Если используют приборы для микро- или полумикроанализа, навеску пробы взвешивают непосредственно в капсуле, предназначенной для проведения определения. В других случаях навеску пробы взвешивают в капсуле или в сосуде для взятия навесок, из которого ее переносят в капсулу.

8.2 Градуировка прибора

Градуировку прибора проводят следующим образом:

- *прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.* Перед градуировкой проводят анализ двух навесок проб с содержаниями определяемых элементов, находящимися в интервале ожидаемых концентраций. Полученные результаты далее не учитывают;

- выбирают вещества для градуировки (см. 5.5) или государственные стандартные образцы (см. 5.6), в которых концентрации углерода, водорода и азота близки к концентрациям этих элементов в испытуемых пробах и, по возможности, охватывают весь интервал ожидаемых концентраций. Проводят по 5 измерений для каждого выбранного стандартного образца в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора;

- качество полученных для каждого стандартного образца пяти результатов измерений проверяют путем сравнения расхождений между ними с максимально допустимыми расхождениями (повторяемостью), представленными в таблице 2. Расхождение между максимальным и минимальным результатами не должно превышать величину повторяемости более чем в 1,4 раза. Если эта величина превышена, проверяют наладку прибора и соответствие процедур, а затем повторяют градуировочные определения;

- используя средние значения концентраций определяемых элементов, рассчитанные по пяти результатам, градуируют прибор в соответствии с инструкцией по его эксплуатации;

- для проверки правильности градуировки прибора проводят анализ вещества для градуировки (см. 5.5) или государственного стандартного образца (см. 5.6) так же, как проводят испытания проб (см. 8.3). Градуировку считают удовлетворительной, если результат испытания стандартного образца отличается от значения, указанного в паспорте, на величину, не превышающую величину повторяемости для данного метода (раздел 10). В противном случае градуировку по 8.2 повторяют. Для проведения градуировки и для проверки градуировки следует использовать разные стандартные образцы;

- градуировку прибора проводят при его первоначальной настройке, после ремонта или замены какой-либо части, а также если в процессе рутинного анализа проб (см. 8.3) при проверке градуировки путем анализа стандартного образца обнаруживают расхождение между измеренным и паспортным значениями концентрации больше, чем величина повторяемости для данного метода.

8.3 Испытание проб

Анализ навески пробы (см. 8.1) проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Периодически между сериями испытаний проб проводят испытание вещества для градуировки (см. 5.5) или стандартного образца (см. 5.6). Если результат этих испытаний отличается от паспортного значения на величину, превышающую повторяемость (см. раздел 10), градуировку прибора повторяют в соответствии с 8.2, а результаты последней серии испытаний проб бракуют.

Если при проведении короткой серии испытаний пробы не проводили градуировку прибора с использованием вещества для градуировки (см. 5.5) или стандартных образцов (см. 5.6) по 8.2 (и не было необходимости использовать стандартный образец для контроля, как описано в предыдущем абзаце), то проводят анализ вещества для градуировки (см. 5.5) или стандартного образца (см. 5.6) в начале и в конце серии испытаний пробы для получения подтверждения и внесения в протокол точности результатов испытаний.

9 Обработка результатов

Массовые доли общего углерода (C^{d}), водорода (H^{d}) и азота (N^{d}) в сухой пробе твердого биотоплива, выраженные в % масс, вычисляют по формулам:

$$C^{d} = C^{a}\frac{100}{100 - W^{a}}; \quad (1)$$

$$H^{d} = \left[H^{a} - \frac{W^{a}}{8{,}937}\right]\frac{100}{100 - W^{a}}; \quad (2)$$

$$N^{d} = N^{a}\frac{100}{100 - W^{a}}, \quad (3)$$

где C^{a}, H^{a}, N^{a} — массовая доля общего углерода, общего водорода (включая водород аналитической влаги), азота в аналитической пробе соответственно, %;

W^{a} — массовая доля влаги в аналитической пробе, определяемая по ГОСТ Р 54211, %.

Результаты испытаний, представляющие собой среднеарифметические значения результатов параллельных испытаний, округляют до 0,1 % для углерода и водорода и до 0,05 % — для азота.

Результаты анализа могут быть пересчитаны на другие состояния биотоплива.

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, проведенных в течение короткого периода времени, но не одновременно в одной и той же лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одного и того же оборудования на двух навесках, отобранных из одной и той же аналитической пробы, не должны отличаться друг от друга больше, чем на величину повторяемости, указанную в таблице 2.

10.2 Воспроизводимость

Два результата определений, каждое из которых представляет собой среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, полученные в двух различных лабораториях из представительных порций, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должны отличаться друг от друга больше, чем на величину воспроизводимости, указанную в таблице 2.

Таблица 2 — Прецизионность метода

Элемент	Максимально допустимые расхождения между результатами *при доверительной вероятности P = 0,95* (выраженными на сухое состояние)	
	повторяемость	воспроизводимость
Углерод	0,5 % абс.	1,5 % абс.
Водород	0,25 % абс.	0,5 % абс.
Азот	0,05 % абс. (при N < 0,5 %) 10 % отн. (при N > 0,5 %)	0,1 % абс. (при N < 0,5 %) 20 % отн. (при N > 0,5 %)

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) результаты испытаний с указанием, на какое состояние биотоплива они выражены;

в) наименование лаборатории и дату проведения испытания;

г) идентификацию пробы;

д) проводившиеся при испытаниях процедуры, не описанные в данном стандарте или необязательные;

е) любые особенности, отмеченные в ходе испытаний.

Библиография

[1] *ГОСТ Р 54244—2010 (ИСО 29541:2010) Топливо твердое минеральное. Инструментальный метод определения углерода, водорода и азота*

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

Ключевые слова: биотопливо твердое, массовая доля углерода, массовая доля водорода, массовая доля азота, инструментальные методы, стандартный образец для калибровки, стандартный образец

Редактор *М.Р. Холодкова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 25.04.2012. Подписано в печать 18.05.2012. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 104 экз. Зак. 464.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru