



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

Тверде біопаливо

# МЕТОДИ ВИЗНАЧАННЯ ЗАГАЛЬНОГО ВМІСТУ СІРКИ ТА ХЛОРУ

(EN 15289:2011, IDT)

ДСТУ EN 15289:2013

*Видання офіційне*



БЗ № 12-2013/745

Київ  
МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ  
2015

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Товариство з обмеженою відповідальністю «НДІферммаш» та Технічний комітет стандартизації «Трактори і сільськогосподарські машини» (ТК 69)

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

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 27 грудня 2013 р. № 1589 з 2014–10–01

3 Національний стандарт відповідає європейському стандарту EN 15289:2011 Solid Biofuels — Determination of total content of sulphur and chlorine (Тверде біопаливо. Визначання загального вмісту сірки та хлору)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

Право власності на цей документ належить державі.

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

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2015

## ЗМІСТ

	с.
Національний вступ.....	IV
1 Сфера застосування .....	1
2 Нормативні посилання .....	1
3 Терміни та визначення понять .....	2
4 Принцип .....	3
4.1 Загальні положення .....	3
4.2 Розщеплювання біопалива і перенесення кислотних газоподібних компонентів у розчин ...	3
4.3 Визначання сульфатів і хлоридів у поглинальному розчині.....	3
4.4 Автоматичне устаткування .....	3
5 Реагенти.....	3
5.1 Загальні положення .....	3
5.2 Вода .....	3
5.3 Кисень .....	4
5.4 Домішки/підсилювачі процесу згоряння .....	4
5.5 Використання сертифікованих еталонних матеріалів (GRM або SRM) .....	4
6 Апаратура .....	4
6.1 Загальне устаткування .....	4
6.2 Метод А .....	4
6.3 Метод В .....	4
7 Готування дослідної проби.....	4
8 Методика.....	5
8.1 Розщеплювання .....	5
8.1.1 Метод А: Спалювання у закритій бомбі.....	5
8.1.2 Метод В: Розщеплювання у закритій посудині.....	6
8.1.3 Контрольне визначання .....	6
8.2 Методи визначання.....	6
8.2.1 Іонна хроматографія .....	6
8.2.2 Інші методи визначання .....	6
8.3 Калібрування приладів .....	6
8.4 Аналізування гідролізатів .....	6
9 Подання результатів .....	6
9.1 Загальне положення .....	6
9.2 Загальний хлор .....	7
9.3 Загальна сірка .....	7
10 Характеристики.....	7
11 Протокол випробування .....	7
Додаток А Дані щодо вимірювань .....	8
Бібліографія .....	9

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є письмовий переклад з англійської мови EN 15289:2011 Solid Biofuels — Determination of total content of sulphur and chlorine (Тверде біопаливо. Визначання загального вмісту сірки та хлору).

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

Цей стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До цього стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей європейський стандарт» замінено на «цей стандарт»;
  - структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ», «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
    - до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», а до розділів 3 та 4 — «Національні примітки», виділені в тексті рамкою;
    - вилучено попередній довідковий матеріал до EN 15289:2011 «Передмову» і «Вступ»;
    - позначення відносних величин V/V, m/m замінено на «за об'ємом», «за масою», відповідно.
- EN ISO 10304, на який є посилання в цьому стандарті, в Україні впроваджено як ДСТУ ISO 10304-1:2003 (ISO 10304-1:1992, IDT).

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

ТВЕРДЕ БІОПАЛИВО  
МЕТОДИ ВИЗНАЧАННЯ  
ЗАГАЛЬНОГО ВМІСТУ СІРКИ ТА ХЛОРУ

ТВЕРДОЕ БИОТОПЛИВО  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ И ХЛОРА

SOLID BIOFUELS  
METHODS FOR THE DETERMINATION  
OF TOTAL CONTENT OF SULPHUR AND CHLORINE

---

Чинний від 2014-10-01

## 1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначання вмісту загальної сірки та загального хлору в твердому біопаливі. Стандарт установлює два методи розщеплювання палива та різні аналітичні методи визначання кількості елементів у промивному розчині. Використання автоматичного устаткування також розглянуто в цьому стандарті, якщо його валідацію у відповідності до зазначених умов проведено.

## 2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Цей стандарт містить положення з інших публікацій через датовані і недатовані посилання. Наведені нижче нормативні документи потрібні для застосування у цьому стандарті. Для датованих посилань використовують тільки наведене видання. Для недатованих посилань застосовують їх останнє видання (з урахуванням усіх змін).

