ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56884— 2016

БИОМАССА

Стандартная практика приготовления проб для компонентного анализа

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. № 123-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Е1757—01 (Пересмотрен в 2007 г.) «Стандартная практика приготовления проб биомассы для компонентного анализа» (ASTM E 1757—01 (Reapproved 2007) «Standard Practice for Preparation of Biomass for Compositional Analysis», 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

Стандартная практика приготовления проб для компонентного анализа

Biomass. Standard practice for the preparation of biomass for compositional analysis

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает воспроизводимый метод превращения биомассы в однородный материал, подходящий для определения его компонентного состава. Стандарт распространяется на древесину твердых и мягких пород, травяную биомассу (например, просо прутьевидное и леспедеца заостренная), отходы сельского хозяйства (например, кукурузные стебли и початки, пшеничная солома, багасса), макулатуру (такую как офисная бумага, тарный картон, газетная бумага), биомассу, подготовленную к брожению, и отходы брожения.

1.2 Операции измельчения и просеивания материала сопровождаются образованием большого количества пыли. Эта пыль может представлять опасность для человека и оказывать раздражающее воздействие на дыхательные пути. При необходимости следует пользоваться респиратором. При избыточном количестве пыли в воздухе возникает потенциальная опасность взрыва. Необходимо обеспечить контроль содержания пыли в воздухе.

1.3 В настоящем стандарте все единицы измерения приведены в системе СИ. Указанные в скобках значения приведены только для справки.

1.4 *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)]

ACTM E11 Стандартные характеристики тканых сеток из проволоки и сит (ASTM E11 Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves)

3 Термины и определения

3.1 *Термины и определения, используемые в настоящем стандарте:*

3.1.1 **условия окружающей среды** *(ambient conditions)*: Температура от 20 °С до 30 °С (от 68 °С до 85 °F), относительная влажность воздуха не более 50 %;

3.1.2 **приготовленная биомасса** *(prepared biomass)*: биомасса, обработанная в соответствии с настоящим стандартом.

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

Издание официальное

4 Назначение и применение

4.1 *Приготовление методом А* — Метод используют для обработки большого количества сборной пробы (> 20 г) с целью получения образца для испытаний в форме, пригодной для проведения компонентного анализа. Пробы древесины предварительно перерабатывают в щепу размером 5 × 5 × 0,6 см или менее и прутья диаметром, не превышающим 0,6 см ($^1/_4$ дюйма). Травяную биомассу для приготовления проб используют в ее исходном виде. Бумагу рекомендуется порезать на куски шириной не более 1 см ($^1/_2$ дюйма). При этом для облегчения работы длина прутьев, травы или кусков бумаги не должна превышать 61 см (24 дюйма).

4.2 *Приготовление методами В и С* — Методы используют для обработки очень влажной биомассы, для проб, которые не были доведены до стабильного состояния в течение продолжительного выдерживания на открытом воздухе при комнатной температуре, или материалов, предварительно подсушенных при комнатных условиях, но эти условия отличались от условий окружающей среды, приведенных в 3.1.1. Эти методы применяют также при работе с небольшими пробами биомассы (< 20 г). На этапе сушки применяют высушивание в сушильном шкафу с принудительной вентиляцией при температуре 45 °С (метод В) или сублимационную сушку (метод С).

4.3 Настоящий стандарт не распространяется на мелкодисперсные материалы, проходящие через сито 20 меш без дополнительного измельчения, а также на материалы, которые не могут быть высушены регламентированными настоящим стандартом методами до содержания общих твердых составляющих более 85 %.

4.4 Настоящим стандартом предусмотрено разделение измельченного материала на два класса крупности: –20/+80 меш и –80 меш.

4.4.1 Минеральные вещества, попавшие в исходный материал извне, при приготовлении пробы будут аккумулироваться в классе крупности –80 меш, поэтому оба класса крупности следует анализировать отдельно, независимо друг от друга. Материал обоих классов крупности предварительно взвешивают, чтобы затем объединить результаты взвешивания и вычислить окончательный результат анализа на рабочее состояние топлива.

Примечание 1 — При анализе той части пробы, которая представляет класс крупности –80 меш, могут возникнуть трудности при фильтровании вследствие большой плотности материала, что необходимо учитывать.

