



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Біопаливо тверде

**МЕТОДИ ВИЗНАЧАННЯ ВМІСТУ
ЛЕТКИХ РЕЧОВИН**
(EN 15148:2009, IDT)

ДСТУ EN 15148:2012

Видання офіційне

Б3 № 1–2013/88



Київ
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ
2013

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет стандартизації «Трактори і сільськогосподарські машини» (ТК 69)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: О. Воронков, М. Коцар (науковий керівник),
А. Харченко

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 28 листопада 2012 р. № 1358
з 2013-03-01

3 Національний стандарт ідентичний EN 15148:2009 Solid biofuels — Determination of the content
of volatile matter (Біопаливо тверде. Визначення вмісту летких речовин) і внесений із дозволу
CEN, rue de Stassart, 36, B-1050 Brussels. Усі права щодо використання європейських стандартів
у будь-якій формі та в будь-який спосіб залишаються за CEN

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2013

ЗМІСТ

с.

Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	1
4 Принцип	2
5 Прилади	2
6 Калібрування температури	5
7 Готування випробувальної проби	5
8 Методика	5
9 Обчислення	5
10 Точність	6
11 Протокол випробування	6
Бібліографія	6

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад EN 15148:2009 Solid biofuels — Determination of the content of volatile matter (Біопаливо тверде. Визначення вмісту летких речовин).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 69 «Трактори і сільськогосподарські машини».

Цей стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— змінено називу стандарту для узгодженості її з чинними національними стандартами;

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмова», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогам національної стандартизації України;

— вилучено попередні довідкові матеріали «Передмову» та «Вступ» до EN 15148:2009;

— слова «Цей європейський стандарт» замінено на «Цей стандарт»;

— у розділі 2 наведено «Національне пояснення», виділене в тексті рамкою.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна замовити в Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

БІОПАЛИВО ТВЕРДЕ

МЕТОД ВИЗНАЧАННЯ ВМІСТУ ЛЕТКИХ РЕЧОВИН

БІОТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

SOLID BIOFUELS

METHOD FOR THE DETERMINATION OF THE CONTENT
OF VOLATILE MATTER

Чинний від 2013–03–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює вимоги та метод визначення вмісту летких речовин у твердих біопаливах. Стандарт призначено для суб'єктів господарювання, які виготовляють, розробляють, продають, установлюють або використовують машини, устатковання та інструмент; підприємств, осіб та організацій, пов'язаних з виробництвом, купівлєю, продажем і використанням твердих біопалив.

Уміст летких речовин визначають величиною втрати маси твердого біопалива, з урахуванням зменшення вологості, під час нагрівання його без доступу повітря за встановлених умов.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Цей стандарт містить положення з інших публікацій через датовані або недатовані посилання. Для датованих посилань використовують тільки наведене видання. Для недатованих посилань застосовують останнє видання (разом зі змінами).

CEN/TS 14588:2003 Solid biofuels — Terminology, definitiones and descriptions

CEN/TS 14780 Solid biofuels — Methods and sample preparation

EN 14774-3 Solid biofuels — Determination of moisture content — Oven dry method — Part 3: Moisture in general analysis sample.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

CEN/TS 14588:2003 Біопаливо тверде. Терміни, визначення й опис

CEN/TS 14780 Біопаливо тверде. Методи готовання проб

EN 14774-3 Біопаливо тверде. Визначення вмісту вологи. Метод висушування в сушильній шафі. Частина 3. Волога у довільній пробі для аналізування.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Терміни, ужиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять наведено в CEN/TS 14588:2003.

4 ПРИНЦИП

Випробувальну порцію з довільної проби для аналізування нагрівають без доступу повітря до $(900 \pm 10) ^\circ\text{C}$ протягом 7 хв. Уміст летких речовин у відсотках обчислюють за величиною втрати маси випробувальної порції, з урахуванням величини втрати маси від зменшення її вологості.

Автоматичне устатковання може бути використано, якщо метод є затвердженим із використанням контрольних проб, які відповідають типу біомаси. Це устатковання має відповідати всім вимогам, наведеним у розділах 5—8, стосовно розміру проби, середовища, температури й точності зважування.

5 ПРИЛАДИ

5.1 Піч

Піч треба нагрівати електрикою, однорідну температуру в її робочій зоні потрібно підтримувати в межах $(900 \pm 10) ^\circ\text{C}$. Піч може бути із засувкою або закріпленим на зворотному боці димарем (див. рисунок 1 як приклад).

Примітка. Важливо, щоб дверцята печей із димарями можна було щільно закривати. Димар не повинен простягатися далеко від печі й має бути закріпленим разом із двостулковим клапаном, який обмежує повітряний потік крізь піч.

Теплова потужність печі має бути такою, щоб після внесення до неї холодної підставки з тиглем забезпечувалося відновлення початкової температури $(900 \pm 10) ^\circ\text{C}$ протягом 4 хв. Температуру вимірюють термопарою, як описано в 5.2.

Звичайну піч має бути сконструйовано для численних визначень із використанням кількох тиглів на одній підставці або для одного тигля на одній підставці.

Тигель треба розташовувати посередині печі. Для того щоб компенсувати властиві похиби температурних вимірювань і недостатню рівномірність розподілу температури, температуру у $900 ^\circ\text{C}$ треба досягати щонайближче, як тільки можливо, у межах допуску $\pm 10 ^\circ\text{C}$.

5.2 Термопара

Захищену оболонкою термопару треба постійно тримати в печі термоєднанням (рисунок 1), термоелемент має бути розташованим по можливості якнайближче до центра нагрівальної камери.

Незахищена термопара має бути достатньої довжини, щоб досягати центра нагрівальної камери. Термопару використовують для калібрування температури.

5.3 Тигель

Тигель має бути циліндричної форми, з добре припасованою накривкою, обидва з кварцового скла. Маса тигля з накривкою має бути в межах 10—14 г, а розміри — згідно з наведеними на рисунку 2. Припасування накривки до тигля треба ретельно підбирати, вибираючи пару тигель—накривка так, щоб зазор між ними в горизонтальному напрямку становив не більше ніж 0,5 мм. Після підбирання накривку з тиглем треба відшліфувати разом, забезпечивши гладку поверхню з'єднання, і надати їм загальну індивідуальну позначку.

5.4 Підставка для тигля

Підставка, на якій тигель установлюють у піч, має забезпечувати швидкість нагрівання до відповідної температури. Наприклад вона має бути такою:

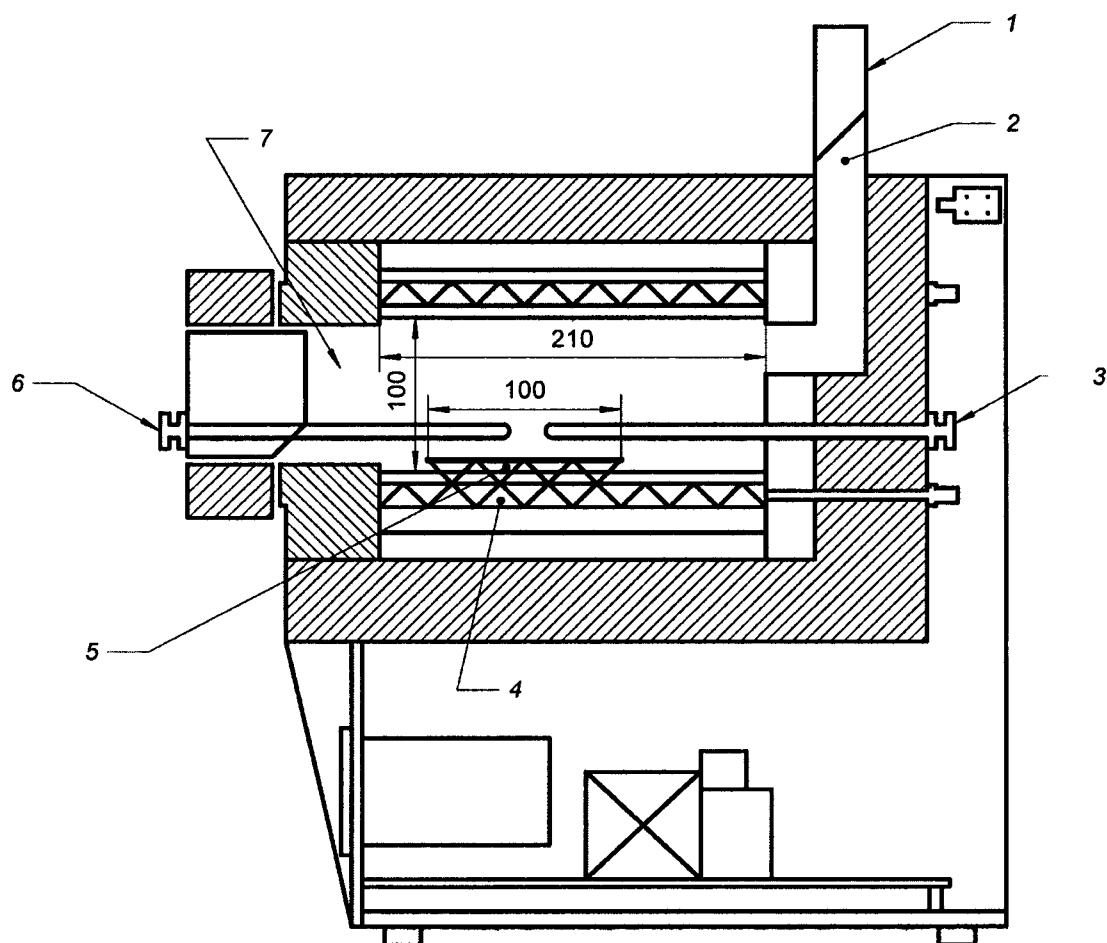
a) для одного визначення — кільце із жаростійкого сталевого дроту, зображене на рисунку 3 а, з керамічним диском діаметром 25 мм і завтовшки 2 мм, установленим на внутрішні виступи стояків, або