- CEN Guide 13:2008 Validation of environmental test methods
- EN 14588:2010 Solid biofuels — Terminology, definitions and descriptions
- EN 14774-3 Solid biofuels — Determination of moisture content — Oven dry method — Part 3: Moisture in general analysis sample
- FprEN 14780 Solid biofuels — Sample preparation
- EN 14918 Solid biofuels — Determination of calorific value
- EN 14961-1 Solid biofuels — Fuel specifications and classes — Part 1: General requirements
- EN 15290:2011 Solid biofuels — Determination of major elements — Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na and Ti
- EN 15296 Solid biofuels — Conversion of analytical results from one basis to another
- EN ISO 10304-1 Water quality — Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions — Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulphate (ISO 10304-1:2007)
- EN ISO 11885 Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007)
- ASTM D516-07 Standard Test Method for Sulphate Ion in Water

DIN 38405-1:1985 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; anions (group D); determination of chloride ions (D 1)  
DIN 51727 Testing of solid fuels — Determination of chlorine content.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ  
CEN Guide 13:2008 Валідація методів визначання на вплив довкілля  
EN 14588:2010 Тверде біопаливо. Терміни, визначання понять і описи  
EN-14774-3 Тверде біопаливо. Визначання вмісту вологи. Метод із застосуванням сушильної шафи. Частина 3. Волога у довільній пробі для аналізування  
FprEN 14780 Тверде біопаливо. Готування проби  
EN 14918 Тверде біопаливо. Метод визначання теплотворної здатності  
EN 14961-1 Тверде біопаливо. Специфікація та класи палива. Частина 1. Загальні вимоги  
EN 15290:2011 Тверде біопаливо. Визначання основних елементів — Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na та Ti  
EN 15296 Тверде біопаливо. Перерахунок результатів аналізування за різними станами  
EN ISO 10304-1 Якість води. Визначання розчинених аніонів методом рідинної хроматографії. Частина 1. Визначання бромідів, хлоридів, фторидів, нітратів, нітритів, фосфатів і сульфатів (ISO 10304-1:2007)  
EN ISO 11885 Якість води. Визначання вибраних елементів в індукційно зв'язаній плазмі методом оптично-емісійної спектроскопії (ICP-OES) (ISO 11885:2007)  
ASTM D516-07 Стандартний метод визначання іону сульфату у воді  
DIN 38405-1:1985 Німецькі стандартні методи контролювання води, стічних вод та осаду; аніонів (група D); визначання іонів хлориду (D 1)  
DIN 51727 Дослідження твердих палив. Визначання вмісту хлору.

### 3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті застосовують терміни та визначення понять, наведені у EN 14588:2010, а також такі:

#### 3.1 еталонний матеріал, RM (*Reference Material, RM*)

Матеріал або речовина, значення однієї або більше характеристик яких є досить однорідними та чітко установленими, щоб їх можна було використовувати для калібрування приладів, оцінювання методу вимірювання або для визначення характеристик матеріалів

Національна примітка.  
Абревіатуру зазначеного терміну подано мовою оригіналу.

#### 3.2 сертифікований еталонний матеріал, CRM (*Certified Reference Material, CRM*)

Національна примітка.  
Абревіатуру зазначеного терміну подано мовою оригіналу.

Еталонний матеріал, супроводжуваний сертифікатом, значення однієї або більше характеристик якого підтверджено методикою, яка установлює простежуваність щодо точного використання одиниці виміру, якою виражають значення цих характеристик, та для якого кожне підтвержене значення супроводжується недостовірністю з установленим рівнем довірчої ймовірності

#### 3.3 стандартний еталонний матеріал NIST®, SRM (*NIST Standard Reference Material®, SRM*)

Національна примітка.  
Абревіатуру зазначеного терміну подано мовою оригіналу.  
NIST — National Institute of Standards and Technology (Національний інститут стандартів та технологій США).

CRM, виготовлений NIST, який також задовольняє додаткові, установлені NIST особливі критерії сертифікації та який постачають сертифікатом матеріалу або сертифікатом аналізів зі звітом, який засвідчує результати визначання характеристик та забезпечує інформацією щодо відповідного використання матеріалу.

## 4 ПРИНЦИП

### 4.1 Загальні положення

Вміст загальної сірки і загального хлору визначають у два етапи (4.2 і 4.3) або з використанням автоматичного устаткування (4.4).