5 Аппаратура

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

5.2 *Желобковый делитель с поддонами* — ручной делитель, который делит измельченную биомассу на несколько альтернативных (представительных) порций. Ширина желобов от 6,4 до 12,7 мм ($^1/_4$—$^1/_2$ дюйма), количество желобов не менее 24. Угол наклона желобов, в том числе питающего желоба, должен составлять не менее 60°. Для работы необходимы также три поддона: один — для пробы, питающей делитель, и два — для сбора двух подпроб (частей, на которые делят исходную пробу).

5.3 *Набор сит* по АСТМ Е11 — No. 20 (850 мкм) и No. 80 (180 мкм), с крышкой и поддоном. Высота бортов сит и поддона 8,9 см ($3^1/_2$ дюйма). Сита, крышка и поддон должны быть совместимы и плотно соединяться в комплект типа этажерки.

5.4 *Устройство для встряхивания сит*, с помощью которого сита могут перемещаться как в горизонтальном, так и в вертикальном направлении.

5.5 *Ножевая мельница* для измельчения проб.

Примечание 2 — Допускается использовать валковую дробилку No. 4 с размером отверстий сита 2 мм для обработки проб массой более 20 г или промежуточную модель с размером отверстий сита 1 мм для обработки проб массой менее 20 г, которые не требуют дальнейшего рассева.

5.6 *Сушильный шкаф*, оснащенный терморегулятором для поддержания температуры (45 ± 3) °С (только для метода В).

5.7 *Морозильная камера для сушки* — Устройство, состоящее из вакуумной камеры, вакуумного насоса, способного обеспечить в камере давление менее 1 мм рт. ст., и охлаждающего элемента, способного поддерживать в камере температуру приблизительно –50 °С (только для метода С).

6 Приготовление пробы методом А

6.1 Метод А используют для обработки больших количеств биомассы (> 20 г), описанной в 4.1.

6.2 Исходную биомассу еще до любого измельчения раскладывают на подходящей поверхности на открытом воздухе для просушивания. Толщина слоя биомассы при этом должна быть не более 15 см. Материал переворачивают не менее одного раза в день, чтобы обеспечить равномерное высушивание и минимизировать вероятность гниения биомассы с большим содержанием влаги. Материал считают высушенным, когда изменение его массы за 24 ч составляет менее 1 %.

6.3 Высушенный на воздухе (воздушно-сухой) материал измельчают в ножевой мельнице до прохождения через сито с размером отверстий 2 мм, находящееся на дне мельницы. Измельченные таким образом бумажные отходы не нуждаются в дальнейшем рассеве и могут быть в таком виде использованы для проведения компонентного анализа. Другие виды измельченной биомассы подвергают рассеву.

6.4 Рассев проводят на комплекте сит, собранном в следующем порядке: внизу располагают поддон, на него устанавливают сито 80 меш, а еще выше — сито 20 меш. На верхнее сито помещают биомассу в таком количестве, чтобы толщина слоя не превышала 7 см.

6.5 Накрывают верхнее сито крышкой и устанавливают комплект в устройство для встряхивания сит.

6.6 Сита встряхивают в течение (15 ± 1) мин, после чего снимают их с устройства. Материал, оставшийся на сите 20 меш (класс крупности +20 меш), повторно пропускают через ножевую мельницу в соответствии с 6.3. Материал, оставшийся на сите 80 меш (класс крупности –20/+80 меш), сохраняют для проведения компонентного анализа. Материал из поддона (класс крупности –80 меш) оставляют для определения зольности.

6.7 Материал, оставшийся на сите 20 меш, повторно подвергают процедурам по 6.3— 6.6 до тех пор, пока весь материал не пройдет через сито 20 меш. Классы крупности –20/+80 меш, получаемые при каждом цикле процедур, объединяют. Также поступают с порциями материала класса крупности –80 меш. По окончании измельчения и рассева взвешивают с точностью до 0,1 г объединенный материал класса крупности –20/+80 меш ($Wt_{20/80}$) и объединенный материал класса крупности –80 меш (Wt_{80}).

6.8 Если обе части рассеянного материала представляют собой пробы, собранные из отдельных порций, их перемешивают для получения однородных проб. Материал класса крупности –20/+80 меш высыпают в желобковый делитель, а затем две собранные в поддонах части материала объединяют в одну пробу. Повторяют разделение в делителе с последующим объединением двух частей пробы в одну еще три раза. Чтобы процесс разделения пробы в желобковом делителе проходил правильно, проба должна ссыпаться одновременно и равномерно во входные отверстия всех желобов. Ширина поддона, из которого высыпают пробу, должна соответствовать протяженности той части делителя, на которой расположены входные отверстия желобов. Пробу из поддона в делитель высыпают таким образом, чтобы материал ссыпался через борт равномерно по всей ширине поддона, а не с одного его конца или с угла. Недопустимо высыпать пробу из контейнера типа банки.

6.9 Если пробу необходимо разделить на несколько проб меньшего размера, для этого также используют желобковый делитель.

6.10 Если анализ проводят не сразу после рассева и перемешивания (или деления) пробы, то пробу хранят в непроницаемом для воздуха контейнере или герметично закрывающейся полиэтиленовой банке при температуре –20 °С.

7 Обработка результатов приготовления пробы методом А

7.1 Вычисляют в процентах долю каждого класса крупности во всей пробе биомассы:

$$\text{Класс}_{20/80},\ \% = \frac{Wt_{20/80} \cdot 100\ \%}{Wt_{20/80} + Wt_{80}}, \quad (1)$$

$$\text{Класс}_{80},\ \% = 100\ \% - \text{Класс}_{20/80}\ \%, \quad (2)$$

где $Wt_{20/80}$ — масса класса крупности –20/+80 меш, г;

Wt_{80} — масса класса крупности –80 меш, г.

7.2 Массу отдельных классов крупности используют для вычисления средневзвешенного результата компонентного анализа, если компонентный состав отдельных классов крупности исходной пробы разный. Окончательный результат компонентного анализа должен быть представлен для всей пробы биомассы.

8 Приготовление пробы методом В

8.1 Метод В используют для обработки очень влажных биомасс, в которых за время сушки возможно появление плесени, для влажных биомасс, подготовленных к брожению, или для осадков (отходов) брожения, которые при продолжительном выдерживании могут изменить свой состав, или для подсушенных биомасс, условия сушки которых не соответствовали условиям по 3.1.1.

8.2 Контейнер подходящего размера помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (45 ± 3) °С, где выдерживают не менее 3 ч. После сушки контейнер переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Взвешивают контейнер с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания, как W_i.

8.3 В высушенный контейнер помещают биомассу ровным слоем, толщина которого не должна превышать 1 см. Взвешивают контейнер с биомассой с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания, как W_i.

8.4 Контейнер с пробой биомассы помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (45 ± 3) °С, где выдерживают в течение 36— 48 ч.

8.5 Контейнер с пробой вынимают из сушильного шкафа, переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Взвешивают контейнер с пробой с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания, как W_f.

8.6 Если материал пробы не проходит через сито 20 меш, а масса пробы не превышает 20 г, то всю пробу измельчают в ножевой мельнице, имеющей на дне сетку с размером отверстий 1 мм.

8.7 Если материал пробы не проходит через сито 20 меш, а масса пробы превышает 20 г, то всю пробу измельчают в ножевой мельнице и рассевают в соответствии с 6.3—6.7.

8.8 Измельченную пробу снова помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (45 ± 3) °С, где выдерживают не менее 4 ч. Охлаждают пробу до комнатной температуры в эксикаторе. Взвешивают пробу (каждую часть пробы) с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания. Пробу (пробы) снова помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (45 ± 3) °С, выдерживают 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Процедуру контрольного высушивания в течение 1 ч повторяют до тех пор, пока разница между результатами последнего и предпоследнего взвешивания не станет меньше 1 %.

9 Обработка результатов приготовления пробы методом В

9.1 Массовую долю общих твердых веществ (%), полученных путем высушивания пробы при 45 °С, вычисляют по формуле

$$T_{45} = \frac{W_f - W_t}{W_i - W_t} \cdot 100, \quad (3)$$

где T_{45} — массовая доля общих твердых веществ пробы, полученных путем высушивания пробы при 45 °С, %;

W_t — масса пустого высушенного контейнера, г;

W_i — масса контейнера с исходной пробой, г;

W_f — масса контейнера с пробой после высушивания, г.

9.2 Для больших проб, подвергнутых измельчению и рассеву (см. 8.7), рассчитывают массовую долю каждого класса крупности пробы, высушенной при температуре 45 °С, по формулам (1) и (2) в соответствии с 7.1.

