

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54215—  
2010  
(CEN/TS 15289:  
2006)

Биотопливо твердое

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ  
ОБЩЕЙ СЕРЫ И ХЛОРА**

CEN/TS 15289:2006  
Solid biofuels — Determination  
of total content of sulphur and chlorine  
(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. № 1014-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному документу CEN/TC 15289:2006 «Биотопливо твердое. Определение содержания общей серы и хлора» (CEN/TS 15289:2006 «Solid biofuels — Determination of total content sulphur and chlorine») 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 Сущность метода . . . . .	2
5 Реактивы . . . . .	2
6 Оборудование и требования к нему . . . . .	3
7 Подготовка пробы . . . . .	3
8 Проведение испытания . . . . .	3
9 Обработка результатов . . . . .	5
10 Прецизионность . . . . .	5
11 Протокол испытаний . . . . .	6
Библиография . . . . .	7

## Введение

Сера и хлор присутствуют в твердом биотопливе в различных концентрациях. При сжигании топлива они обычно превращаются в оксиды серы и хлориды. Эти элементы и их соединения наносят вред окружающей среде и способствуют коррозии металлов.

Предпочтительный способ разложения образцов биомассы — сжигание в герметично закрытой бомбе, заполненной кислородом. Альтернативным является метод разложения в закрытых сосудах. Могут также использоваться другие аналитические методы (например, высокотемпературное сжигание в трубчатой печи, сжигание по Викболду или Шенингеру, метод Эшка). Определить образующиеся при этом соединения хлора и серы можно различными методами, например титrimетрически или с помощью ионной хроматографии.

Могут быть также использованы другие альтернативные методы и анализаторы, если методы проверены путем анализа стандартных образцов биомассы аналогичного типа, а результаты отвечают требованиям раздела 10 настоящего стандарта.

Типичные массовые доли серы и хлора в биотопливах приведены в приложении С [1].

Биотопливо твердое

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ И ХЛОРА

Solid biofuels.

Determination of total content of sulphur and chlorine

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Данный стандарт устанавливает методы определения массовых долей общей серы и общего хлора в твердом биотопливе. В стандарте описаны процедура разложения проб и различные аналитические методы количественного определения элементов в полученном растворе.

Методы применимы для всех видов биотоплива с массовыми долями хлора и/или серы более 50 мг/кг.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р 52181—2003 *Вода питьевая. Определение содержания анионов методами ионной хроматографии и капиллярного электрофореза*

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) *Вода для лабораторного анализа. Технические условия*

ГОСТ Р 52964—2008 *Вода. Методы определения содержания сульфатов*

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

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 54213—2010 (CEN/TS 15290:2006) *Биотопливо твердое. Определение макроэлементов*

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

ГОСТ 147—95 (ИСО 1928—76) *Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания*

ГОСТ 1770—74 *Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия*

ГОСТ 4245—72 *Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов*

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

ГОСТ 6709—72 *Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 9326—2002 (ИСО 587—97) *Топливо твердое минеральное. Методы определения хлора*

ГОСТ 13867—68 *Продукты химические. Обозначение чистоты*

**ГОСТ 25336—82 *Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры***

**П р и м е ч а н и е —** При использовании 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 заменён (изменен), то при использовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменён 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**

#### **4.1 Общие положения**

Определение массовых долей общей серы и общего хлора проводят в два этапа (см. 4.2 и 4.3) или применяя анализаторы (см. 4.4).

#### **4.2 Разложение пробы биотоплива и перевод кислых газообразных продуктов в раствор**

- сжигание в герметично закрытой бомбе, заполненной кислородом, и абсорбция кислых газообразных продуктов поглотительным раствором (метод А);
- разложение в закрытых сосудах по ГОСТ Р 54213 (метод Б).

#### **4.3 Определение сульфатов и хлоридов в полученном растворе**

- ионная жидкостная хроматография по ГОСТ Р 52181;
- атомная спектрометрия по ГОСТ Р 51309 (определение серы и хлора как элементов);
- другие подходящие аналитические методы (ГОСТ Р 52964, ГОСТ 4245).

**П р и м е ч а н и е —** На практике применяют большое количество методов количественного определения сульфатов и хлоридов, значительно отличающихся друг от друга пределом обнаружения и прецизионностью.

#### **4.4 Анализаторы**

Анализаторы могут быть использованы, если метод проверен путем анализа стандартных образцов биомассы аналогичного типа. При использовании анализаторов серу и хлор чаще всего определяют из их газообразных соединений (например, метод инфракрасной спектроскопии). В других типах анализаторов определение серы и хлора основано на адсорбции органических соединений, в состав которых входят эти элементы.

Методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии серу и хлор можно определять непосредственно в образцах твердого биотоплива.

**П р и м е ч а н и е —** Оборудование, работа которого проверена, например, только с помощью стандартных образцов соломы, не может считаться пригодным для определения серы и хлора в пробах, например, древесины, так как содержание этих элементов в древесине обычно намного меньше, чем в соломе, и/или неизвестно, как влияет различие в матричном составе стандартных и анализируемых образцов.

### **5 Реактивы**

Перечисленные ниже реактивы относятся только к методу разложения пробы сжиганием, приведенному в 8.1.1 (метод А). Реактивы для разложения методом Б, а также реактивы, используемые при определении элементов различными методами по 8.2, описаны в соответствующих стандартах.

#### **5.1 Общие положения**

Все реактивы должны иметь степень чистоты не менее ч.д.а. по ГОСТ 13867. Особое внимание следует обратить на массовые доли в реактивах хлора и серы, которое должно быть столь незначительным, чтобы не влиять на результаты определения.

**5.2 Вода второй степени чистоты по ГОСТ Р 52501. Дистиллиированную 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, полипропилена или боросиликатного стекла по ГОСТ Р 51760, предварительно промытой водой той же степени чистоты.*

5.3 Кислород газообразный по ГОСТ 5583 с объемной долей чистого вещества 99,95 %.

#### 5.4 Добавки, улучшающие горение

В качестве таких добавок могут быть использованы различные вещества, например бензойная кислота, парафиновое масло, ацетобутират в виде таблеток, полиэтилен.

### 6 Оборудование и требования к нему

#### 6.1 Общего назначения

6.1.1 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6.1.2 Стеклянная лабораторная посуда по ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336.

#### 6.2 Метод А

6.2.1 Пресс, оснащенный матрицей для прессования таблеток диаметром около 13 мм.

6.2.2 Бомба для сжигания, предназначенная для определения серы и хлора. Может быть использована бомба, которая применяется для определения теплоты сгорания по ГОСТ 147.

Бомба должна быть герметичной во время испытания и должна позволять количественно извлекать жидкие продукты после испытания. Ее внутренняя поверхность может быть сделана из нержавеющей стали или любого другого материала, на который не оказывают влияния процесс горения и продукты горения.

#### 6.3 Метод Б

Герметично закрывающиеся сосуды для разложения по ГОСТ Р 54213.

### 7 Подготовка пробы

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

П р и м е ч а н и е — Для некоторых инструментальных методов анализа твердого биотоплива для достижения заданных значений прецизионности и предела повторяемости может возникнуть необходимость приготовления проб для испытаний с максимальным размером частиц меньше 1 мм (например, 0,25 мм).

Если результаты испытаний необходимо пересчитать на сухое состояние биотоплива, то одновременно с испытанием из отдельной навески пробы определяют содержание влаги по ГОСТ Р 54211.

### 8 Проведение испытания

#### 8.1 Разложение пробы

##### 8.1.1 Метод А: Сжигание в герметично закрытой бомбе, заполненной кислородом

Пробы твердого биотоплива, как правило, подвергают испытанию в виде прессованных таблеток, что связано с низкой плотностью вещества и особенностями его поведения при горении. Для этого:

- отбирают навеску пробы приблизительно 1 г (если бомба для сжигания не рассчитана на другие количества пробы);

- навеску пробы помещают в матрицу пресса (6.2.1) и спрессовывают, прикладывая достаточные усилия, чтобы получить компактную нерассыпающуюся таблетку, которую взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если одновременно с настоящим испытанием проводят определение теплоты сгорания, то масса таблетки является также массой навески для определения теплоты сгорания по ГОСТ 147;

- переносят таблетку в кварцевый или металлический тигель.

Испытание может проводиться с использованием добавок, улучшающих горение:

- а) жидкые добавки: после взвешивания таблетки и помещения ее в тигель на таблетку капают жидкую добавку (дают жидкости впитаться); точную массу добавки определяют путем взвешивания;

- б) твердые добавки: при использовании твердых добавок сжигание проводят в специальной капсуле для сжигания, которую предварительно взвешивают. В капсулу помещают твердую добавку, взвешивают, а затем заполняют капсулу порошкообразной пробой. Взвешивают капсулу с пробой. Массу

# ГОСТ Р 54215—2010

навески пробы рассчитывают, вычитая из массы капсулы с пробой массу капсулы и массу твердой добавки;

- в бомбу добавляют 1 мл воды в качестве поглотительного раствора (см. также ГОСТ 147, если необходимо одновременно определить теплоту сгорания). Альтернативными являются условия, при которых воду не добавляют совсем или добавляют в большем количестве (до 5 мл). Если массовые доли хлора или серы превышает 2 % (масс), то в качестве поглотительного используют щелочной раствор для нейтрализации кислых продуктов сжигания. Если последующее определение предполагают проводить методом ионной хроматографии, то в качестве поглотительного раствора может быть использован карбонат-бикарбонатный раствор, служащий подвижной фазой в методе ионной хроматографии. Во всех случаях калибровку прибора и холостые испытания проводят с таким же поглотительным раствором и в том же количестве, что при испытании топлива;

- помещают тигель в держатель на крышке бомбы и закрепляют проволоку для поджигания. Собирают бомбу и плотно завинчивают крышку. Перед зажиганием бомбу наполняют кислородом до давления 30 бар.

## П р и м е ч а н и я

1 Если массовой доли хлора в пробе очень мало, использование хлопчатобумажной нити для поджигания может привести к завышенным результатам определения массовой доли хлора. Этого можно избежать, используя тигли из очень чистого материала и не используя хлопчатобумажную нить для поджигания.

2 Бомбу заполняют кислородом с большим избытком для предотвращения образования при сжигании топлива оксида трехвалентного азота, особенно если измерение массовых долей серы и хлора проводят методом ионной хроматографии (иначе некоторые пики хроматограммы могут быть недостаточно хорошо разделены);

- после сжигания медленно сбрасывают давление в бомбе перед тем, как ее открыть;
- переносят поглотительный раствор в мерную колбу (50 мл или 100 мл);
- бомбу, крышку и тигель, включая остатки от сжигания в тигле, тщательно ополаскивают водой.

Промывные воды переносят в ту же мерную колбу и доливают водой до метки.

Для использования на следующем этапе некоторых аналитических методов необходима предварительная химическая обработка раствора перед заполнением мерной колбы до метки. Некоторые методы требуют предварительного фильтрования раствора.

**П р и м е ч а н и е —** Если проба содержит большие концентрации серы и/или хлора (> 2 %), газообразные продукты сжигания пропускают через промывную склянку, содержащую поглотительный раствор. Газы поступают по трубке, оканчивающейся погруженным в раствор пористым диском. Это обеспечивает полное растворение кислых газообразных продуктов сжигания. Раствор из промывной склянки может быть объединен с основным раствором из бомбы либо проанализирован отдельно.

При использовании этого метода одновременно с разложением пробы можно определять теплоту сгорания. В этом случае следует соблюдать требования ГОСТ 147. Массовые доли других галогенов (фтора, брома, йода) могут быть определены подобным методом.

## 8.1.2 Метод Б: Разложение в закрытом сосуде

Метод разложения в закрытом сосуде описан в ГОСТ Р 54213. При определении хлора для разложения навески используют  $H_2O_2$  в количестве 0,8 мл на 100 мг пробы. Это количество больше по сравнению с ГОСТ Р 54213, что позволяет избежать потерь хлора.

## 8.1.3 Холостой опыт

Холостой опыт проводят с использованием тех же процедур и методов, которые описаны в 8.1.1 или 8.1.2 соответственно, но без навески пробы. Результат холостого опыта позволяет оценить как содержание определяемых элементов в реактивах, так и любые загрязнения от оборудования и из атмосферы лаборатории. Этот результат не должен быть значительным по величине.

**П р и м е ч а н и е —** Массовую долю элементов в растворе холостого опыта, составляющую 10 % или менее от содержания элементов в анализируемом растворе, считают незначительной по величине. При низком уровне содержания элементов в пробе считают допустимым, если массовая доля элементов в растворе холостого опыта не превышает пределов обнаружения.

## 8.2 Методы определения

### 8.2.1 Ионная хроматография

Ионная хроматография — метод, рекомендованный для определения серы и хлора. Определение проводят в соответствии с ГОСТ Р 52181.

**П р и м е ч а н и е —** Раствор, полученный после разложения пробы, следует подавать в хроматограф с помощью шприца, оснащенного фильтрующей насадкой с размером пор 0,45 мкм, для предотвращения повреждения хроматографа.

### 8.2.2 Другие аналитические методы

Могут быть использованы следующие стандартные методы определения серы и хлора: метод атомной спектрометрии (ГОСТ Р 51309), титриметрические методы (ГОСТ Р 52964, ГОСТ 4245, ГОСТ 9326), ион-селективное титрование (ГОСТ 9326).