### 4.2 Розщеплювання біопалива і перенесення кислотних газоподібних компонентів у розчин

— Згоряння у бомбі в атмосфері кисню та поглинання кислотних газоподібних компонентів поглинальним розчином (метод А).

— Розщеплювання у закритій посудині, як наведено у EN 15290:2011, частина А (метод В).

### 4.3 Визначання сульфатів і хлоридів у поглинальному розчині

— Метод іонної хроматографії згідно з EN ISO 10304-1.

— Метод ICP (індуктивно зв'язаної плазми) згідно з EN ISO 11885 (визначання вмісту сірки та хлору).

— Інші валідовані аналітичні методи.

**Примітка.** Існує значна кількість придатних методів для визначення кількості сульфатів і хлоридів, але межі їх чутливості і точності істотно різняться.

### 4.4 Автоматичне устаткування

Автоматичне устаткування можна застосовувати у методі, валідованому для еталонних зразків біомаси аналогічного типу. Якщо застосовують автоматичне устаткування, то сполуки сірки і хлору можуть бути визначені у газоподібному стані (наприклад, методом інфрачервоної спектроскопії). Прикладами автоматичних аналізаторів є, зокрема, елементні аналізатори, АОХ-аналізатори.

#### Національна примітка.

АОХ — адсорбовані органічні галогенопохідні.

Абревіатуру подано мовою оригіналу.

Для визначення сірки та хлору можна використовувати рентгенофлуоресцентну спектроскопію. Зазвичай досліджувану пробу готують згідно з FprEN 14780, спресовану в тонку пластину за, або без, підвищеної температури. Концентрацію відповідних елементів вимірюють безпосередньо в пробі твердого біопалива.

Якщо використовують автоматичне устаткування або рентгенофлуоресцентні прилади, метод має бути верифіковано для відповідної групи біопалива основного походження (див. EN 14961-1) відповідно до розділу 3 CEN Guide 13:2008, валідацією альтернативними методами, які мають два підходи:

— повна валідація, яку застосовують до еталонних методів;

— відносна валідація, за якої порівнюють з еталонним методом, наприклад, участю в міжлабораторних порівняльних випробуваннях.

**Примітка.** Устаткування, валідоване лише для використання еталонних проб, зокрема із соломи, не обов'язково придатне для визначення сірки і хлору, наприклад, у пробах із дерева, тому що концентрація елементів у дереві зазвичай значно нижча і (або) не відомо впливання відмінностей в матричному складі проб.

## 5 РЕАГЕНТИ

Нижче наведено перелік реагентів, які застосовують для методу розщеплювання, установленого у 8.1.1 (метод А). Реагенти для розщеплювання за методом В та іншими методами визначення відповідно до 8.2 наведено у відповідних стандартах.

### 5.1 Загальні положення

Усі реагенти мають бути щонайменше аналітичного ступеня чистоти та придатними для конкретного використання. Особливо це стосується незначних кількостей хлору і сірки, тобто таких, що не вносять істотного вкладу в результат визначення.

### 5.2 Вода

Деіонізована вода має відповідати вимогам 5.1.

### 5.3 Кисень

Чистотою не менше ніж 99,5 % (за об'ємом).

### 5.4 Домішки/підсилювачі процесу згоряння

Використовують різні допоміжні матеріали, наприклад, бензойну кислоту, парафінову олію, ацетобутират у капсулах, поліетиленові пакети.

### 5.5 Використання сертифікованих еталонних матеріалів (GRM або SRM)

Використовують сертифіковані еталонні матеріали, які постачає міжнародний визнаний орган, якщо точність калібрування задовольняє необхідні робочі характеристики. Прикладами сертифікованих еталонних матеріалів є: NBS 1570 — листя шпинату, NBS 1571 — листя фруктових дерев, NBS 1573 — листя томатів та NBS 1575 — соснова хвоя.

Якщо, внаслідок матричних ефектів або обмежень інтервалу концентрації, для сертифікованих еталонних матеріалів не може бути отримано придатних виділень елементів, ці проблеми може вирішити калібрування зі щонайменше двома CRM або SRM. У цьому випадку для перевірки мають бути використані матеріали CRM або SRM відмінні від тих, що були використані для калібрування.