b) для кількох визначень — піддон із жаростійкого дроту, зображений на рисунку 3 б, відповідних розмірів із підтримувальними керамічними пластинами для тиглів завтовшки 2 мм.

5.5 Ваги

Ваги з роздільною здатністю щонайменше 0,1 мг.

Розміри в міліметрах

**Познаки:**

- | | |
|-------------------------|----------------------------------|
| 1 — димар; | 5 — зона однорідної температури; |
| 2 — клапан; | 6 — контрольна термопара; |
| 3 — термопара; | 7 — камера (завширшки 200 мм). |
| 4 — система нагрівання; | |

Рисунок 1 — Приклад придатної печі

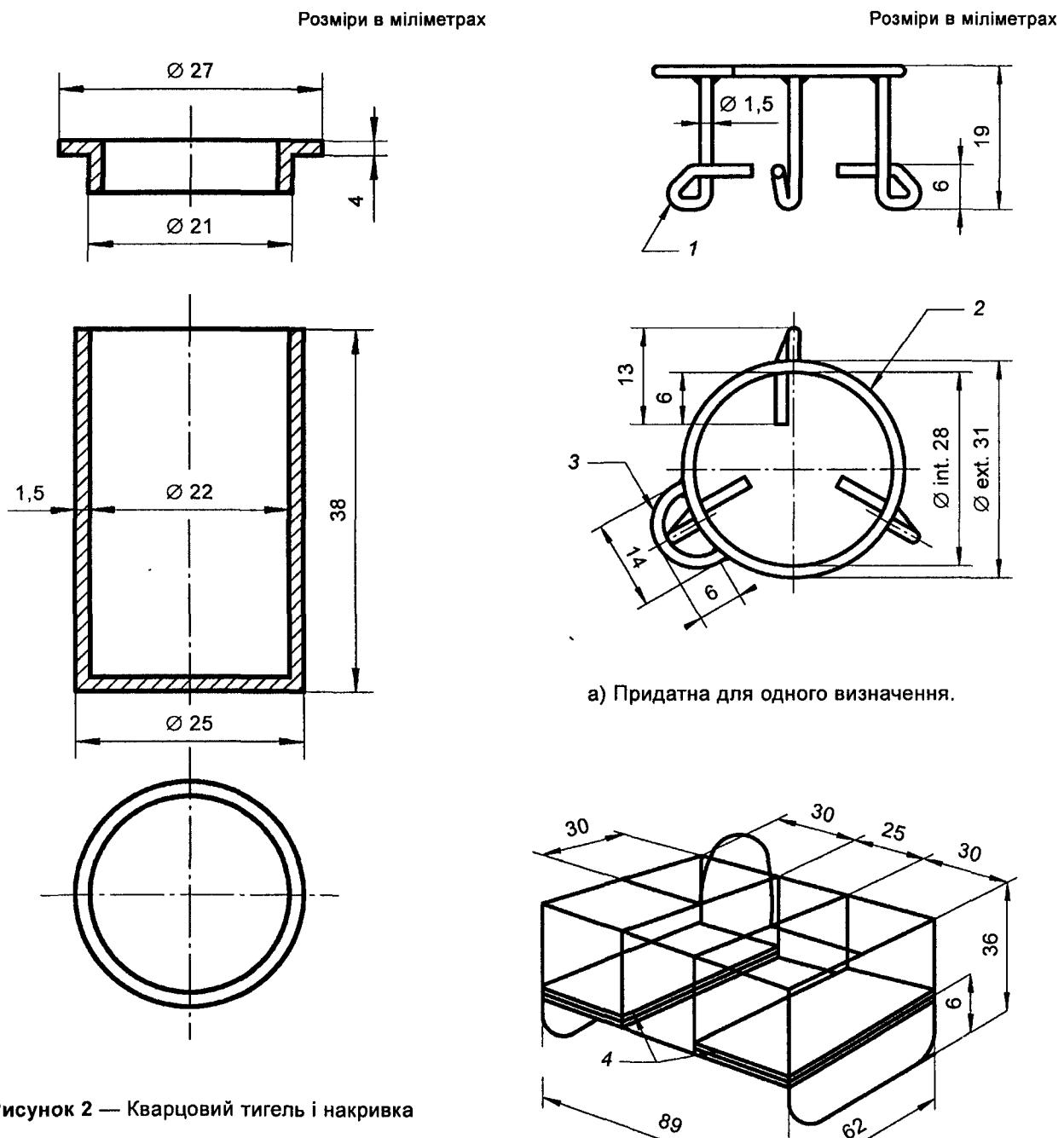
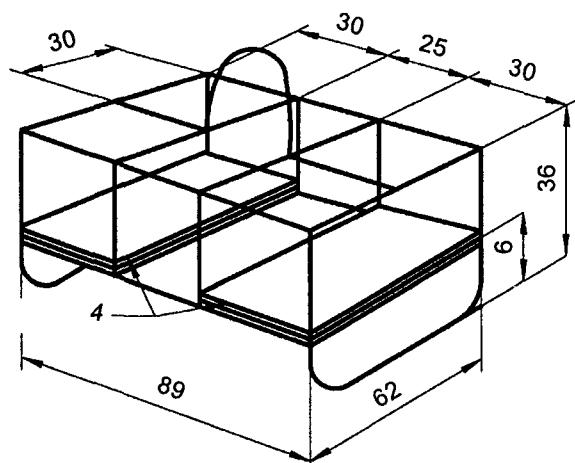


Рисунок 2 — Кварцовий тигель і накривка



б) Придатна для кількох визначень.

Познаки:
 1 — три стояки, розташовані окремо один від одного під кутом 120° ;
 2 — кільце;
 3 — ручка;
 4 — керамічні плити.

Рисунок 3 — Приклади підставок для тиглів

6 КАЛІБРУВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ

Температурні показники печі перевіряють через постійні проміжки часу незахищеною відкаліброваною термопарою. Незахищено відкалібровану термопару (див. розділ 5) установлюють як найближче до постійно встановленої термопари.

Примітка. Відношення температура/електрорушійна сила в термоелементі термопари підтримують на рівні підвищеної температури, усугублючи поступові змінення температури з часом

7 ГОТУВАННЯ ВИПРОБУВАЛЬНОЇ ПРОБИ

Випробувальна проба — це довільна проба для аналізування номінальним розміром надрешітного продукту 1 мм або менше, підготовлена згідно із CEN/TS 14780.

Довільну пробу для аналізування треба добре перемішати й забезпечити рівновагу її вологості з вологістю лабораторної атмосфери або висушити в сушильній шафі (сушити за методикою, описаною в EN 14774-3).

Від довільної проби для аналізування треба відокремити випробувальну порцію, щоб одночасно визначати вміст вологи й уміст летких елементів. Уміст вологи визначають згідно з EN 14774-3.

8 МЕТОДИКА

На підставці розміщують один порожній тигель із накривкою (рисунок 3 а) чи потрібну кількість порожніх тиглів із накривками (рисунок 3 б) і встановлюють у піч. Витримують його (їх) за температури $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ протягом 7 хв. Виймають тигель(-лі) з печі, дають можливість йому (їм) охолонути за кімнатної температури на плиті з термостійкого матеріалу і встановлюють його (їх), в ексикатор.

