ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56882— 2016

БИОМАССА

Определение нерастворимого в кислоте остатка 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. № 121-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Е1721—01 (Пересмотрен в 2009 г.) «Стандартный метод определения нерастворимого в кислотах остатка биомассы» (ASTM E1721—01 (Reapproved 2009) «Standard Test Method for Determination of Acid-Insoluble Residue 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 нерастворимого в кислоте остатка стандартным методом

Biomass.
Determination of acid-insoluble residue by standard method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения нерастворимого в кислоте остатка таких видов биомассы как: древесина твердых и мягких пород; травяная биомасса (например, просо прутьевидное и лесподеца заостренная); отходы сельского хозяйства (например, кукурузные стебли и початки, пшеничная солома, багасса); макулатура (например, офисная бумага, тарный картон, газетная бумага); обработанная кислотами или щелочами биомасса; твердые остатки брожения. Результаты определения выражают на сухую массу пробы, т. е. массу пробы, высушенной при температуре 105 °С.

1.2 Остаток после обработки кислотой состоит из нерастворимого в кислоте лигнина и некоторого количества сконденсированных протеинов исходной пробы. Для определения нерастворимого в кислоте лигнина за вычетом сконденсированных протеинов необходимо провести отдельный анализ на содержание азота, который не входит в область применения настоящего стандарта.

1.3 Часть лигнина некоторых биомасс в условиях настоящего метода растворяется в кислоте. Общее содержание лигнина в пробе биомассы включает как растворимый в кислоте лигнин, так и лигнин в нерастворимом остатке.

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

1.5 *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.* Специфические для настоящего стандарта требования безопасности приведены в разделе 8 и примечаниях 2 и 4.

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

ACTM E1756 Метод определения массовой доли общих твердых веществ биомассы (ASTM E1756 Test Method for Determination of Total Solids in Biomass)

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

[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.

3 Термины и определения

3.1 *Определения*

3.1.1 **нерастворимый в кислоте остаток** (*acid-insoluble residue*): Твердый осадок, в массу которого внесена поправка на нерастворимую в кислоте золу, остающийся на фильтре средней пористости после обработки пробы сначала 72 %-ным, а затем 4 %-ным раствором H_2SO_4 в соответствии с процедурой, описанной в настоящем стандарте. Осадок состоит, главным образом, из нерастворимого в кислоте лигнина, а также некоторого количества сконденсированных протеинов;

3.1.2 **приготовленная биомасса** (*prepared biomass*): Материал, обработанный в соответствии с АСТМ Е1757 с целью повышения содержания общих твердых веществ до значения более 85 % на сухое состояние (на массу твердого вещества, высушенного в сушильном шкафу).

4 Назначение и применение

4.1 Наряду с другими количественными анализами определение остатка, не растворимого в кислотах, позволяет определить полный состав пробы биомассы.

5 Ограничения

5.1 На результат определения нерастворимого в кислотах остатка влияет степень гидролиза биомассы. При неполном разложении биомассы результат будет завышен. Следует обращать внимание на тщательное перемешивание биомассы с кислотой на этапе обработки пробы концентрированной серной кислотой.

5.2 Результат определения нерастворимого в кислотах остатка зависит также от продолжительности обработки пробы кислотой. Нерастворимый остаток постепенно переходит в раствор, поэтому условия испытаний должны быть воспроизводимыми, и продолжительность отдельных операций настоящего метода должна выдерживаться точно.

6 Аппаратура

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

6.2 *Сушильный шкаф конвекционного типа* (с принудительной вентиляцией), оснащенный терморегулятором для поддержания температуры (105 ± 3) °С.

6.3 *Муфельная печь* — Печь с электронагревом для озоления проб. Печь должна быть оснащена терморегулятором для поддержания температуры (575 ± 25)°С. Контроль температуры осуществляют с помощью пирометра или термопары.

6.4 *Автоклав*, в котором можно поддерживать температуру (121 ± 3)° С.

6.5 *Водяная баня* с температурой воды (30 ± 1) °С.

6.6 *Эксикатор* с безводным сульфатом кальция в качестве осушающего вещества.

7 Реактивы и материалы

7.1 Химические реактивы

7.1.1 *Серная кислота* (H_2SO_4), *раствор концентрацией 72 % (масс.)* или (12,00 ± 0,02) М, плотность 1,6389 ± 0,0012 при 15,6 °С.

7.1.2 Вода деионизованная, удельное сопротивление 18 МОм·см.

7.2 Материалы

7.2.1 *Склянки* вместимостью 125 мл с кромкой по верхнему краю. К склянкам подбирают резиновые пробки. Для герметизации используют алюминиевую фольгу.