Примітка. CRM або SRM готують та використовують для трьох основних намірів:

- 1 — допомогти розвитку точних методів аналізів;
- 2 — калібрувати вимірювальні системи, використовувати для полегшення товарообміну, установлювати контроль якості, визначати робочі характеристики або визначати властивості за сучасних обмежень;
- 3 — забезпечити довготермінову відповідність та цілісність програм метрологічного забезпечення якості.

## 6 АПАРАТУРА

### 6.1 Загальне устаткування

- Аналітичні ваги з роздільною здатністю до 0,1 мг;
- Загальне лабораторне устаткування, таке як мірні колби і вимірювальні циліндри.

### 6.2 Метод А

**6.2.1 Прес**, здатний прикладати момент сили 0,1 Нм, оснащений матрицею для пресування матеріалу до гранул діаметром приблизно 13 мм.

**6.2.2 Бомба для спалювання**, придатна для визначення сірки і хлору. Бомба для спалювання має бути такою, яку застосовують для визначення теплотворної здатності (див. EN 14918).

Бомба не повинна пропускати рідину протягом дослідження і давати можливість кількісно видаляти рідину. Її внутрішня поверхня має бути виготовлена зі стійкої до корозії сталі або будь-якого іншого матеріалу, на який не впливає процес або продукти горіння.

Не усі калориметри чи бомби можна використовувати для визначення сірки і хлору, тому що матеріали, з яких виготовлена внутрішня поверхня бомби, можуть поглинати чи взаємодіяти з кислотними газами, утвореними під час згоряння, або через неможливість повністю очистити бомбу.

### 6.3 Метод В

Закрита реторта для розщеплювання, див EN 15290.

## 7 ГОТУВАННЯ ДОСЛІДНОЇ ПРОБИ

Дослідна проба є довільною пробою для аналізування з номінальним розміром надрешітного продукту 1 мм, приготованою згідно з вимогами FprEN 14780.

Примітка. Для деяких інструментальних методів і (або) видів твердих біопалив, щоб забезпечити встановлену точність і межі відтворюваності, може бути необхідним готувати дослідну пробу з номінальним розміром надрешітного продукту менше ніж 1 мм (наприклад, 0,25 мм).

Оскільки результат розраховують за сухим станом біопалива, то треба одночасно визначати вологість дослідної проби згідно з методом, наведеним у EN 14774-3, використовуючи іншу порцію дослідної проби.



## 8 МЕТОДИКА

### 8.1 Розщеплювання

#### 8.1.1 Метод А: Спалювання у закритій бомбі

Проби твердого біопалива зазвичай випробовують у вигляді пресованих гранул внаслідок низької його щільності та особливостей його поведінки під час горіння.

— Беруть пробу масою приблизно 1 г (якщо бомбу для спалювання не сконструйовано на інші кількості проб).

— Стискають пробу з відповідною силою для утворення компактної некрихкої гранули, яку зважують із точністю до 0,1 мг. Якщо одночасно визначають теплотворну здатність, то кількість проби можна відрегулювати згідно з вимогами EN 14918.

— Переносять пробу у тигель із кварцового скла або металу.

Для покращення горіння можна викривувати домішки.

а) Рідка домішка: після визначення маси гранул проби, рідку домішку подають крапля за краплею на гранулу, розміщену у тигелі (даючи можливість рідині бути поглинутій); кількість рідкої домішки визначають зважуванням.

б) Контейнер або капсула для спалювання: проба у вигляді порошку може бути поміщена в контейнер або капсулу для спалювання з точно відомою вагою. Масу проби обчислюють зважуванням її у контейнері або капсулі для спалювання, віднявши масу контейнера або капсули.

с) Тверда домішка: після визначення маси проби додають відповідну кількість домішки (наприклад, бензойну кислоту) та зважуванням точно визначають додану кількість цієї домішки. Ретельно змішують пробу та домішку і з усієї суміші готують гранулу як описано вище. Переконаються, що вага гранули дорівнює вазі проби та домішки.

— Додають 1 мл води у бомбу для отримання розчину (також див. EN 14918, якщо одночасно визначають теплотворну здатність). В іншому випадку воду можна не додавати або додавати більшу кількість (до 5 мл) води. Якщо вміст хлору або сірки перевищує 2 % (за масою), тоді для нейтралізації утворених кислотних сполук треба використати лужний розчин. Коли для визначення застосовують методи іонної хроматографії, поглинальний розчин може бути у рухливій фазі, наприклад, карбонат/бікарбонатний розчин. В усіх випадках, і калібрування і контрольне визначення, проводять із тією самою кількістю і тим самим видом поглинального розчину.

