



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
55112—  
2012  
(EN 15105:2011)

---

**Биотопливо твердое**  
**Определение содержания**  
**водорастворимых хлорида, натрия и калия**

**EN 15105:2011**

**Solid biofuels – Determination of the water soluble  
chloride, sodium and potassium content**

(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2014

## 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 15 ноября 2012 № 896-СТ

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому региональному стандарту EN 15105:2011 «Биотопливо твердое. Определение содержания водорастворимых хлорида, натрия и калия» (EN 15105:2011 «Solid biofuels - Determination of the water soluble chloride, sodium and potassium 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*

© Стандартиформ, 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

Элементы хлор, натрий и калий содержатся в твердых биотопливах. Их присутствие создает значительные проблемы при использовании биотоплива, способствуя коррозии, образованию загрязнений и шлака в печах. Кроме того, они влияют на газообразные выбросы при тепловых процессах.

Хлор в твердом биотопливе присутствует, в основном, в виде растворимых в воде неорганических солей, таких как хлориды натрия и калия, а также в других ионообменных формах. Определение содержания растворимых в воде хлоридов является альтернативным и простым способом получения информации об уровне содержания хлоридов в твердом биотопливе. Однако содержание растворимых в воде хлоридов не равнозначно общему содержанию хлора в топливе.

В твердых биотопливах натрий и калий могут присутствовать в виде минералов и солей. Соли этих элементов экстрагируются водой и легко удаляются при тепловой обработке. По результатам определения содержания водорастворимых натрия и калия можно оценить, при каком содержании этих элементов возникают трудности при сжигании, связанные с шлакованием и загрязнением. Для некоторых видов биотоплива, например для соломы, содержание водорастворимых натрия и калия, как показывает опыт, соответствует общему содержанию этих элементов в топливе. Однако в общем случае содержание водорастворимых натрия и калия не равнозначно общему содержанию этих элементов в биотопливе.

## Содержание

1	Область применения .....	1
2	Нормативные ссылки .....	1
3	Термины и определения .....	2
4	Сущность метода.....	3
5	Реактивы.....	3
6	Аппаратура.....	3
7	Подготовка проб.....	4
8	Проведение испытания.....	4
9	Обработка результатов.....	6
10	Статистическая обработка результатов.....	6
11	Протокол испытаний.....	7
	Приложение А (информационное) Результаты статистической обработки данных .....	8
	Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте.....	10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

Биотопливо твердое. Определение содержания  
водорастворимых хлорида, натрия и калия

Solid biofuels. Determination of the water soluble chloride,  
sodium and potassium content

---

Дата введения – 2014-07-01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на твердое биотопливо и устанавливает метод определения содержания растворимых в воде хлоридов, натрия и калия путем экстракции водой в закрытом сосуде с последующим их количественным определением различными аналитическими методами.

## 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 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 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 (СЕН/ТС 14780:2005) Биотопливо твердое. Методы подготовки проб*

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

*ГОСТ Р 55113–2012 (ЕН 15296:2011) Биотопливо твердое. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива*

*ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*

*ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия*

*ГОСТ 23268.17–78 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения хлорид-ионов*

*ГОСТ 26726–85 Реактивы. Пламенно-фотометрический метод определения примесей натрия, калия, кальция и стронция*

**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 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 следующий термин с соответствующим определением:

**3.1 содержание растворимых в воде хлоридов, натрия и калия:** количество хлорида, натрия и калия, которые могут быть извлечены водой методом экстракции, регламентированным настоящим стандартом.

#### 4 Сущность метода

Пробу топлива нагревают в воде в закрытом сосуде при температуре 120 °С в течение 1 ч. Концентрации хлорида, натрия и калия в полученном водном экстракте определяют одним из следующих способов:

- хлорид: ионная хроматография (IC) или потенциометрическое титрование нитратом серебра по ГОСТ Р 52181.

*Примечание* — При использовании метода потенциометрического титрования нитратом серебра одновременно с хлоридами титруются водорастворимые бромиды и йодиды;

- натрий и калий: пламенная эмиссионная спектрометрия (FES), пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (FAAS) по ГОСТ 26726, оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES) по ГОСТ Р 51309.

#### 5 Реактивы

*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 Аппаратура

6.1 Сушильный шкаф или автоклав, способный поддерживать температуру  $(120 \pm 5)$  °С.

6.2 Сосуд, изготовленный из фторопласта, объемом около 100 мл, с плотно прилегающей крышкой. Сосуд с крышкой должен выдерживать температуру не менее 125 °С при давлении 232 КПа. Если необходимо определить только содержание водорастворимого хлорида, то может быть использована стеклянная посуда Pyrex.

6.3 Весы по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности взвешивания  $\pm 1$  мг.

6.4 Пластиковые мерные колбы и мерные цилиндры.

