ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56885— 2016

БИОМАССА

Определение общего количества твердых веществ стандартным методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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 9 марта 2016 г. № 124-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Е 1756—08 «Стандартный метод определения массовой доли общих твердых веществ биомассы» (ASTM E 1756—08 «Standard Test Method for Determination of Total Solids in Biomass», IDT).

Стандарт разработан комитетом ASTM Е48 «Биоэнергия и химические вещества из биомассы, используемые в промышленности», непосредственную ответственность за разработку метода несет подкомитет Е48.05 «Преобразование биомассы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БИОМАССА

Определение общего количества твердых веществ стандартным методом

Biomass. Determination of total amount of solids by standard method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения количества твердых веществ, остающихся после высушивания пробы. Определение проводят из проб, приготовленных по АСТМ Е 1757, и проб, свободных от экстрагируемых этанолом веществ, приготовленных в соответствии с АСТМ Е 1690. Настоящий стандарт не распространяется на древесное мелкокусковое топливо, для которого применим метод по АСТМ Е 871.

1.2 В настоящем стандарте все единицы измерения приведены в системе СИ. Никакие другие единицы измерений в настоящий стандарт не включены.

1.3 Настоящий стандарт не претендует на полноту описания всех мер безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM[1)]

АСТМ Е871 Стандартный метод определения влаги в мелкокусковом древесном биотопливе (ASTM E871 Standard Test Method for Moisture Analysis of Particulate Wood Fuels)

АСТМ Е1690 Метод определения веществ биомассы, экстрагируемых этанолом (ASTM E1690 Test Method for Determination of Ethanol Extractives in Biomass)

АСТМ Е1757 Практика приготовления проб биомассы для компонентного анализа (ASTM E1757 Practice for Preparation of Biomass for Compositional Analysis)

3 Термины и определения

3.1 Определения терминов, примененных в настоящем стандарте

3.1.1 **общие твердые вещества сухие** (oven-dried solids): Твердые вещества, остающиеся после высушивания приготовленной биомассы при температуре 105 °С до постоянной массы. В настоящем стандарте допущено, что потеря массы пробы, происходящая при высушивании до постоянной массы при температуре 105 °С, обусловлена испарением влаги, содержащейся в биомассе. Неточность данного допущения заключается в том, что процедура, описанная в настоящем стандарте, как и любая сушка в сушильном шкафу, сопровождается удалением из пробы не только влаги, но и других летучих веществ.

[1)] Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте: gost.e-ecolog.ru службе поддержки клиентов АСТМ: gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

3.1.2 **приготовленная биомасса** (prepared biomass): Биомасса, обработанная в соответствии с АСТМ Е1757.

4 Назначение и применение

4.1 Влага — неизменный компонент любых проб биомассы, но ее содержание может быть разным. Влагу не считают структурообразующим компонентом биомассы, ее содержание при хранении и проведении каких-либо действий с биомассой может изменяться. Определение массовой доли общих твердых веществ позволяет провести коррекцию массы пробы и перейти к массе сухих общих твердых веществ, которая для каждой отдельной пробы является величиной постоянной.

4.2 Настоящий метод не применим к пробам биомассы, которая при нагревании до 105 °С претерпевает видимые изменения, например, обработанные кислотой пробы, которые не были промыты и содержат свободную кислоту.

4.3 Некоторые виды биомассы, содержащие большие количества свободных сахаров или протеинов, карамелизуются или приобретают бурую окраску под действием излучения инфракрасных нагревательных элементов, используемых в методе В. В таких биомассах определение общего содержания твердых составляющих проводят методом А.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Весы аналитические с пределом допускаемой погрешности ± 0,1 мг.

5.2 Сушильный шкаф конвекционного типа, оснащенный терморегулятором для поддержания температуры (105 ± 3) °С (только для метода А).

5.3 Эксикатор с безводным сульфатом кальция в качестве осушающего вещества (только для метода А).

5.4 Анализатор влаги[2)], нагреваемый инфракрасными нагревательными элементами, способный вместить 20 г пробы, разрешающая способность измерительной системы 1 мг (только для метода В).

5.5 Кюветы для сушки, одноразовые, изготовленные из алюминия, диаметром 10 см, подходящие для использования с анализатором влаги (только для метода В).

