

SVENSK STANDARD

SS 187185:2017



Fastställt/Approved: 2017-07-20
Publicerad/Published: 2017-07-25
Utgåva/Edition: 2
Språk/Language: svenska/Swedish
ICS: 75.160.10

Torvbränslen – Bestämning av totala klorhalten genom förbränning i kalorimetrisk bomb

Solid fuels – Determination of total chlorine in solid fuels and solid residues by combustion in a calorimetric bomb

This preview is downloaded from www.sis.se. Buy the entire standard via <https://www.sis.se/std-8027499>

Standarder får världen att fungera

SIS (Swedish Standards Institute) är en fristående ideell förening med medlemmar från både privat och offentlig sektor. Vi är en del av det europeiska och globala nätverk som utarbetar internationella standarder. Standarder är dokumenterad kunskap utvecklad av framstående aktörer inom industri, näringsliv och samhälle och befrämjar handel över gränser, bidrar till att processer och produkter blir säkrare samt effektiviserar din verksamhet.

Delta och påverka

Som medlem i SIS har du möjlighet att påverka framtida standarder inom ditt område på nationell, europeisk och global nivå. Du får samtidigt tillgång till tidig information om utvecklingen inom din bransch.

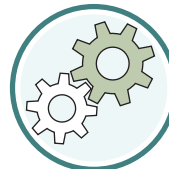
Ta del av det färdiga arbetet

Vi erbjuder våra kunder allt som rör standarder och deras tillämpning. Hos oss kan du köpa alla publikationer du behöver – allt från enskilda standarder, tekniska rapporter och standardpaket till handböcker och onlinetjänster. Genom vår webbtjänst e-nav får du tillgång till ett lättnavigerat bibliotek där alla standarder som är aktuella för ditt företag finns tillgängliga. Standarder och handböcker är källor till kunskap. Vi säljer dem.

Utveckla din kompetens och lyckas bättre i ditt arbete

Hos SIS kan du gå öppna eller företagsinterna utbildningar kring innehåll och tillämpning av standarder. Genom vår närhet till den internationella utvecklingen och ISO får du rätt kunskap i rätt tid, direkt från källan. Med vår kunskap om standarders möjligheter hjälper vi våra kunder att skapa verklig nytta och lönsamhet i sina verksamheter.

Vill du veta mer om SIS eller hur standarder kan effektivisera din verksamhet är du välkommen in på www.sis.se eller ta kontakt med oss på tel 08-555 523 00.



Standards make the world go round

SIS (Swedish Standards Institute) is an independent non-profit organisation with members from both the private and public sectors. We are part of the European and global network that draws up international standards. Standards consist of documented knowledge developed by prominent actors within the industry, business world and society. They promote cross-border trade, they help to make processes and products safer and they streamline your organisation.

Take part and have influence

As a member of SIS you will have the possibility to participate in standardization activities on national, European and global level. The membership in SIS will give you the opportunity to influence future standards and gain access to early stage information about developments within your field.

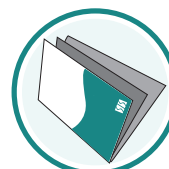
Get to know the finished work

We offer our customers everything in connection with standards and their application. You can purchase all the publications you need from us - everything from individual standards, technical reports and standard packages through to manuals and online services. Our web service e-nav gives you access to an easy-to-navigate library where all standards that are relevant to your company are available. Standards and manuals are sources of knowledge. We sell them.

Increase understanding and improve perception

With SIS you can undergo either shared or in-house training in the content and application of standards. Thanks to our proximity to international development and ISO you receive the right knowledge at the right time, direct from the source. With our knowledge about the potential of standards, we assist our customers in creating tangible benefit and profitability in their organisations.

If you want to know more about SIS, or how standards can streamline your organisation, please visit www.sis.se or contact us on phone +46 (0)8-555 523 00



Denna standard ersätter SS 187185, utgåva 1.

This standard supersedes the Swedish Standard SS 187185, edition 1.

© Copyright/Upphovsrätten till denna produkt tillhör SIS, Swedish Standards Institute, Stockholm, Sverige. Användningen av denna produkt regleras av slutanvändarlicensen som återfinns i denna produkt, se standardens sista sidor.

© Copyright SIS, Swedish Standards Institute, Stockholm, Sweden. All rights reserved. The use of this product is governed by the end-user licence for this product. You will find the licence in the end of this document.

Uppllysningar om sakinnehållet i standarden lämnas av SIS, Swedish Standards Institute, telefon 08-555 520 00. Standarder kan beställas hos SIS Förlag AB som även lämnar allmänna uppllysningar om svensk och utländsk standard.