— Установлюють тигель на місце і приладнують запалювальний дріт. Збирають бомбу і щільно закріплюють накривку. Перед запалюванням бомбу заповнюють киснем під тиском 30 бар.

**Примітка 1.** Якщо вміст хлору у пробі незначний, то застосування для запалювання звичайної бавовняної нитки може істотно вплинути на результат вимірювання вмісту хлору. Цього можна уникнути використанням займистих тиглів із дуже чистих матеріалів без бавовняних ниток для підпалювання.

**Примітка 2.** Бомбу треба наповнити киснем вщерть, щоб знизити утворення під час процесу горіння азотистих оксидів, особливо коли концентрацію сірки і хлору визначають методом іонної хроматографії (інакше деякі піки у хроматограмі можуть бути не достатньо добре відокремлені).

— Після згоряння проби повільно знімають тиск у бомбі перед її відкриванням.

— Переливають поглинальний розчин у мірну колбу (50 мл або 100 мл).

— Ретельно промивають водою бомбу, накривку, тигель, включаючи залишки в тиглі після спалювання, та збирають усю воду. Переливають до мірної колби і заповнюють її об'єм. Під час промивання приділяють увагу, щоб зола, утворена після спалювання, також була зібрана у колбу.

**Примітка 3.** Якщо проба містить сірку і (або) хлор у високій концентрації (> 2 %), то газоподібні продукти спалювання проби треба пропустити через промивальну посудину, яка містить поглинальний диск, щоб усі кислотні газові компоненти розчинилися. Розчин із промивальної посудини можна змішати з водою у бомбі або проаналізувати окремо від розчину з бомби.

**Примітка 4.** Якщо проба містить велику кількість золи, тоді хлор та сірка можуть бути поглинуті залишками горіння. У цьому випадку залишок горіння може бути проаналізований для визначення вмісту хлору та сірки. Альтернативно може бути використано поєднання невеликої проби та домішки.

**Примітка 5.** Особлива увага необхідна, якщо проби з низькими вмістами хлору і (або) сірки (наприклад, натуральна деревина) аналізують після проб із високим вмістом цих елементів (наприклад, проби трав'яного біопалива або з відходів). Найбільш ефективним способом очищення бомби є багаторазове спалювання в ній бензойної кислоти; див. 8.1.3, контрольне визначення.

Для використання в деяких поданих нижче аналітичних методах перед заповненням об'єму треба хімічно очистити розчин. Деякі аналітичні методи потребують попереднього фільтрування розчину.

Теплотворну здатність можна визначати одночасно з розщеплюванням. У цьому випадку треба дотримуватися вимог EN 14918. Вміст інших галогенів (фторидів, бромідів, іодидів) визначають аналогічним методом, див. EN 14582 [1].

**8.1.2 Метод В: Розщеплювання у закритій посудині**

Метод розщеплювання у закритій посудині наведено у EN 15290. Для визначання вмісту хлору для розщеплювання використовують  $H_2O_2$  у кількості 0,8 мл на 100 мг проби. Таку збільшену кількість порівняно з вимогами EN 15290 використовують, щоб уникнути втрат хлору.

**8.1.3 Контрольне визначання**

Виконують контрольне визначання, застосовуючи процедуру і методи, описані у 8.1.1 (метод А) чи 8.1.2 (метод В), відповідно, використовуючи бензойну кислоту для методу А. Це дає змогу оцінити як вміст елементів, що визначають у реагентах, так і будь-які забруднення від устаткування та з повітря лабораторії. Їх вплив має бути неістотним.

Вимірний результат контрольного визначання має бути віднятий від результату для дослідної проби.

Примітка. Вищий рівень вмісту елемента під час контрольного визначання має бути менше ніж 10 % від вмісту елемента у пробі. За низького рівня вмісту елемента (менше ніж 500 мг/кг у пробі) вміст елементів у контрольному розчині може бути 30 % або менше від вмісту елементів у розчині проби.

**8.2 Методи визначання****8.2.1 Іонна хроматографія**

Для визначання вмісту сульфатів і хлоридів застосовують метод іонної хроматографії. Визначання проводять згідно з EN ISO 10304-1.

Примітка. Щоб не пошкодити іонний хроматограф, розчин, отриманий розщеплюванням, треба профільтрувати, використовуючи шприц із розміром пор фільтра його кінцівки 0,45 мкм.