6 Проба для испытаний

6.1 Для испытания используют пробы, приготовленные по АСТМ Е1757, или пробы, свободные от экстрагируемых этанолом веществ, приготовленные в соответствии с АСТМ Е1690.

7 Проведение испытания. Метод А

7.1 Настоящий метод применим к пробам приготовленной биомассы или к пробам, свободным от экстрагируемых этанолом веществ, и заключается в высушивании пробы в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С.

7.2 Маркируют подходящие контейнеры, такие как одноразовые алюминиевые кюветы или бюксы вместимостью 50 мл, и помещают их в сушильный шкаф, нагретый до температуры 105 °С, не менее чем на 1 ч. После этого контейнеры охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

7.3 Каждый контейнер взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,1 мг. Результат взвешивания записывают, как массу тары m_t.

7.4 В маркированный и взвешенный контейнер(ы) помещают не более 0,5 г пробы и взвешивают с точностью до 0,1 г. Записывают результат взвешивания, как начальную массу контейнера с пробой m_{i1}.

7.5 Контейнер(ы) с пробой помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105 ± 3) °С, не менее чем на 3 ч, но не более чем на 72 ч. После сушки контейнер(ы) охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе. Каждый контейнер с пробой взвешивают с точностью до 0,1 мг, записывая результат. После взвешивания контейнеры вновь ставят на 1 ч в сушильный шкаф, нагретый до 105 °С, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают. Такие контрольные высушивания повторяют до тех пор, пока результат последнего взвешивания не будет отличаться от результата предыдущего взвешивания менее чем на 0,3 мг. Записывают результат последнего взвешивания как конечную массу контейнера с пробой m_{f1}.

[2)] Единственным, известным на настоящее время Комитету, поставщиком приборов модели IR-120 является Denver Instrument Company, 1401 17th St. Suite 750, Denver, CO 80202.

8 Обработка результатов испытаний методом А

8.1 Массовую долю общих твердых веществ (%), полученных путем высушивания при 105 °С, вычисляют по формуле

$$T_{105} = \frac{m_{f1} - m_t}{m_{i1} - m_t} \cdot 100, \quad (1)$$

где T_{105} — массовая доля общих твердых веществ, полученных путем высушивания при 105 °С;
m_t — масса пустого контейнера, г;
m_{i1} — масса контейнера с пробой до высушивания, г;
m_{f1} — масса контейнера с пробой после окончания высушивания при 105 °С, г.

9 Проведение испытания. Метод В

9.1 Настоящий метод применим к пробам приготовленной биомассы или к пробам, свободным от экстрагируемых этанолом веществ, и заключается в высушивании пробы в автоматизированном анализаторе влаги. Настоящий метод не применим к материалам с насыпной плотностью менее 0,1 г/см^3.

9.2 Устанавливают начальную температуру анализатора влаги 60 °С и дают прибору прогреться в течение 30 мин. В электронную схему прибора вводят программу, предусматривающую температуру высушивания 105 °С, окончание высушивания в момент, когда масса пробы станет меняться в течение минуты менее чем на 0,05 %.

9.3 Одноразовую алюминиевую кювету для сушки помещают в анализатор и проводят тарирование весов прибора в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.4 Помещают в кювету (2,0 ± 0,2) г приготовленной биомассы, распределяя ее по всему дну кюветы тонким, ровным слоем. Взвешивают кювету с пробой. После стабилизации показаний весов записывают начальную массу пробы m_{i2}.

9.5 Запускают заданную программу высушивания, следуя инструкции по эксплуатации прибора. После завершения высушивания записывают конечную массу сухих твердых составляющих m_{f2}.

10 Обработка результатов испытаний методом В

10.1 Массовую долю общих твердых веществ (%), полученных путем высушивания при 105 °С, вычисляют по формуле

$$T_{105} = \frac{m_{f2}}{m_{i2}} \cdot 100, \quad (2)$$

где T_{105} — массовая доля общих твердых веществ, полученных путем высушивания при 105 °С;
m_{i2} — масса пробы до высушивания, г;
m_{f2} — масса пробы после окончания высушивания при 105 °С, г.