## 9 Обработка результатов

### 9.1 Общие положения

Результаты испытаний, представляющие собой среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округляют до двух значащих цифр после запятой. Результаты могут быть пересчитаны на сухое состояние топлива по 9.2.

### 9.2 Общий хлор

Массовую долю общего хлора в сухой пробе,  $C_{\text{I}}^d$ , выраженную в  $\text{мг}/\text{кг}$ , вычисляют по формуле

$$C_{\text{I}}^d = \frac{(c - c_0)V}{m} \frac{100}{(100 - W^a)}, \quad (1)$$

где  $c$  — массовая доля хлора в анализируемом растворе,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$c_0$  — массовая доля хлора в растворе холостого опыта,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$V$  — объем раствора,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески пробы, взятой для испытания, г.

Результаты представляют на сухое состояние топлива.

Результаты испытаний могут быть пересчитаны на различные состояния топлива.

### 9.3 Общая сера

Массовую долю общей серы в сухой пробе,  $S^d$ , выраженную в  $\text{мг}/\text{кг}$ , вычисляют по формуле

$$S^d = \frac{(c - c_0) \cdot V \cdot 0,3338}{m} \frac{100}{(100 - W^a)}, \quad (2)$$

где  $c$  — массовая доля сульфат-иона в анализируемом растворе,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$c_0$  — массовая доля сульфат-иона в растворе холостого опыта,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$V$  — объем раствора,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески пробы, взятой для испытания, г;

0,3338 — стехиометрическое соотношение относительных молярных масс серы и сульфат-иона.

Результаты представляют на сухое состояние топлива.

## 10 Прецизионность

### 10.1 Общие положения

Прецизионность, указанная в настоящем разделе, относится к рекомендованным данным стандарту разложения в калориметрической бомбе (см. 8.1.1) и методу определения с помощью ионной хроматографии (см. 8.2.1) и не относится к другим методам.

### 10.2 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, проведенных в короткий промежуток времени, но не одновременно в одной лаборатории одним исполнителем с помощью одной и той же аппаратуры из двух навесок, отобранных от одной аналитической пробы, не должны отличаться больше, чем на величину, указанную в таблице.

Таблица — Повторяемость и воспроизводимость метода

Массовая доля серы и хлора в сухом топливе	Максимально допустимые расхождения между результатами при доверительной вероятности $P = 0,95$ (на сухое состояние)	
	предел повторяемости	предел повторяемости
Хлор $\leq 500 \text{ мг}/\text{кг}$ $> 500 \text{ мг}/\text{кг}$	50 $\text{мг}/\text{кг}$ 10 % от среднего значения	100 $\text{мг}/\text{кг}$ 20 % от среднего значения
Сера $\leq 500 \text{ мг}/\text{кг}$ $> 500 \text{ мг}/\text{кг}$	50 $\text{мг}/\text{кг}$ 10 % от среднего значения	100 $\text{мг}/\text{кг}$ 20 % от среднего значения

### 10.3 Воспроизводимость

Результаты, представляющие собой среднеарифметические значения двух параллельных определений, полученные в двух различных лабораториях при анализе представительных порций, отобранных от одной и той же пробы после последней стадии ее приготовления, не должны отличаться больше, чем на величину, указанную в таблице 2.

## 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) сведения о лаборатории, проводившей испытание и дату проведения испытания;
- б) идентификацию пробы;
- в) ссылку на настоящий стандарт;
- г) методы, используемые для разложения пробы и определения;
- д) результаты испытаний с указанием состояния топлива, на которое они выражены, в соответствии с разделом 10;
- е) особенности, отмеченные по ходу испытания;
- ж) любые проведенные операции, не включенные в настоящий стандарт или необязательные.

**Библиография**

[1] ГОСТ Р 54220—2010 (ЕН 14961-1:2010) *Биотопливо твердое. Технические характеристики и классы топлива. Часть 1. Общие требования*

**ГОСТ Р 54215—2010**

---

УДК 662.6:543.812:006.354

ОКС 75.160.10

A19

ОПК 02 5149

Ключевые слова: биотопливо твердое, общая сера, общий хлор, методы определения

---

Редактор *М.Р. Холодкова*

Технический редактор *Н.С. Гришанова*

Корректор *И.А. Королева*

Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.04.2012. Подписано в печать 04.05.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 109 экз. Зак. 433.

---

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.