Зважують холодний порожній тигель(-лі) з накривкою(-ами) та зважують у тиглі(-ях) ($1 \pm 0,1$) г випробувальної порції довільної проби для аналізування з точністю до 0,1 мг. Знімають накривку і постукують тиглем по чистій твердій поверхні, доки на його дні не утвориться з випробувальної порції шар рівномірної товщини.

Поміщають наповнений тигель(-лі) на холодну підставку, переносять у піч, закривають дверцята і залишають на 7 хв ± 5 с.

Виймають тигель(-лі) з печі та дають можливість охолонути йому за кімнатної температури на термостійкій плиті. Коли тигель(-лі) охолоне, зважують його з точністю до 0,1 мг.

Примітка 1. Подібне поводження з тиглем перед та після визначення мінімізує будь-яку абсорбцію води на поверхні, тоді як у разі пришвидшення процесу охолоджування у твердому біопаливі залишається поглинута влага

Примітка 2. Якщо виконують кілька визначень, то всі вільні місця на підставці треба заповнити порожніми тиглями

Примітка 3. Для деяких типів твердих біопалив визначення треба виконувати тільки з абсолютно сухою пробою, щоб запобігти втраті матеріалу під час інтенсивної реакції протягом нагрівання. У цьому разі наповнений тигель висушують за температури 105°C й охолоджують згідно з EN 14774-3 перед перенесенням до печі

9 ОБЧИСЛЕННЯ

Уміст летких речовин у пробі V_d , виражений у відсотках від її абсолютно сухої маси, обчислюють за формулою:

$$V_d = \left[\frac{100(m_2 - m_3)}{m_2 - m_1} - M_{ad} \right] \cdot \left(\frac{100}{100 - M_{ad}} \right),$$

- де m_1 — маса порожнього тигля з накривкою, у грамах;
 m_2 — маса тигля з накривкою і випробувальною порцією перед нагріванням, у грамах;
 m_3 — маса тигля з накривкою й умістом після нагрівання, у грамах;
 M_{ad} — уміст вологи у випробувальній довільній пробі для аналізування, у відсотках від маси, визначений згідно з EN 14774-3.

Записують результат як середнє з двох визначень, округлене з точністю до 0,1 % за масою (м/м). Результат визначення згідно з цим стандартом записують за сухою масою.

10 ТОЧНІСТЬ

10.1 Збіжність

Результати двох визначень (проведених за короткий проміжок часу, але не одночасно) в одній лабораторії одним оператором на тій самій апаратурі з двох представницьких випробувальних порцій, узятих для аналізування з одної довільної проби, не повинні відрізнятися між собою на величину, більшу від наведеної в таблиці 1. Див. [2] в «Бібліографії».

10.2 Відтворюваність

Середні значення результатів двох визначень, проведених у двох різних лабораторіях із двох представницьких випробувальних порцій, узятих з одної довільної проби для аналізування, не повинні відрізнятися на величину, більшу від наведеної в таблиці 1.

Таблиця 1

Летка речовина	Максимально прийнятна різниця між отриманими результатами (обчислена за сухою масою)	
	Межа збіжності	Допустима достовірність відтворюваності
Тверде біопаливо	2,0 % від середнього значення результату	4,0 % від середнього значення результату

11 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування має містити такі відомості:

- a) назив лабораторії, яка виконала випробування, і дату їхнього проведення;
- b) назив продукції чи випробувальної проби;
- c) посилання на цей стандарт;
- d) будь-які відхили від цього стандарту;
- e) результати випробування, визначені за сухою масою;
- f) умови та спостереження, зокрема незвичайні особливості, відмічені під час випробовування, які могли б вплинути на результат.

Результати випробування виражують у відповідних одиницях вимірювання.

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ISO 562 Hard coal and coke — Determination of volatile matter

2 OFI — VT 2007 (interlaboratory comparison tests, round robins), Final Report, Vienna, December 2007

3 ASTM D6374—99 (2004) Standard Test Method for Volatile Matter in Green Petroleum Coke Quartz Crucible Procedure.

Код УКНД 75.160.10

Ключові слова: біопаливо тверде, леткі речовини, тигель, піч, суха маса, сушильна шафа.

Редактор Л. Ящук
Технічний редактор О. Марченко
Коректор І. Миронова
Верстальник Р. Дученко

Підписано до друку 04.07.2013. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 1137 Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготовників і розповсюджувачів видавничої продукції серія ДК, № 1647 від 14.01.2006