7.2.2 *Стеклянные фильтрующие тигли* вместимостью 50 мл средней пористости, максимальный размер пор 10 мкм.

7.2.3 *Система вакуумного фильтрования* через фильтрующие тигли.

8 Меры безопасности

8.1 Соблюдайте правила безопасности при работе с серной кислотой.

8.2 Будьте осторожны при работе со склянками после извлечения их из автоклава, т. к. они могут оказаться под давлением.

9 Отбор проб. Образцы для испытаний и навески

9.1 Для проведения испытаний настоящим методом используют следующие образцы:

9.1.1 Пробы биомассы, приготовленные в соответствии с АСТМ Е 1757.

9.1.2 Материал, свободный от экстрагируемых этанолом веществ, приготовленный в соответствии с АСТМ Е 1690.

9.2 Образец для испытания, приготовленный одним из выше перечисленных способов, должен сохранять представительность по отношению ко всей партии биомассы, подлежащей испытанию. Поэтому масса образца для испытаний должна составлять приблизительно 0,3 г. Для испытаний настоящим методом используют навеску приготовленной биомассы, но результат испытаний выражают на массу пробы, высушенной при 105 °С. Чтобы массу навески пересчитать на высушенное при 105 °С состояние, используют значение массовой доли общих твердых веществ биомассы, определяемое в соответствии с АСТМ Е 1756.

9.3 Навески для определения массовой доли общих твердых веществ и навески для определения нерастворимого в кислоте остатка отбирают одновременно. В противном случае при пересчете массы навески может быть внесена ошибка, так как измельченная биомасса на открытом воздухе может поглощать или терять влагу.

10 Проведение испытания

10.1 На стеклянные фильтрующие тигли наносят индивидуальные метки и прокаливают в муфельной печи при температуре (575 ± 25) °С до постоянной массы (± 0,3 мг). Прокаленные тигли до их использования хранят в эксикаторе.

Примечание 1 — Для определения абсолютных количеств нерастворимого в кислоте остатка и нерастворимой в кислоте золы с целью контроля качества, прокаленные тигли взвешивают с точностью до 0,1 мг.

10.2 Навеску пробы (0,30 ± 0,01) г взвешивают с точностью до 0,1 мг и записывают начальную массу навески как W_1. Навеску помещают в пробирку.

10.3 В пробирку приливают (3,00 ± 0,01) мл [(4,92 ± 0,01) г] раствора H_2SO_4 концентрацией 72 % и тщательно перемешивают содержимое в течение 1 мин.

Примечание 2 — **Предупреждение:** Раствор серной кислоты концентрацией 72 % оказывает сильное коррозионное воздействие. К работе с ним допускается только специально подготовленный персонал.

10.4 Помещают пробирку в водяную баню с контролируемой температурой воды (30 ± 1) °С, где выдерживают в течение 2 ч для гидролиза пробы.

Примечание 3 — Время гидролиза может быть уменьшено до 1 ч, если для анализа используют измельченную пробу, прошедшую через сито 20 меш и оставшуюся на сите 80 меш.

10.5 Каждые 15 мин пробирку вынимают из бани и тщательно перемешивают содержимое.

10.6 Гидролизат переносят в склянку и разбавляют содержимое до концентрации кислоты 4 %, для чего в склянку приливают (84,00 ± 0,04) мл воды или доводят общую массу пробы, кислоты и воды до (89,22 ± 0,04) г. При перенесении гидролизата в пробирке не должно остаться твердых частиц.

10.7 Каждую склянку закрывают пробкой и герметизируют алюминиевой фольгой.

10.8 Склянки переносят в автоклав и закрепляют в устройстве, типа карусели, с помощью которого склянки раскручиваются, что позволяет предотвратить потерю содержимого склянки в случае нарушения герметичности ее укупорки. Автоклавируют пробы в герметично закрытых склянках в течение 1 ч при температуре (121 ± 3) °С.

Примечание 4 — **Предупреждение!** Будьте осторожны при работе со склянками после извлечения их из автоклава, т. к. они могут оказаться под давлением.

10.9 После завершения процесса в автоклаве склянки перед откупориванием выдерживают в течение приблизительно 20 мин, давая им остыть до комнатной температуры.

10.10 Содержимое склянки фильтруют под вакуумом через предварительно прокаленный стеклянный фильтрующий тигель.

10.11 При необходимости определения в пробе углеводов или растворимого в кислоте лигнина, от фильтрата отбирают аликвоту раствора 15—20 мл, которую помещают в герметично закрывающийся контейнер. Если анализ аликвоты проводят не сразу, то ее хранят в холодильнике при температуре 4 °С.

