

中华人民共和国能源行业标准

NB / T 42116 — 2017

生物质锅炉燃料元素（铝、钙、铁、 镁、磷、钾、硅、钠和钛）的测定方法

**Determination of aluminium, calcium, iron, magnesium, phosphorus,
potassium, silicon, sodium, titanium in solid biofuels for biomass boiler**

2017-08-02 发布

2017-12-01 实施

国家能源局 发 布

目 次

前言..... II

引言..... III

1 范围..... 1

2 规范性引用文件 1

3 原理..... 1

4 试剂..... 1

5 仪器设备 1

6 试样制备 2

7 测定步骤..... 2

8 试验数据处理 2

9 精密度..... 3

10 试验报告 3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由能源行业生物质能发电设备标准化技术委员会（NEA/TC11）提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院工程热物理研究所、哈尔滨工业大学、无锡华光锅炉股份有限公司、济南锅炉集团有限公司、东南大学、郑州锅炉股份有限公司、杭州锅炉集团股份有限公司。

本标准主要起草人：李诗媛，别如山，包绍麟，顾全斌，焦培训，吴新，曹习功，叶苏。

本标准为首次发布。

引 言

本标准参考 BS EN15290:2011 《固体生物燃料主要元素的测定—铝、钙、铁、镁、磷、钾、硅、钠和钛》编制。

生物质锅炉燃料元素（铝、钙、铁、镁、磷、钾、硅、钠和钛）的测定方法

1 范围

本标准规定了测定固体生物质燃料中铝、钙、铁、镁、磷、钾、硅、钠、钛元素的试剂和材料、仪器设备、测定方法、结果计算方法。钡、锰元素也可参照本标准的方法测定。

本标准适用于固体生物质燃料，主要包括各类农林废弃物、能源植物及其加工残余物等，不涉及工业及城市生活垃圾。尤其适用于在收割、破碎及运输等环节或者生物质化学处理过程中引入污染物以及添加物的生物质燃料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 28730 固体生物质燃料样品制备方法

GB/T 28731 固体生物质燃料工业分析方法

GB/T 28733 固体生物质燃料全水分测定方法

JY/T 015 感耦等离子体原子发射光谱方法通则

3 原理

在封闭的容器中，在设定的温度、压力下通过试剂对生物质燃料直接进行消解，消解后的样品利用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）测定固体生物质燃料中铝、钙、铁、镁、磷、钾、硅、钠和钛的含量。

4 试剂

测定所用试剂均为分析纯或更高纯度，按照如下要求进行配制：

- 水：去离子水或等同纯度的蒸馏水。
- 硝酸（ HNO_3 ）：相对密度 1.40g/mL，浓度 $\geq 65\%$ （质量比）。
- 双氧水（ H_2O_2 ）：相对密度 1.11g/mL，浓度 30%（质量比）。
- 氢氟酸（ HF ）：相对密度 1.13g/mL，浓度 40%（质量比）。
- 硼酸（ H_3BO_3 ）：浓度 4%（质量比）。

5 仪器设备

测定所用仪器设备主要包括：

- 电阻炉：带有温控装置，能保持 $(220 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。
- 微波炉：实验室专用，带有温控装置。
- 样品消解容器：可加热使用，通常材质为氟塑料。
- 分析天平：感量 1mg。
- 塑料容量瓶。

NB / T 42116 — 2017

6 试样制备

试样按照 GB/T 28730 制备，试样的最大尺寸不超过 1mm。

7 测定步骤

7.1 消解

7.1.1 称取 500mg 尺寸小于 1mm 的试样，与 3.0mL 双氧水 H_2O_2 、8.0mL 硝酸 HNO_3 和 1.0mL 氢氟酸 HF 在消解容器中混合，混合反应不少于 5min 后，封闭消解容器。当试样的灰含量大于 10% 时，氢氟酸 HF 的用量增加至 2.0mL，试样的灰含量的测量按 GB/T 28731 的规定进行。

7.1.2 将消解容器放入电阻炉或微波炉中按以下步骤进行加热消解：

- a) 使用电阻炉加热的操作步骤（以下温度为电阻炉温度）：
 - 1) 在 1h 内加热到 220℃；
 - 2) 在 220℃ 下，保持 1h。
- b) 使用微波炉加热的操作步骤（以下温度为消解试液温度）：
 - 1) 在 15min 内加热到 190℃；
 - 2) 在 190℃ 下，保持 20min。

如果消解容器加热过程中由于内部压力过高造成泄压阀开启，硅元素将以气态四氟化硅的形式释放，使硅元素损失，此消解液将不能继续使用。

7.1.3 冷却至室温后，称取 10mL 硼酸中和。

7.1.4 再次按以下步骤进行加热：

- a) 使用电阻炉加热的操作步骤（以下温度为电阻炉温度）：
 - 1) 快速加热到 180℃；
 - 2) 在 180℃ 下，保持 15min。
- b) 使用微波炉加热的操作步骤（以下温度为消解试液温度）：
 - 1) 快速加热到 150℃；
 - 2) 在 150℃ 下，保持 15min。

7.1.5 待消解后的试样冷却后，全部转移到容量瓶中，用去离子水稀释至一定容积待检测使用，定容体积根据电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）检测所需用量确定。

7.2 测定方法

将按上述步骤制取的消解试液利用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）测定其中铝、钙、铁、镁、磷、钾、硅、钠、钛的含量，测定方法按 JY/T 015 的规定或仪器制造商要求进行。

7.3 消解试液分析

使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）分析按以上步骤制备的消解试液，仪器分析操作和设置按仪器制造商要求进行。

7.4 空白试验

空白试验时不加入固体生物质燃料样品，试验方法同 7.1、7.2、7.3。

8 试验数据处理

各元素成分的质量分数（ W_i , mg/kg）按式（1）计算：

$$W_i = \frac{(c_i - c_{i,0}) \times V}{m} \times \frac{100}{100 - M_{ar}} \tag{1}$$

式中：

- W_i ——生物质固体燃料样品中测定成分的质量分数（干基），mg/kg；
 - c_i ——消解试液中测定成分的浓度，mg/L；
 - $c_{i,0}$ ——空白试液中测定成分的浓度，mg/L；
 - V ——消解溶液的体积，mL；
 - m ——生物质固体燃料样品质量，g；
 - M_{ar} ——生物质固体燃料样品的全水分含量（测定方法按 GB/T 28733 的规定进行），%。
- 计算结果保留到小数点后 1 位。

9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果之间的绝对差值，不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

10 试验报告

- 试验报告至少应包括以下信息：
- a) 试样编号；
 - b) 依据标准；
 - c) 测定结果；
 - d) 测定中出现的异常现象；
 - e) 测定日期。
-