ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54185— 2010 (ЕН 14775:2009)

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ

EN 14775:2009
Solid biofuels — Determination of ash content
(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 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 21 декабря 2010 г. № 957-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному стандарту ЕН 14775:2009 «Биотопливо твердое. Определение зольности» (EN 14775:2009 «Solid biofuels — Determination of ash content») 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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ

Solid biofuels. Determination of ash content

Дата введения — 2012—07—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 стандарты:

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

ГОСТ Р 54187—2010 (CEN/TS 14779:2005) Биотопливо твердое. Отбор проб. Общие требования

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

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, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 зольность, сухое состояние (Ash content, dry basis): Отношение массы твердого неорганического остатка, образующегося после полного сгорания топлива в определенных условиях, к массе сухого вещества, выраженное в процентах.

4 Сущность метода

Зольность определяют расчетным путем по массе остатка, образовавшегося после сгорания топлива при температуре (550 ± 10) °С.

Издание официальное

Автоматическое оборудование может быть использовано, когда метод проверяется на эталонных образцах аналогичного вида биомассы. Это оборудование должно отвечать всем требованиям, приведенным в разделе 7, касающимся размера пробы, процедуры нагрева, температуры, атмосферы и точности взвешивания.

Примечание — Разницу в зольности при сжигании топлива при температуре 815 °С по сравнению с более низкой 550 °С, в соответствии с [1], можно объяснить потерей летучих неорганических соединений, высокой степенью окисления неорганических веществ и разложением карбонатов, образующих CO_2. На практике определения зольности некоторые из высвобожденных неорганических веществ могут быть восстановлены, в то время как летучая зола CO_2 и другие газообразные соединения не восстанавливаются, т. е. они не будут являться частью общего количества золы.

5 Оборудование и требования к нему

5.1 Тигли

Тигли для сжигания из инертного материала, такого как фарфор, кремний или платина, глубиной от 10 до 20 мм и такого размера, чтобы на 1 $см^2$ поверхности дна тигля масса пробы топлива не превышала 0,1 $г/см^2$.

5.2 Муфельная печь

Муфельная печь, обеспечивающая равномерный нагрев, необходимую температуру нагрева и скорость нагрева в соответствии с требованиями настоящего стандарта. Вентиляция должна быть такой, чтобы не было недостатка кислорода при горении и разогреве.

Примечание — Скорость обмена воздуха муфельной печи должна составлять от 5 до 10 рабочих объемов печи в минуту.

5.3 Весы

Весы лабораторные по *ГОСТ Р 53228* с точностью взвешивания до 0,1 г.

5.4 Эксикатор

Эксикатор без осушителя.

Примечание — При использовании эксикаторов без осушителя по ГОСТ 11022—1995 (ИСО 1171:1997) «Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности» необходимо обратить внимание на то, что зола и пепел от твердого биотоплива зачастую более гигроскопичны, чем пепел угля.

6 Подготовка пробы

Для определения зольности используют пробу, измельченную до размера частиц 1 мм и менее, отобранную по ГОСТ Р 54187 и подготовленную в соответствии с ГОСТ Р 54212.

Определение зольности выполняют одним из следующих способов:

а) прямо на подготовленной аналитической пробе, включая одновременное определение содержания влаги в образце по ГОСТ Р 54211;

б) на образце аналитической пробы, которая была предварительно высушена и хранилась абсолютно сухой перед взвешиванием в закрытом контейнере в эксикаторе.

Примечание — Для некоторых видов биотоплива подготавливают образцы размером менее 1 мм (например, 0,25 мм) для того, чтобы сохранить заявленную точность.

7 Проведение испытания

Испытания проводят минимум на двух навесках.

Все взвешивания проводят на весах согласно 5.3 с точностью до 0,1 мг.

7.1 Прокаливают пустой тигель (5.1) в муфельной печи (5.2) при (550 ± 10) °С не менее 60 мин, дают остыть на жаростойких пластинах в течение 5—10 мин и помещают в эксикатор. Когда тигель остынет до температуры окружающей среды, его взвешивают с точностью до 0,1 мг и записывают массу.