9.3 Массу отдельных классов крупности используют для вычисления средневзвешенного результата компонентного анализа, если компонентный состав отдельных классов крупности исходной пробы разный. Окончательный результат компонентного анализа должен быть представлен для всей пробы биомассы.

10 Приготовление пробы методом С

10.1 Метод С используют для обработки очень влажных биомасс, в которых за время сушки возможно появление плесени, для влажных биомасс, подготовленных к брожению, или для отходов брожения, которые при продолжительном выдерживании могут изменить свой состав, или для подсушенных биомасс, условия сушки которых не соответствовали условиям по 3.1.1. Этот метод применим также для приготовления проб материалов, чувствительных к нагреванию и разлагающихся при высушивании в сушильном шкафу по методу В.

10.2 Контейнер подходящего размера, изготовленный из хладостойкого материала, взвешивают с точностью до 0,1 г и записывают результат, как W_t.

10.3 Биомассу помещают в контейнер, при этом не следует заполнять контейнер более чем наполовину. При работе с жидкими материалами, например, с отходами брожения, в контейнер помещают такое количество материала, которое после замерзания образует на стенках контейнера ровный слой толщиной 0,5 см. Взвешивают контейнер с биомассой с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания, как W_i.

10.4 Контейнер с пробой погружают в смесь сухого льда с ацетоном и медленно вращают (10 об/мин) для замерзания материала ровным слоем на стенках контейнера.

10.5 Сразу же переносят контейнер в морозильную камеру для сушки. Высушивание продолжают до тех пор, пока в пробе не останется видимых следов льда и инея. Для небольших проб (< 20 г) время высушивания обычно составляет 12 ч, а для больших (приблизительно 250 г) — высушивание может продолжаться более 96 ч.

10.6 Вынимают контейнер с биомассой из морозильной камеры и дают ему нагреться до комнатной температуры. Взвешивают контейнер с биомассой с точностью до 0,1 г и записывают результат взвешивания, как W_f.

10.7 Если масса пробы не превышает 20 г, а материал пробы не проходит через сито 20 меш, то всю пробу измельчают в ножевой мельнице, имеющей на дне сетку с размером отверстий 1 мм.

10.8 Если масса пробы превышает 20 г, а материал пробы не проходит через сито 20 меш, то всю пробу измельчают в ножевой мельнице и рассевают в соответствии с 6.3—6.7.

10.9 Компонентный анализ пробы, приготовленной методом С, проводят сразу после приготовления пробы.

11 Обработка результатов приготовления пробы методом С

11.1 Массовую долю общих твердых веществ (%), полученных путем вымораживания влаги, вычисляют по формуле

$$T_{fd} = \frac{W_f - W_t}{W_i - W_t} \cdot 100, \quad (4)$$

где T_{fd} — массовая доля общих твердых веществ пробы, полученных путем вымораживания влаги, %;

W_t — масса пустого контейнера, г;

W_i — масса контейнера с исходной пробой, г;

W_f — масса контейнера с пробой после вымораживания влаги, г.

11.2 Для больших проб, подвергнутых измельчению и рассеву (см. 8.7), рассчитывают массовую долю каждого класса крупности пробы, высушенной в морозильной камере, по формулам (1) и (2) в соответствии с 7.1.

11.3 Массу отдельных классов крупности используют для вычисления средневзвешенного результата компонентного анализа, если компонентный состав отдельных классов крупности исходной пробы разный. Окончательный результат компонентного анализа должен быть представлен для всей пробы биомассы.

12 Прецизионность и систематическая погрешность

12.1 *Повторяемость* — Расхождение между результатами определения массовой доли разных классов крупности (%), полученными для отдельных частей разделенной пробы одним и тем же исполнителем на одних и тех же ситах, должно быть не более 2 % (абс.).

12.2 *Воспроизводимость* — Данные о расхождении результатов определения массовой доли разных классов крупности, полученных для отдельных частей разделенной пробы в разных лабораториях, отсутствуют.

12.3 *Систематическая погрешность* — В связи с отсутствием стандартных образцов, данные о систематической погрешности метода получены быть не могут.

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
ASTM E11-15	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.		

УДК 662.6:543.812:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: биомасса, проба, приготовление пробы, компонентный состав

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 06.04.2016. Подписано в печать 12.04.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 32 экз. Зак. 1022.

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

gost.e-ecolog.ru