Information about the content of the standard is available from the Swedish Standards Institute (SIS), telephone +46 8 555 520 00. Standards may be ordered from SIS Förlag AB, who can also provide general information about Swedish and foreign standards.

Standarden är framtagen av kommittén för Fasta bränslen, SIS/TK 412.

Har du synpunkter på innehållet i den här standarden, vill du delta i ett kommande revideringsarbete eller vara med och ta fram andra standarder inom området? Gå in på www.sis.se - där hittar du mer information.

SS 187185:2017 (Sv)

Innehåll	Sida
Orientering.....	3
1 Omfattning.....	4
2 Normativa hänvisningar.....	4
3 Terminologi.....	4
4 Principer.....	4
5 Utrustning.....	4
6 Kemikalier.....	5
7 Prov och provberedning.....	5
8 Uppslutning av analysprovet via förbränning.....	5
9 Bestämning av kloridhalt.....	6
9.1 Allmänt.....	6
9.2 Potentiometrisk titrering – vattenlösning.....	6
9.2.1 Allmänt.....	6
9.2.2 Titreringens genomförande.....	6
9.3 Potentiometrisk titrering – aceton/vatten-lösning.....	6
9.3.1 Allmänt.....	6
9.3.2 Beläggning av silverelektroden med AgCl.....	6
9.3.3 Titreringens genomförande.....	6
9.4 Jonkromatografisk identifikation och kvantifiering.....	7
9.4.1 Allmänt.....	7
9.4.2 Analysens genomförande.....	7
10 Beräkning av provets klorhalt.....	7
11 Resultat.....	8
12 Precision och noggrannhet.....	8
12.1 Allmänt.....	8
12.2 Repeterbarhet – r.....	8
12.3 Reproducerbarhet – R.....	8
12.4 Noggrannhet.....	8
13 Provningsrapport.....	8

Orientering

Torv är en inhemsk råvara som under lång tid använts som bränsle i anläggningar för produktion av värme och el, och som har potential att även i framtiden vara ett viktigt bränsle i Sverige. Tidigare svenska standarder har omfattat både torv- och fasta biobränslen då i många avseenden dessa bränslen har liknande egenskaper och samma analysmetoder för bestämning av kemiska och fysikaliska egenskaper kan användas. I och med framtagning av EN och ISO standarder för fasta biobränslen, som inte omfattar torv, har nya svenska standarder tagits fram för enbart torvbränslen där specifika standarder krävs. I de fall där det är tillämpligt görs hänvisning till gällande EN eller EN ISO standarder för fasta biobränslen.

SS 187185:2017 (Sv)

1 Omfattning

Denna standard specificerar en metod för bestämning av den totala klorhalten i fasta torvbränslen, antingen genom en potentiometrisk fällningstitrering eller jonkromatografiskt. Metoden bygger på förbränning av provet i syrgasatmosfär i en förbränningsbomb.

Metoden i denna standard är avsedd för fasta torvbränslen med klorhalter mer än eller lika med 10 mg/kg.

2 Normativa hänvisningar

Detta avsnitt hänvisar till följande dokument som är nödvändiga när detta dokument ska tillämpas. För daterade hänvisningar gäller endast den utgåva som anges. För odaterade hänvisningar gäller senaste utgåvan av dokumentet (inklusive alla tillägg).

ASTM D4208, *Standard test method for total chlorine in coal by the oxygen bomb combustion/ion selective electrode method*

SS 28136, *Vattenundersökningar – Bestämning av kloridhalt i vatten – Potentiometrisk titrering*

3 Terminologi

För tillämpning av detta dokument gäller de termer och definitioner som anges i SS 187106 Torvbränslen – Terminologi.

4 Principer

Genom förbränning av provet vid högt syrgastryck i en förbränningsbomb överförs den totala mängden klor till klorid, antingen i form av väteklorid som löser sig i bombens vattenfas, eller direkt med kloridjoner i vattenfasen. Kloridhalten i vattenfasen bestäms genom en potentiometrisk fällningstitrering eller jonkromatografiskt.

5 Utrustning

5.1 Förbränningsbomb, bomb med en inre volym av 200 ml till 400 ml, avsedd för förbränning av organiskt material i syrgasatmosfär vid förhöjt tryck (3 MPa). Bombens insida ska vara av material som inte angrips av de potentiellt korrosiva förbränningsgaserna. Bomben ska ha en sådan utformning att bomblösningen kan sköljas ur och uppsamlas kvantitativt. Materialet för exponerade delar av elektroder, ventiler och tätningar för olika typer av genomföringar ska inte avge halogenider eller ge upphov till reaktioner med klor/klorid i förbränningsprodukterna.