Примечание 5 — Определение растворимого в кислоте лигнина проводят не позднее чем через 24 ч после гидролиза пробы, предпочтительно в течение первых 6 ч после гидролиза.

10.12 Склянку обмывают горячей водой для переноса всех твердых частиц в фильтрующий тигель. Продолжая фильтрование под вакуумом, тигель также промывают горячей водой для удаления кислоты из твердого остатка.

10.13 Фильтрующий тигель высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С в течение 2 ч или до достижения им постоянной массы, проводя контрольные высушивания и добиваясь разницы результатов двух последовательных взвешиваний не более ± 0,3 мг.

10.14 Фильтрующий тигель охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг, записывая результат взвешивания, равный массе тигля с нерастворимым в кислоте остатком и нерастворимой в кислоте золой, как W_2.

10.15 Фильтрующий тигель с остатком переносят в муфельную печь. Нагревают печь до (575 ± 25) °С и прокаливают тигель при этой температуре в течение, как минимум, 3 ч или до полного окисления углеродсодержащих частиц. Для предотвращения воспламенения твердого остатка скорость нагрева печи должна быть приблизительно 10 °С/мин. Если опасность воспламенения остатка высока, контейнер с тиглем частично накрывают при нагреве печи. Следует избегать нагрева печи до температуры выше указанной. Обмен воздуха в рабочей камере муфельной печи должен быть таким, чтобы не было механических потерь образца в связи с уносом.

10.16 Фильтрующий тигель охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг, записывая результат взвешивания, равный массе тигля и нерастворимой в кислоте золы, как W_3.

11 Обработка результатов

11.1 Если для анализа использована проба биомассы, приготовленная методами В или С в соответствии с АСТМ Е1757, то массовую долю нерастворимого в кислоте остатка, выраженную на сухое при 105 °С состояние, вычисляют по формуле

$$\text{Массовая доля нерастворимого в кислоте остатка} = \frac{W_2 - W_3}{W_1 \cdot \frac{T_{105}}{T_{prep}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где W_1 — начальная масса навески, г;

W_2 — масса тигля с нерастворимым в кислоте остатком и нерастворимой в кислоте золой, г;

W_3 — масса тигля с нерастворимой в кислоте золой, г;

T_{105} — массовая доля сухих (при 105 °С) общих твердых веществ в анализируемой пробе, определяемая в соответствии с АСТМ Е1756, %;

T_{prep} — массовая доля общих твердых веществ, полученных путем высушивания пробы при 45 °С (T_{45}) или путем вымораживания влаги (T_{fd}) в соответствии с АСТМ Е1757, %.

11.2 Если для анализа использована проба биомассы, приготовленная методом А в соответствии с АСТМ Е1757, или остаток после высушивания по методу АСТМ Е1756, то массовую долю нерастворимого в кислоте остатка, выраженную на сухое при 105 °С состояние, вычисляют по формуле

$$\text{Массовая доля нерастворимого в кислоте остатка} = \frac{W_2 - W_3}{W_1 \cdot \frac{T_{105}}{100}} \cdot 100, \quad (2)$$

где W_1 — начальная масса навески, г;

W_2 — масса тигля с нерастворимым в кислоте остатком и нерастворимой в кислоте золой, г;
W_3 — масса тигля с нерастворимой в кислоте золой, г;
T_{105} — массовая доля сухих (при 105 °С) общих твердых веществ в анализируемой пробе, определяемая в соответствии с АСТМ Е1756, %.

12 Представление результатов

12.1 Массовую долю нерастворимого в кислоте остатка, выраженную на сухое при 105 °С состояние, вычисляют до второго десятичного знака.

13 Прецизионность и систематическая погрешность

13.1 *Прецизионность*

13.1.1 По результатам параллельных испытаний пробы гибридного тополя, проведенных в одной лаборатории, установлено стандартное отклонение 0,41 %, максимальное расхождение результатов 1,59 %.

13.1.2 По результатам параллельных испытаний пробы гибридного тополя, проведенных в шести разных лабораториях, установлено стандартное отклонение 2,37 %, максимальное расхождение результатов 9,92 %.

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 Е1690—08	—	*
АСТМ Е1756—08	IDT	ГОСТ Р 56885—2016 «Биомасса. Определение общего количества твердых веществ стандартным методом»
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: нерастворимый в кислоте остаток, нерастворимый в кислоте лигнин, сельскохозяйственные отходы, биомасса, отходы брожения, травяная биомасса, лигнин, макулатура, древесина

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *К.Л. Чубанова*

Сдано в набор 06.04.2016. Подписано в печать 12.04.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 32 экз. Зак. 1024.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru