

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54213—  
2010  
(CEN/TS 15290:2006)

---

**Биотопливо твердое**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЭЛЕМЕНТОВ**

CEN/TS 15290:2006  
Solid biofuels — Determination of major elements  
(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## 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 23 декабря 2010 г. № 1012-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEN/TC 15290:2006 «Биотопливо твердое. Определение макроэлементов» (CEN/TS 15290:2006 «Solid biofuels — Determination of major elements») 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 . . . . .	2
4 Обозначения и сокращения . . . . .	2
5 Сущность метода . . . . .	2
6 Реактивы . . . . .	2
7 Оборудование и требования к нему . . . . .	2
8 Подготовка пробы . . . . .	3
9 Проведение испытания . . . . .	3
10 Обработка результатов . . . . .	4
11 Протокол испытаний . . . . .	4
Приложение А (справочное) Коэффициенты пересчета определяемых концентраций с элемента на оксид элемента . . . . .	5

## Введение

Элементы, называемые в настоящем стандарте макроэлементами твердого биотоплива, в большей степени являются макроэлементами золы топлива, чем самого топлива. Сведения о содержании этих элементов в топливе могут быть полезными для прогнозирования поведения золы, т. е. для прогнозирования процесса шлакообразования при сжигании топлива. Следует иметь в виду, что повышенное содержание некоторых элементов может свидетельствовать о загрязнении топлива песком или землей.

В настоящем стандарте описан химический метод определения макроэлементов. В качестве альтернативного может быть использован метод рентгено-флуоресцентной спектроскопии (XRF) при наличии подходящих стандартных образцов биомассы.

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЭЛЕМЕНТОВ

Solid biofuels. Determination of major elements

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения таких макроэлементов, как алюминий (Al), кальций (Ca), железо (Fe), магний (Mg), фосфор (P), калий (K), кремний (Si), натрий (Na) и титан (Ti) в твердом биотопливе или в его золе. Данными методами могут быть также определены барий (Ba) и марганец (Mn).

Стандарт состоит из двух частей: в части А приведен метод прямого определения макроэлементов в биотопливе. Этот метод применим также для определения в топливе серы и микроэлементов. В части Б приведен метод определения макроэлементов в золе биотоплива, полученной при 550 °С.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51309—99 *Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектроскопии*

ГОСТ Р 51760—2001 *Тара потребительская полимерная. Общие технические условия*

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 54185—2010 (ЕН 14775:2009) *Биотопливо твердое. Определение зольности*

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 4461—77 *Реактивы. Кислота азотная. Технические условия*

ГОСТ 6709—72 *Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 9656—75 *Реактивы. Кислота борная. Технические условия*

ГОСТ 10484—78 *Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия*

ГОСТ 10929—76 *Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия*

ГОСТ 13867—68 *Продукты химические. Обозначение чистоты*

ГОСТ 23268.6—78 *Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов натрия*

ГОСТ 23268.7—78 *Воды минеральные, питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов калия*

**П р и м е ч а н и е** — 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 теку-

щего 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 Обозначения и сокращения

#### 4.1 Обозначения

Al — Алюминий	Mg — Магний	Si — Кремний
Ca — Кальций	P — Фосфор	Na — Натрий
Fe — Железо	K — Калий	Ti — Титан

#### 4.2 Сокращения

- 4.2.1 ICP-OES — оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.  
 4.2.2 ICP-MS — масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.  
 4.2.3 FAAS — пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия.  
 4.2.4 FES — пламенная эмиссионная спектрометрия.

### 5 Сущность метода

Пробу твердого биотоплива (часть А) или золы биотоплива, полученной при 550 °С (часть Б), разлагают в закрытом сосуде под воздействием химических реактивов, температуры и давления.

В полученном растворе макроэлементы определяют следующими методами: оптической эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES), масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS) или пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией (FAAS).

### 6 Реактивы

#### 6.1 Общие положения

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч. д. а. по ГОСТ 13867. Если в пробе определяют также микроэлементы, степень чистоты реактивов должна быть выше.

6.2 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.

6.3 Кислота азотная ( $\text{HNO}_3$ ) по ГОСТ 4461, раствор 65 % (масс.) плотностью  $\rho_{20} = 1,40 \text{ г/см}^3$ .