5.2 Degel av platina, kvarts eller rostfritt stål eller annat material med motsvarande egenskaper enligt instrumenttillverkarens instruktioner.

5.3 Tändtråd av platina eller annat material med motsvarande egenskaper enligt instrumenttillverkarens föreskrifter, med en diameter av minst 0,05 mm.

5.4 Bomullstråd med känt värmevärde.

5.5 Tändkrets som ger obetydligt mer än den ström som krävs för att antända en korrekt ditsatt bomullstråd vid ett syrgastryck av 3 MPa. Strömbrytaren ska vara av den typ som förblir öppen, utom när operatören avsiktligt håller den slutet.

WARNING – Av säkerhetsskäl ska strömbrytaren vara monterad väl skild från bombuppställningen.

5.6 Tryckregulator och tryckgivare med en mätskala från 0 MPa till minst 5 MPa för reglering av syrgaspåfyllningen respektive indikering av syrgastrycket i bomben.

5.7 Utrustning och reagens för kvantifiering av bomblösningens kloridhalt. Beroende på val av metod för kvantifiering av kloridhalt i den slutliga bomblösningen behövs utrustning och kemikalier respektive reagens för den analysen: se avsnitt 9.

6 Kemikalier

6.1 Syrgas fri från halogener och halogenider, vid ett sådant tryck att bomben kan fyllas till drygt 3 MPa.

7 Prov och provberedning

Provet ska vara analysprovet, malt till en kornstorlek mindre än 0,25 mm. Provet ska vara väl blandat och i rimlig fuktjämvikt med omgivningen. Vid invägning av prov för analys ska samtidigt invägning göras för bestämning av fukthalten i analysprovet.

Torv ska pelleteras så att man undviker explosionsartad, och därmed ofullständig, förbränning. Alternativt kan pelletera torkas till torrhet och därefter förvaras i exsickator fram till invägningen.

8 Uppslutning av analysprovet via förbränning

Väg $1\text{ g} \pm 1\text{ mg}$ av pelleterat prov direkt i degeln (se avsnitt 7). Spänn en lämplig längd tändtråd mellan elektroderna i bomblocket. Knyt en bomullstråd vid tändtråden, lång nog att nå ner till provet i degeln när denna monterats i degelhållaren. Montera degeln. Arrangera bomullstråden så att den är i kontakt med provet. Tillsätt 5 ml destillerat vatten i bomben. Sätt samman bomben enligt tillhörande bruksanvisning och fyll den sakta med syrgas till ett syrgastryck av $(3,0 \pm 0,2)$ MPa.

En del av bombens luftkväve ger vid förbränningen kväveoxider som med vattnet ger salpetersyra plus en mindre mängd salpetersyrlighet. När kloridhalten i bomblösningen ska bestämmas jonkromatografiskt bör kvävehalten i gasfasen reduceras före förbränningen då nitrittoppen i de flesta kolonnssystem ger interferenser med kloridtoppen. I en två-ventilsbomb spolas försiktigt med syrgas, varefter ena ventilen stängs och bomben fylls till $(3,0 \pm 0,2)$ MPa. I en-ventilsbomb extraheras kvävet bort genom att bomben fylls med syrgas till $(1,0 \pm 0,2)$ MPa, anslutningen tas bort och gas släpps ut till atmosfärstryck. Proceduren upprepas ytterligare en eller två gånger innan bomben fylls med syrgas till $(3,0 \pm 0,2)$ MPa.

Sätt bomben i ett kärl med så mycket rumstempererat vatten att bomben är fullständigt täckt. Om gas läcker ur bomb eller ventiler ska försöket avbrytas, orsaken till läckaget elimineras och proceduren upprepas från början.

Anslut tändkretsens ledningar till bombens elektroder. Slut kretsen under minst 3 s. Låt bomben vara kvar i kärlet med vatten under 8 min till 10 min. Ta upp bomben och rör om bombinnehållet genom att utsätta bomben för cirklande rörelser. Öppna bombventilen på sådant sätt att gasen får pysa ut under minst 2 min.

VARNING – Vid initiering av förbränningen ska bomb med kärl vara uppställda med ett för operatören säkert skydd.

Öppna bomben och ta tillvara all vätska som finns i bomben. Töm och skölj ur bombvätskan direkt i en mätkolv eller i en vägd flaska med tät förslutning beroende på om hela, en viss volym eller en vägd andel ska tas ut för bestämning av kloridhalt. Skölj bombens alla innerdelars, såsom elektroder, bomblockets insida och degeln in- och utvändigt. Använd eluent för sköljning och spädning när kloridhalten ska bestämmas jonkromatografiskt.