При определении натрия и калия не следует пользоваться стеклянной посудой.

6.5 Аппарат для мембранного фильтрования со средним размером пор мембранного фильтра 0,45 мкм.

## 7 Подготовка проб

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

Если необходимо пересчитать результаты анализа на другие состояния топлива, отличные от аналитического, то одновременно из отдельной навески пробы определяют массовую долю влаги аналитической пробы по *ГОСТ Р 54211*.

## 8 Проведение испытания

8.1 Экстракция

а) В пустой чистый сосуд (6.2) помещают 1,0 г аналитической пробы, взвешенной с точностью до 1 мг.

б) Добавляют 50,0 мл воды, перемешивают содержимое круговыми движениями и плотно закрывают сосуд.

в) Закрытый сосуд помещают в сушильный шкаф или автоклав (6.1) и оставляют на 60 мин при температуре 120 °С.

г) Вынимают закрытый сосуд из сушильного шкафа или автоклава и дают остыть до комнатной температуры.

**Внимание — не пытайтесь открыть емкость, пока она не остынет.**

д) Содержимое сосуда переносят в мерную колбу емкостью 100 мл. Промывают внутреннюю поверхность сосуда небольшим количеством воды, сливают эту воду в мерную колбу, после чего разбавляют содержимое колбы водой до метки и перемешивают.

е) Часть раствора (д) фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая при этом первую порцию фильтрата. Альтернативно фильтрование можно проводить с помощью шприца, снабженного фильтром с размером пор 0,45 мкм.



**Примечание** — Если определяют только водорастворимые хлориды, стадия фильтрации может быть опущена или проведена с использованием вместо мембранного фильтра бумажного, сложенного крупной складкой.

## 8.2 Методы определения

### 8.2.1 Общие положения

Измерение концентраций элементов в приготовленном растворе проводят:

- хлоридов — одним из методов, указанных в 8.2.2;
- натрия и калия — одним из методов, указанных в 8.2.3.

8.2.2 Для определения концентрации хлорида применяют один из следующих методов:

- ионная хроматография (ГОСТ Р 52181);
- потенциметрическое титрование нитратом серебра (ГОСТ 23268.17).

Допускается использовать другие методы определения, если доказано, что получаемые с их помощью результаты сопоставимы с результатами, полученными одним из вышеуказанных методов, а параметры, характеризующие точность результатов, не хуже соответствующих параметров для вышеуказанных методов.

8.2.3 Для определения концентраций натрия и калия применяют один из следующих методов:

- ICP-OES — оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ГОСТ Р 51309);
- FAAS — пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (ГОСТ 26726);
- FES — пламенная эмиссионная спектрометрия.

При использовании инструментальных методов выполняют входной контроль возможных помех с использованием стандартного метода добавок и/или метода разбавления.

Допускается использовать другие методы определения, если доказано, что получаемые с их помощью результаты сопоставимы с результатами, полученными одним из вышеуказанных методов, а параметры, характеризующие точность результатов, не хуже соответствующих параметров для вышеуказанных методов.

### 8.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт, используя те же процедуры и методы, что описаны в 8.1 и 8.2, но без навески пробы. Холостой опыт необходим для оценки содержания элементов в применяемых реактивах, а также в загрязнениях, поступающих от оборудования и из атмосферы лаборатории. Результаты холостых опытов должны быть количественно незначимыми.

Результат холостого опыта следует вычитать из результата, полученного при испытании пробы.

**П р и м е ч а н и е** — При высоких содержаниях элемента результат холостого опыта должен быть менее 10 % от содержания элемента в пробе. При низких содержаниях элемента (менее 500 мг/кг пробы) результат холостого опыта может составлять 30 % или менее от содержания элементов в анализируемом растворе.

## 9 Обработка результатов

Содержание водорастворимого элемента в аналитической пробе топлива,  $\mathcal{E}^a$ , выраженное в мг/кг, рассчитывают по формуле

$$\mathcal{E}^a = \frac{(c - c_0)V}{m}, \quad (1)$$

где  $c$  – концентрация элемента (хлорида, натрия или калия) в экстракте (см. 8.1 д), мг/л;

$c_0$  – концентрация элемента (хлорида, натрия или калия) в экстракте холостого опыта (см. 8.3), мг/л;

$V$  – объем экстракта, мл;

$m$  – масса навески, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Результаты могут быть пересчитаны на сухое или рабочее состояние топлива по ГОСТ Р 55113

## 10 Статистическая обработка результатов

Статистическая обработка результатов, полученных настоящим методом для проб древесной щепы и истощенного оливкового жмыха при проведении европейских сравнительных исследований, приведена в приложении А. Содержания определяемых элементов в этих двух пробах близки к предельным значениям диапазона определяемых концентраций для примененных методов. Щепка представляет собой образец с низким содержанием водорастворимых хлорида,

натрия и калия, а оливковый жмых – образец с высоким содержанием этих элементов.

## 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- а) идентификационные данные лаборатории и дату проведения испытания;
- б) идентификационные данные испытуемой продукции (пробы);
- в) ссылку на настоящий стандарт;
- г) использованный метод определения;
- д) результаты определения с указанием состояния пробы в соответствии с разделом 9;
- е) особенности, отмеченные в ходе испытания;
- ж) любые операции, не включенные в настоящий стандарт, или рассматриваемые как дополнительные.

## Приложение А

(информационное)

### Результаты статистической обработки данных

Сравнительные испытания были проведены в лабораториях Австрии, Бельгии, Дании, Финляндии, Германии, Ирландии, Италии, Нидерландов, Испании, Швеции и Великобритании. Испытания проводили с использованием аппаратуры, реактивов и прочих условий, соответствующих требованиям настоящего стандарта.

Испытания проводили на двух пробах: древесной щепы и истощенного оливкового жмыха, произведенных в EUproject BioNorm в 2008 году в соответствии с *ГОСТ Р 54212*. Проба «древесная щепа» была изготовлена из немецкой хвойной щепы, высушенной и измельченной до 1 мм с помощью ножевой мельницы. Проба «истощенный оливковый жмых» была получена из обычного открытого хранилища предприятия в Испании, производящего оливковое масло. В исходной пробе присутствовали косточки и другие примеси, которые были удалены вручную. Пробу для испытания приготовили в два этапа, используя грубую ножевую мельницу, оснащенную ситом с размером отверстий 10 мм, и лабораторную ножевую мельницу, оснащенную ситом с размером отверстий 1 мм.

Все данные приведены на сухое состояние топлива.

Результаты статистической обработки данных, проведенной в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 5725-2*, представлены в таблицах А.1, А.2 и А.3.

#### Примечания

- 1 Объяснение символов, используемых в таблицах А.1, А.2 и А.3, приведено в таблице А.1.
- 2 Пересчет результатов анализа на другие состояния топлива проводят по ГОСТ Р 55113

Т а б л и ц а А.1 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого хлорида

Проба	$n$	$l$	$0$	$x$	$s_R$	$CV_R$	$s_f$	$CV_f$
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	7	35	15	26	13	45	5	19
Истощенный оливковый жмых	7	35	0	2100	150	7,7	49	2,4
Символы								
$n$	количество лабораторий после исключения результатов, признанных выбросами							
$l$	количество отдельных результатов испытаний после исключения выбросов							
$0$	процент выбросов при параллельных определениях							
$x$	среднеарифметическое значение всех учтенных результатов							
$s_R$	стандартное отклонение воспроизводимости							
$CV_R$	коэффициент вариации воспроизводимости							
$s_f$	стандартное отклонение повторяемости							
$CV_f$	коэффициент вариации повторяемости							

Т а б л и ц а А.2 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого натрия

Проба	$n$	$l$	$0$	$x$	$s_R$	$CV_R$	$s_f$	$CV_f$
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	Не достаточно данных							
Истощенный оливковый жмых	8	40	0	99	16	16	8	8,4

Т а б л и ц а А.3 — Статистическая обработка результатов определения водорастворимого калия

Проба	$n$	$l$	$0$	$x$	$s_R$	$CV_R$	$s_f$	$CV_f$
			%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	%
Древесная щепа	6	29	4,4	634	20	3,1	9	1,4
Истощенный оливковый жмых	7	35	0	22400	1060	4,8	524	2,3

## Приложение ДА (справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском региональном стандарте**

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта, документа
ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987)	MOD	ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»
ГОСТ Р 54211–2010 (ЕН 14774-3:2009)	MOD	ЕН 14774-3:2009 «Биотопливо твердое. Определение содержания влаги высушиванием. Часть 3. Влага аналитическая»
ГОСТ Р 54212–2010 (CEN/TS 14780:2005)	MOD	CEN/TS 14780:2005 «Биотопливо твердое. Методы подготовки проб»
ГОСТ Р 54219–2010 (ЕН 14588:2010)	MOD	ЕН 14588:2010 «Биотопливо твердое. Терминология. Определение и описание»
ГОСТ Р 55113-2012 (ЕН 15296:2011)	MOD	ЕН 15296:2011 «Биотопливо твердое. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива»
ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002	IDT	ИСО 5725-2–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»
<p><b>П р и м е ч а н и е</b> — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- MOD – модифицированные стандарты</li> <li>- IDT – идентичные стандарты</li> </ul>		

---

УДК 662.6:543.812:006.354                      ОКС 75.160.10                      А19                      ОКП 02 5149  
Ключевые слова: биотопливо твердое, метод определения, содержание,  
водорастворимые хлорид, натрий, калий

---

Подписано в печать 30.04.2014.                      Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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