11 Прецизионность и систематическая погрешность

11.1 Краткие сведения

При сравнении результатов двух параллельных испытаний гибридного тополя, проведенных методом А, в 95 случаях из 100 расхождение двух результатов не превышало 0,55 % среднеарифметического значения этих двух результатов. При этом параллельные испытания проводились одним и тем же опытным исполнителем с использованием одних и тех же процедур (метод А настоящего стандарта) на образцах для испытания, отобранных случайным образом из одной и той же пробы материала[3)]. При испытании остатков брожения, промытых и приготовленных путем сушки в вакууме замороженного материала, расхождение результатов, полученных методом А, не превышало 1,35 %. При сравнении параллельных результатов испытаний гибридного тополя и проса прутьевидного, полученных методом В настоящего стандарта, расхождение не превысило 0,56 % и 0,89 % соответственно.

[3)] Vinzant, T. B., Ponfick, L., Nagle, N. J., Ehrman, C. I., Reynolds, J. B., and Himmel, M. E., «SSF Comparison of Selected Woods From Southern Sawmills,» *Applied Biochemistry and Biotechnology*, Vol 45/46, 1994, pp. 611—626.

Значение массовой доли общих твердых веществ может быть определено только настоящим методом. В связи с этим систематическая погрешность метода определена быть не может.

11.2 Максимально допускаемые расхождения

Расхождение между результатами определения массовой доли общих твердых веществ в одной лаборатории считают значительным, если при уровне доверительной вероятности 95 % это расхождение равно или превышает максимально допускаемое расхождение, приведенное в таблице 1.

Таблица 1 — Максимально допускаемые расхождения (% среднего значения) при разных условиях определения[A, B]

Условия определения	Количество наблюдений, учтенных при расчете среднего результата	Максимально допускаемое расхождение результатов, получаемых одним исполнителем
Метод А, гибридный тополь	1 2	0,55 0,39
Метод А, отходы брожения	1 2	1,35 0,95
Метод В, гибридный тополь	1 2	0,56 0,40
Метод В, просо прутьевидное	1 2	0,89 0,63

[A] Максимально допускаемое расхождение рассчитано при z = 1,960.
[B] Для пересчета максимально допускаемого расхождения из относительных процентов в абсолютные, умножают его на среднеарифметическое значение двух сравниваемых результатов определения и делят на 100.

11.3 Доверительные интервалы

Доверительные интервалы средних результатов определения (с вероятностью 95 %) приведены в таблице 2.

Примечание — Значения максимально допускаемых расхождений и доверительных интервалов следует считать утверждениями общего характера.

Таблица 2 — Доверительные интервалы средних результатов определений (% от среднего результата) при разных условиях определения[A, B]

Условия определения	Количество наблюдений, учтенных при расчете среднего результата	Доверительный интервал средних результатов, получаемых одним исполнителем
Метод А, гибридный тополь	1 2	0,39 0,28
Метод А, отходы брожения	1 2	0,95 0,67
Метод В, гибридный тополь	1 2	0,40 0,28
Метод В, просо прутьевидное	1 2	0,63 0,45

[A] Максимально допускаемое расхождение рассчитано при z = 1,960.
[B] Для пересчета максимально допускаемого расхождения из относительных процентов в абсолютные, умножают его на среднеарифметическое значение двух сравниваемых результатов определения и делят на 100.

11.4 Систематическая погрешность

Систематическая погрешность настоящего метода не установлена, т. к. массовая доля общих твердых веществ зависит от условий определения. Изменение параметров высушивания приводит к изменению массовой доли общих твердых веществ.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Е871—82 (Пересмотрен в 2013 г.)	IDT	ГОСТ Р 56886—2016 «Топливо древесное. Определение влаги стандартным методом»
АСТМ Е1690—08	—	*
АСТМ Е1757—01 (Пересмотрен в 2007 г.)	IDT	ГОСТ Р 56884—2016 «Биомасса. Стандартная практика приготовления проб для компонентного анализа»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта АСТМ.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: биомасса, определение количества твердых веществ, приготовленная биомасса, общие твердые вещества

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 31.03.2016. Подписано в печать 06.04.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 33 экз. Зак. 962.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru