ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56881— 2016

БИОМАССА

Определение зольности 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. № 120-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Е1755—01 (пересмотрен в 2007 г.) «Стандартный метод определения зольности биомассы» (ASTM E1755—01 (Reapproved 2007) «Standard Test Method for Ash 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 зольности стандартным методом

Biomass. Determination of the ash content by standard method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения зольности как массовой доли остатка после сухого окисления биомассы при температуре (575 ± 25) °С, выраженной в процентах. Метод распространяется на такие виды биомассы, как древесина твердых и мягких пород, травяная биомасса (например, просо прутьевидное и леспедеца заостренная), отходы сельского хозяйства (например, кукурузные стебли и початки, пшеничная солома, багасса), макулатура (например, офисная бумага, тарный картон, газетная бумага), биомасса, обработанная кислотами и щелочами, а также твердые составляющие отходов брожения. Результаты определения выражают на состояние пробы, высушенной при температуре 105 °С. Настоящий стандарт не распространяется на древесное мелкокусковое топливо, для которого применим метод по АСТМ Е 1534.

1.2 В настоящем стандарте все единицы измерения приведены в системе СИ.

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 Е1534 Метод определения зольности мелкокускового древесного топлива (ASTM E1534 Test Method for Determination of Ash Content of Particulate Wood Fuels)

АСТМ Е1756 Метод определения массовой доли общих твердых веществ биомассы (ASTM E1756 Test Method for Determination of Total Solids 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, используемых в настоящем стандарте

3.1.1 **зола** *(ash)*: Неорганический остаток после прокаливания при температуре (575 ± 25) °С.

[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 сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

4 Назначение и применение

4.1 Зольность служит приблизительной мерой содержания минеральных компонентов биомассы и содержания других неорганических материалов в биомассе.

4.2 Зольность, наряду с другими количественными показателями, используют для характеристики полного вещественного состава проб биомассы.

5 Аппаратура

5.1 *Тигли для озоления вместимостью 50 мл*, предпочтительно из платины, но могут быть использованы также тигли из кварца или фарфора.

5.2 *Муфельная 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.

5.3 *Весы* с точностью взвешивания до 0,1 мг.

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

5.5 *Сушильный шкаф*, оснащенный терморегулятором для поддержания температуры (105 ± 2) °С.

6 Проба для испытаний

6.1 Для проведения испытаний настоящим методом пригодны следующие пробы:

6.1.1 Приготовленная биомасса — пробы, приготовленные в соответствии с АСТМ Е1757.

6.1.2 Биомасса, высушенная при температуре 105 °С, в соответствии с АСТМ Е1756.

6.1.3 Предварительно обработанная биомасса, высушенная при температуре 105 °С, в соответствии с АСТМ Е1756.

6.1.4 Твердые составляющие отходов брожения, высушенные при температуре 105 °С, в соответствии с АСТМ Е1756.

6.2 Для обеспечения представительности всей партии испытуемого материала масса пробы для испытаний, подготовленной одним из перечисленных выше методов, должна составлять 0,5—1,0 г.

Примечание 1 — Все пробы должны быть измельчены до максимального диаметра частиц менее 1 мм. После дополнительного измельчения пробы перед испытанием снова сушат при температуре 105 °С. В качестве образца для испытаний может быть использована приготовленная биомасса, не высушенная при температуре 105 °С. В этом случае при расчете зольности в массу навески сначала вводят поправку на содержание влаги в соответствии с АСТМ Е1756.

7 Проведение испытания

7.1 Тигли для озоления (или лотки) маркируют индивидуальными метками и помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (575 ± 25) °С. После прокаливания тигли (или лотки) охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Алюминиевые лотки для достижения постоянной массы достаточно прокаливать при температуре (575 ± 25) °С в течение 2 ч. При использовании тиглей процедура прокаливания заключается в следующем. Тигли помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (575 ± 25) °С, на 3 ч. После этого их охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Результат взвешивания записывают. Снова помещают тигли в муфельную печь, нагретую до температуры (575 ± 25) °С, на 1 ч. Снова охлаждают тигли в эксикаторе и взвешивают. Повторяют контрольные прокаливания до тех пор, пока изменение массы тигля между последним и предпоследним взвешиванием не станет менее 0,3 мг. Окончательную массу тигля записывают как m_{cont}. До использования прокаленные тигли или лотки хранят в эксикаторе.