**8.2.2 Інші методи визначання**

Наведені методи є застандартованими на міжнародному рівні і їх можна використовувати:

Таблиця 1 — Інші методи для визначання сульфатів і хлоридів

Метод	Cl	S	Посилання (приклади)
ICP	x	x	EN ISO 11885
Фотометричний (колориметричний)	x		DIN 51727
Турбодиметричний		x	ASTM D516-07
Кулонометричний	x		DIN 38405-1:1985 (метод D1-3)
Потенціометричний з титруванням	x		DIN 38405-1:1985 (метод D1-2)

**8.3 Калібрування приладів**

Якщо аналітичну систему оцінюють вперше, тоді установлюють калібрувальну функцію для вимірювань згідно з настановами виробника приладу. За потреби установлену калібрувальну функцію налагоджують під час аналізування. Перевіряють характеристики приладу, використовуючи прийняті стандартні методики, подібні аналізам, використовуючи стандартний еталонний матеріал (SRM) та/або CRM, контрольні проби та підготовлену контрольну карту. Схему калібрування та контролю якості планують та дотримують так, щоб могла бути отримана необхідна похибка вимірювання. Результати валідаційного дослідження BioNorm2 (додаток А) демонструють досяжність цієї похибки серійними засобами вимірювання, використовуваними у відповідних лабораторіях.

**8.4 Аналізування гідролізатів**

Випробні порції гідролізатів — аналізують згідно з настановами виробника.

**9 ПОДАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ****9.1 Загальне положення**

Результат обчислюють як середнє значення двох визначань. Результат обчислюють за сухим станом біопалива відповідно до 9.2 та 9.3. Результати можуть бути обчислені за іншими станами, наприклад, у робочому стані згідно з EN 15296.

### 9.2 Загальний хлор

Вміст загального хлору у пробі в сухому стані,  $w_{Cl,d}$ , обчислюють у відсотках за масою відповідно до формули:

$$w_{Cl,d} = \frac{(c - c_0) \cdot V}{m} \cdot 100 \cdot \frac{100}{(100 - M_{ad})},$$

- де  $c$  — концентрація хлориду у розчині, мг/л;  
 $c_0$  — концентрація хлориду у розчині для контрольного визначання, мг/л;  
 $V$  — кількість розчину, л;  
 $m$  — маса використаної дослідної проби, мг;  
 $M_{ad}$  — вміст вологи у аналізованій дослідній пробі, % за масою.

### 9.3 Загальна сірка

Вміст загальної сірки у пробі в сухому стані  $w_{S,d}$ , обчислюють у відсотках за масою відповідно до формули:

$$w_{S,d} = \frac{(c - c_0) \cdot V}{m} \cdot 0,3338 \cdot 100 \cdot \frac{100}{(100 - M_{ad})},$$

- де  $c$  — концентрація сульфатів у розчині, мг/л;  
 $c_0$  — концентрація сульфатів у розчині для контрольного визначання, мг/л;  
 $V$  — кількість розчину, л;  
 $m$  — маса використаної дослідної проби, мг;  
 $0,3338$  — стехіометричне співвідношення відносних молекулярних мас сірки і сульфату;  
 $M_{ad}$  — вміст вологи у аналізованій дослідній пробі, % за масою.

## 10 ХАРАКТЕРИСТИКИ

Досяжні характеристики методу наведено у додатку А, які показують результати, отримані Європейськими порівняльними дослідженнями, проведеними для проби трісок та проби використаних оливкових залишків. Ці дві проби представляють крайні результати методу. Проба трісок представляє проби з низькими вмістами сульфатів та хлоридів, а проба використаних оливкових залишків — проби з високими вмістами сульфатів та хлоридів.

## 11 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

У протоколі випробування повинна бути наведена щонайменше така інформація:

- ідентифікаційні дані лабораторії, яка виконала дослідження, та дату їхнього проведення;
- ідентифікація дослідної проби;
- посилання на цей стандарт;
- методи, використані для розщеплення і для визначення;
- результати дослідження, зазначаючи стан, за якого їх виконано, відповідно до розділу 9;
- усі незвичайні особливості, відмічені під час визначання;
- операції, не передбачені цим стандартом, або прийняті як довільні.