6.4 Водорода пероксид ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), раствор 30 % (масс.) плотностью  $\rho_{20} = 1,11 \text{ г/см}^3$  по ГОСТ 10929.

6.5 Кислота фтороводородная (плавиковая) ( $\text{HF}$ ) по ГОСТ 10484, раствор 40 % (масс.) плотностью  $\rho_{20} = 1,13 \text{ г/см}^3$ .

**ВНИМАНИЕ** — Плавиковая кислота может быть опасна для здоровья.

6.6 Борная кислота ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) по ГОСТ 9656, раствор 4 % (масс.).

### 7 Оборудование и требования к нему

7.1 Нагревательное оборудование, подходящее для использования при разложении проб.

Сушильный шкаф с электронагревом или другой нагревательный блок, обеспечивающие температуру  $(220 \pm 10) \text{ °C}$ .

7.2 Микроволновая печь, предназначенная для лабораторного использования, оснащенная устройством для контроля температуры.

## 7.3 Сосуды для разложения проб.

Банки из фторопласта, способные выдерживать температуру разложения пробы.

## 7.4 Весы ГОСТ Р 53228 с точностью взвешивания до 1 мг.

## 7.5 Пластиковые мерные колбы.

## 8 Подготовка пробы

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

Результаты испытаний рассчитывают на сухое состояние топлива. Одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги аналитической пробы по ГОСТ Р 54211.

## 9 Проведение испытания

### 9.1 Разложение проб

**Примечание** — При разложении проб в присутствии фтористо-водородной кислоты возможно образование летучих соединений.

#### 9.1.1 Часть А: прямое определение из топлива

Пробу топлива разлагают в закрытом пластиковом сосуде (см. 7.3). Разложение проводят в сушильном шкафу, нагревательном блоке (см. 7.1) или микроволновой печи (см. 7.2). Для этого:

- навеску измельченной и тщательно перемешанной пробы массой 500 мг помещают в сосуд для разложения. В сосуд добавляют 3,0 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (6.4), 8,0 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> (см. 6.3) и 1,0 см<sup>3</sup> HF (см. 6.5). Содержимое сосуда осторожно перемешивают и через 5 мин (после того, как пройдет реакция) закрывают крышкой;

- нагрев сосуда производят постепенно. Динамика нагрева должна быть следующей:

а) в сушильном шкафу или нагревательном блоке\*:

- 1) в течение 1 ч нагревают до 220 °С со скоростью 3,33 °С/мин;
- 2) выдерживают в течение 1 ч при 220 °С;

б) в микроволновой печи\*\*:

- 1) в течение 15 мин нагревают до 190 °С со скоростью 11,33 °С/мин;
- 2) выдерживают в течение 20 мин при 190 °С;

- после охлаждения до комнатной температуры сосуд открывают, добавляют в него 10 см<sup>3</sup> H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (6.6) для нейтрализации HF. Снова закрывают сосуд и нагревают в следующем режиме:

а) в сушильном шкафу или нагревательном блоке\*:

- 1) нагревают как можно быстрее до 180 °С;
- 2) выдерживают в течение 15 мин при 180 °С;

б) в микроволновой печи\*\*:

- 1) нагревают как можно быстрее до 150 °С;
- 2) выдерживают в течение 15 мин при 150 °С;

- после охлаждения раствор из сосуда для разложения переносят в мерную колбу. Сосуд для разложения несколько раз тщательно промывают водой (6.2), сливая воду в ту же мерную колбу. Вместимость мерной колбы зависит от используемого метода определения. Доливают воду до метки.

**Примечание** — Некоторые сосуды из фторопласта не выдерживают температуру выше 170 °С. В этом случае разложение проводят при меньшей температуре, выдерживая пробу при этой температуре более длительное время. Проверку правильности результатов, полученных в таких условиях, осуществляют, проводя в этих же условиях анализ стандартного образца биомассы, близкого по составу анализируемой пробе биотоплива, и сравнивая полученные результаты с паспортными значениями.

#### 9.1.2 Часть Б: определение из золы, полученной при 550 °С

Золу для испытания получают, нагревая пробу до 550 °С и одновременно определяя ее зольность при этой температуре в соответствии с ГОСТ Р 54185.

Дальнейшие процедуры разложения золы аналогичны процедурам, которые используют для разложения топлива:

\* Указанная температура относится к нагревательному прибору (например, к сушильному шкафу).

\*\* Указанная температура относится к раствору.

- навеску тщательно перемешанной золы массой 50 мг помещают в сосуд для разложения. В сосуд добавляют 2,0 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (см. 6.4), 3,0 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> (см. 6.3) и 0,75 см<sup>3</sup> HF (см. 6.5). Содержимое сосуда осторожно перемешивают и через 5 мин (после того, как пройдет реакция) закрывают крышкой;

- пробу разлагают, используя один из режимов нагрева, описанных в пункте 9.1.1;

- после охлаждения до комнатной температуры сосуд открывают, добавляют в него 7,5 см<sup>3</sup> H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (см. 6.6) и 20 см<sup>3</sup> воды (см. 6.2) для нейтрализации HF;

- снова нагревают пробу, используя один из режимов нагрева для нейтрализации (см. 9.1.1);

- после охлаждения раствор из сосуда для разложения переносят в мерную колбу. Сосуд для разложения несколько раз тщательно промывают водой (см. 6.2), сливая воду в ту же мерную колбу. Вместимость мерной колбы зависит от используемого метода определения. Доливают воду до метки.

**Примечание** — Разложение золы следует проводить сразу же после ее получения. При хранении золы существует риск поглощения ею влаги.

## 9.2 Методы определения

Для измерения концентраций Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na и Ti используют следующие методы: ICP-OES, ICP-MS, FAAS, FES. Эти и другие методы регламентированы в ГОСТ Р 51309, ГОСТ 23268.6, ГОСТ 23268.7.

## 9.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт в соответствии с процедурами, описанными в 9.1.1, 9.1.2 и 9.2, но без навески пробы. Результат холостого опыта позволяет оценить содержание определяемых элементов в реактивах и любые загрязнения, попадающие от оборудования и из воздуха лаборатории. Содержание этих загрязнений не должно быть большим.

**Примечание** — Количественно незначимым считают массовую долю элемента в растворе холостого опыта, составляющее менее 20 % от содержания элемента в растворе пробы.

# 10 Обработка результатов

Результат испытания представляет собой среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результаты испытаний могут быть пересчитаны на различные состояния топлива.

Массовую долю элемента в сухой пробе биотоплива  $\mathcal{Q}^d$ , выраженную в мг/кг, рассчитывают по формулам:

- при определении из биотоплива

$$\mathcal{Q}^d = \frac{(c_{\Sigma} - c_{\Sigma,0})V}{m} \frac{100}{(100 - W^a)}; \quad (1)$$

- при определении из золы биотоплива

$$\mathcal{Q}^d = \frac{(c_{\Sigma} - c_{\Sigma,0})V}{m_A} \frac{A^a}{(100 - W^a)}; \quad (2)$$

где  $c_{\Sigma}$  — концентрация элемента в растворе пробы, мг/дм<sup>3</sup>;

$c_{\Sigma,0}$  — концентрация элемента в растворе холостого опыта, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески биотоплива, отобранная для испытания, г;

$m_A$  — масса навески золы биотоплива, полученной при 550 °С, отобранная для испытания, г;

$W^a$  — массовая доля влаги в аналитической пробе биотоплива, %;

$A^a$  — зольность аналитической пробы биотоплива при 550 °С, %.

# 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- результаты испытаний с указанием, на какое состояние топлива они выражены;
- идентификационные данные лаборатории и дату проведения испытаний;
- идентификацию исследуемой пробы;
- проводившиеся при испытаниях процедуры, не описанные в данном стандарте или необязательные;
- любые особенности, отмеченные в ходе испытаний.



**Приложение А**  
**(справочное)**

**Коэффициенты пересчета определяемых концентраций с элемента на оксид элемента**

При необходимости выразить состав золы твердого биотоплива, полученной при 550 °С, в виде массовых долей в золе оксидов макроэлементов используют следующие коэффициенты пересчета массовых долей элементов на содержания оксидов:

Al → Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,89
Ca → CaO	1,40
Fe → Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,43
Mg → MgO	1,66
P → P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2,29
K → K <sub>2</sub> O	1,20
Si → SiO <sub>2</sub>	2,14
Na → Na <sub>2</sub> O	1,35
Ti → TiO <sub>2</sub>	1,67



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

Сдано в набор 19.04.2012. Подписано в печать 27.04.2012. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,02. Тираж 109 экз. Зак. 410.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