Примечение — Несколько тиглей могут обрабатываться одновременно.

7.2 Перед началом определения аналитическую пробу тщательно перемешивают и затем взвешивают. Пробу массой 1 г помещают на дно тигля и разравнивают. Взвешивают тигель с пробой с точностью до 0,1 мг и записывают массу. Если аналитическая проба требует высушивания, то тигель с пробой высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 10) °С, а затем взвешивают.

Примечание — При нужной зольности для большей точности необходимо использовать больший размер выборки (и большие блюда).

7.3 Помещают наполненный тигель в холодную печь. Затем нагревают печь с тиглем следующим образом:

- печь нагревают равномерно до температуры (250 ± 10) °С в течение 50 минут (т. е. увеличение температуры составляет + 5 °С/мин). Поддерживают температуру на этом уровне в течение 60 мин, чтобы вышли летучие вещества до воспламенения;
- продолжают равномерно нагревать печь до температуры (550 ± 10) °С в течение 60 мин (т. е. увеличение температуры составляет + 5 °С/мин) и поддерживают температуру на этом уровне не менее 120 мин.

7.4 Вынимают тигель с его содержимым из печи. Помещают тигель для охлаждения на толстую металлическую пластину на 5—10 мин, затем переносят в эксикатор без осушителя для остывания до температуры окружающей среды. Как только температура окружающей среды будет достигнута, взвешивают тигель с его содержимым с точностью до 0,1 мг и записывают массу. Рассчитывают зольность, как указано в пункте 8.

7.5 Если возникает сомнение, что образец сгорел не полностью (например, при визуальном осмотре обнаружена сажа), то:

- либо тигель с его содержимым помещают в печь, нагретую до 550 °С, и прокаливают 30 мин, после чего взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока изменение массы тигля с остатком не станет менее 0,2 мг;
- либо в тигель добавляют несколько капель воды или нитрата аммония, затем помещают его в холодную печь, нагревают до температуры (550 ± 10) °С и прокаливают в течение 30 мин, после чего взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока изменение массы тигля с остатком не станет менее 0,2 мг.

8 Обработка результатов

8.1 Зольность на сухое состояние A^d, % масс, рассчитывают по формуле

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

где m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с пробой, г;

m_3 — масса тигля с зольным остатком, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе, %.

8.2 Результаты испытаний вычисляют до 0,01 % и округляют до 0,1 %. За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9 Прецизионность

9.1 Повторяемость (сходимость)

Результаты двух параллельных определений (проведенных в течение краткого промежутка времени, но не одновременно), выполненных в одной и той же лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на двух представительных образцах, взятых из одной и той же пробы для испытаний, не должны отличаться друг от друга более чем на значения, указанные в таблице 1.

9.2 Воспроизводимость

Разность результатов двух параллельных определений, выполненных в двух различных лабораториях на представительных образцах, взятых из одной и той же пробы для испытаний, не должны отличаться друг от друга более чем на значения, указанные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Повторяемость и воспроизводимость метода

Зольность, %	Максимально допустимые расхождения между результатами *при доверительной вероятности P = 0,95* (на сухое состояние)	
	Предел повторяемости	Критические различия воспроизводимости
Менее 10 %	0,2 % (абсолютных)	0,3 % (абсолютных)
10% и более	2,0 % от среднего значения	3,0 % от среднего значения

П р и м е ч а н и е — Значения в таблице 1 приведены на основе точных данных для угля и кокса по [1].

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

а) наименование лаборатории и дату проведения анализа;

б) наименование продукции или образца испытаний;

в) ссылку на настоящий стандарт;

г) любое отклонение от стандарта, отмеченное во время определения;

д) результаты испытаний на сухой основе;

е) условия, замечания и отклонения в ходе процедуры испытания, которые могут повлиять на его результат.

Библиография

[1] ГОСТ 11022—1995 (ИСО 1171:1997) «Топливо твердое минеральное. Методы определения зольности»

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

Ключевые слова: биотопливо твердое, метод определения, зольность

Редактор *М.Р. Холодкова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.04.2012. Подписано в печать 23.04.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,68. Тираж 104 экз. Зак. 359.

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