ANM. Lämpliga spädningsvolymen kan vara 25 ml, 50 ml eller 100 ml.

Vid klorhalter lägre än 0,05 % bör man inte späda bomblösningen mer än nödvändigt. 10 ml eluent i en 25 ml bägare kan tillsammans med en pastörpipett användas för tvättning av bombens olika delar, även själva bombkroppen invändigt, efter det att huvuddelen av den ursprungliga bomblösningen överförts till mätkolven eller flaskan. En högsta spädning till 25 ml kan därmed klaras.

För torvbränslen med askhalter över 10 % ska askfasen tas tillvara tillsammans med bombvätskan. För att säkerställa en fullständig utlakning av i askan befintlig klorid ska askan/lösningen skakas kraftigt minst 1 min.

SS 187185:2017 (Sv)

Om oförbränt prov eller sotiga avlagringar syns i degeln eller på bombens innerväggar ska bestämningen göras om.

9 Bestämning av kloridhalt

9.1 Allmänt

Kvantifieringen av mängden klorid i den slutliga bomblösningen kan göras enligt alternativa metoder som specificeras i detta avsnitt. Den potentiometriska fällningstitreringen i vattenfas (se 9.2) görs på 100 ml lösning och är tillämpbar för kloridhalter lägre än 1 mg/l i lösningen. När titreringen görs i aceton/vatten-fas (se 9.3) krävs 20 ml vattenfas (bomblösning) med en kloridhalt lägre än 0,5 mg/l. När kvantifieringen görs jonkromatografiskt (se 9.4) kan kloridhalter ner till ca 0,2 mg/l bestämmas på mindre än 5 ml lösning.

ANM 1,0 g prov med en klorhalt lika med 50 mg/kg ger efter förbränning en lösning med kloridhalten 2 mg/l för en bomblösning som är spädd till 25 ml.

9.2 Potentiometrisk titrering – vattenlösning

9.2.1 Allmänt

Vid kvantifiering av kloridhalten i den spädda bomblösningen genom potentiometrisk titrering med silvernitrat, AgNO_3 , enligt SS 28136 kommer halten av eventuell bromid och jodid att ingå i resultatet. Vissa andra jonslag kan ge upphov till störningar som kan elimineras genom tillsats av salpetersyra vid analysen. Potentiometrisk titrering enligt SS 28136 är tillämpbar när klorhalten i det ursprungliga provet är högre än 500 mg/kg (massfraktionen 0,05 %).

9.2.2 Titreringens genomförande

Genomför titreringen och beräkna kloridhalten (mg/l) i bomblösningen i enlighet med SS 28136.

9.3 Potentiometrisk titrering – aceton/vatten-lösning

9.3.1 Allmänt

För de mest utspädda lösningarna genomförs titreringen på en 80 %-lösning med avseende på aceton, ett sätt att sänka löslighetsprodukten för silverklorid, AgCl . Samma typ av utrustning krävs som för titreringen enligt 9.2. För att få bästa titreringsbetingelser bör silverelektroden ha en beläggning av AgCl . Den använda silvernitratlösningen bör vara minst 1-mM.

ANM. För titrator-koncentrationer av storleksordningen 0,5-mM riskeras att reaktionen inte längre är stökiometrisk.

9.3.2 Beläggning av silverelektroden med AgCl

Skapa ett skikt av AgCl på den exponerade elektrodytan genom elektrolys av 0,1-M HCl -lösning. En platinaelektrod används lämpligen som motelektrod vid elektrolysen. Strömkällan (likström) kan utgöras av ett eller flera batterier (5 V – 10 V) eller en ackumulator. Använd en reostat eller motsvarande för att justera strömstyrkan.

Putsa och jämna till elektrodytan, exempelvis med hjälp av fin smärgelduk. Avfetta ytan med diskmedel eller motsvarande och skölj med destillerat vatten. Anslut silverelektroden till strömkällans pluspol och platinaelektroden till minuspolen. Elektrolysera med 1 mA/cm till 2 mA/cm under ca 1 h tills ett heltäckande skikt bildats. Skölj elektroden väl i destillerat vatten.

ANM. AgCl -skiktet blir bättre om man låter en svagare ström flyta under längre tid.

9.3.3 Titreringens genomförande

Överför 20,0 ml av bomblösningen till titrerkarlet. Tillsätt 80 ml aceton (*pro analysis*). Titra med en $(1 \pm 0,002)$ millimolar silvernitratlösning. Genomför i övrigt titreringen och beräkna kloridhalten (mg/l) i bomblösningen.