ДОДАТОК А  
(довідковий)

## ДАНІ ЩОДО ВИМІРЮВАНЬ

Порівняння даних щодо вимірювань були проведені лабораторіями Австрії, Бельгії, Данії, Фінляндії, Німеччини, Ірландії, Італії, Нідерландів, Іспанії, Швеції та Великобританії. Різноманітність вимірювальних приладів та інших аналітичних умов були використані згідно з показниками якості, установленними у методі випробування.

Вимірювання були проведені з двома пробами — трісок та використаних оливкових залишків, отриманих за проектом ЄС BioNorm в 2008 році згідно з CEN/TS 14780. Проба «тріски» була отримана в Німеччині з трісок хвойних дерев; тріски були висушені та подрібнені до 1 мм ножовою дробаркою. Проба «використані оливкові залишки» була отримана в Іспанії з типового відкритого складського господарства після виробництва оливкової олії. У початковій пробі були присутні каміння та інші включення. Ці включення та каміння були вручну видалені і проба із залишків була підготовлена за два етапи, використовуючи ножову дробарку для грубого подрібнення, споряджену решетом з отворами діаметром 10 мм, і лабораторну дробарку, споряджену карбід-вольфрамовими різальними інструментами та решетом з отворами діаметром 1 мм.

Усі дані записані для проб у сухому стані.

Дані щодо вимірювань згідно з ISO 5725-2 [5] наведено у таблицях А.1 та А.2.

Примітка 1. Щодо визначень символів, використовуваних у таблицях А.1 та А.2, див. таблицю А.1.

Примітка 2. Настанови щодо використання затверджених параметрів можна отримати в EN 15296.

Таблиця А.1 — Дані щодо вимірювань для сірки (S)

Проба	$n$	$l$	$o$	$x$	$s_R$	$CV_R$	$s_r$	$CV_r$
			%	% за масою	% за масою	%	% за масою	%
Тріски	20	90	5,2	0,009	0,003	34	0,001	12
Використані оливкові залишки	23	111	1,8	0,12	0,021	17	0,007	5,4
Визначення символів								
$n$	Кількість лабораторій після вилучення викидів даних							
$l$	Кількість окремих аналітичних значень, після вилучення викидів даних							
$o$	Відсоток вилучених значень відносно повторних визначань							
$x$	Загальне середнє							
$s_R$	Відтворюваність середньоквадратичного відхилення							
$CV_R$	Коефіцієнт коливання відтворюваності							
$s_r$	Повторюваність середньоквадратичного відхилення							
$CV_r$	Коефіцієнт коливання повторюваності							

Таблиця А.2 — Дані щодо вимірювань для хлору (Cl)

Проба	$n$	$l$	$o$	$x$	$s_R$	$CV_R$	$s_r$	$CV_r$
			%	% за масою	% за масою	%	% за масою	%
Тріски	17	75	7,4	0,006	0,003	52	0,001	13
Використані оливкові залишки	16	75	0	0,2	0,02	8,0	0,01	2,8

**БІБЛІОГРАФІЯ**

- 1 EN 14582 Characterization of waste — Halogen and sulphur content — Oxygen combustion in closed systems and determination methods
- 2 EN 15105 Solid biofuels — Determination of the water soluble chloride, sodium and potassium content
- 3 ISO 351 Solid mineral fuels — Determination of total sulfur — High temperature combustion method
- 4 ISO 352 Solid mineral fuels — Determination of chlorine — High temperature combustion method
- 5 ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- 6 ISO/TS 21748 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation
- 7 DIN 51724-1 Testing of solid fuels — Determination of sulfur content — Part 1: Total sulfur
- 8 ASTM D3177 Standard Test Methods for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke
- 9 ASTM D4239-02a Standard Test Methods for Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High Temperature Tube Furnace Combustion Methods
- 10 NIST definitions: <http://ts.nist.gov/MeasurementServices/ReferenceMaterials/DEFINITIONS.cfm>
- 11 NIST Technical note 1297:1994 Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results, <http://www.nist.gov/physlab/pubs/tn1297/index.cfm>.

---

Код УКНД 75.160.10

**Ключові слова:** тверде біопаливо, вміст сірки та хлору, реагенти, розщеплення, контрольне визначання.

---

Редактор **С. Мельниченко**  
Технічний редактор **О. Касіч**  
Коректор **О. Опанасенко**  
Верстальник **Т. Шишкіна**

---

Підписано до друку 21.05.2015. Формат 60 × 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. 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,  
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647