7.2 В прокаленный и взвешенный тигель помещают от 0,5 до 1,0 г пробы и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если проба, подлежащая испытанию, высушена при 105 °С, то до начала испытания тигель с пробой хранят в эксикаторе. Массу тигля с навеской, высушенной при 105 °С, записывают как начальную массу (масса тигля плюс масса навески). Если проба, подлежащая испытанию, представляет собой приготовленную по АСТМ Е1757 биомассу, то результат взвешивания записывают как m_{ar} (масса тигля плюс масса навески).

Примечание 2 — При испытании приготовленных проб биомассы рекомендуется одновременно с навеской для определения зольности отбирать навеску для определения влаги. В противном случае в результат испытания может быть внесена ошибка, поскольку измельченная биомасса на открытом воздухе может быстро поглощать или терять влагу.

7.3 Тигель с навеской переносят в муфельную печь, где выдерживают при температуре (575 ± 25) °С не менее 3 ч или до исчезновения видимых следов углеродных соединений. Во избежание воспламенения пробы сначала муфельную печь нагревают со скоростью приблизительно 10 К/мин до температуры 250 °С и поддерживают эту температуру в течение 30 мин. Затем продолжают нагрев до температуры (575 ± 25) °С. Не допускается нагревать муфельную печь до температуры выше указанной.

Примечание 3 — При испытании проб с высокой зольностью (более 5 % масс.) время озоления необходимо увеличить, оставив тигли в нагретой муфельной печи на ночь. Продолжительность озоления должна быть не более 24 ч.

7.4 Вынимают тигель или лоток из муфельной печи, принимая меры предосторожности и не допуская механических потерь материала из-за сильного потока воздуха. Помещают тигель в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг, записывая результат. Проводят контрольное прокаливание озоленной пробы в течение 1 ч, охлаждение в эксикаторе и взвешивание. Контрольные прокаливания повторяют до тех пор, пока изменение массы тигля по сравнению с предыдущим взвешиванием не станет менее 0,3 мг. Записывают конечную массу тигля с золой как m_{ash}.

8 Обработка результатов

8.1 Зольность пробы, высушенной перед испытанием при 105 °С, вычисляют по формуле

$$\text{Зольность} = \frac{m_{ash} - m_{cont}}{m_{od} - m_{cont}} \cdot 100, \quad (1)$$

где зольность — масса золы, отнесенная к массе высушенной при 105 °С навески пробы, выраженная в процентах;

m_{ash} — масса тигля с золой, г;

m_{cont} — масса пустого тигля, г;

m_{od} — начальная масса тигля с навеской пробы, высушенной при 105 °С, г.

8.2 Если испытуемая проба представляет собой приготовленную биомассу, прошедшую предварительную обработку в соответствии с ASTM E1757, в ней сначала проводят определение массовой доли общих твердых веществ по ASTM E1756. Зольность такой пробы, выраженную на сухое, высушенное при 105 °С, состояние биомассы, вычисляют по формулам

$$m_s = (m_{ar} - m_{cont}) \cdot \frac{T}{100}, \quad (2)$$

где m_s — масса навески пробы, пересчитанная на сухое, высушенное при 105 °С, состояние, г;

m_{ar} — начальная масса тигля с навеской испытуемой пробы, г;

m_{cont} — масса пустого тигля, г;

T — массовая доля общих твердых веществ в испытуемой пробе, полученная по ASTM E 1756, %.

$$\text{Зольность} = \frac{m_{ash} - m_{cont}}{m_s} \cdot 100, \quad (3)$$

где зольность — масса золы, отнесенная к массе высушенной при 105 °С навески пробы, выраженная в процентах;

m_{ash} — масса тигля с золой, г;

m_{cont} — масса пустого тигля, г;

m_s — масса навески пробы, пересчитанная на сухое, высушенное при 105 °С, состояние, г.

9 Представление результатов

9.1 Результат испытаний представляют с точностью до второго десятичного знака с указанием, что зольность приведена в процентах к высушенной при 105 °С массе пробы.

10 Прецизионность и систематическая погрешность

10.1 *Краткие сведения* — При сравнении результатов определения зольности в предварительно высушенных пробах (только формула 1) сделан вывод, что расхождение двух результатов не должно превышать 10,4 % от среднеарифметического значения этих результатов в 95 случаях из 100, если испытание проводит один и тот же опытный исполнитель с применением настоящей процедуры на навесках, случайно отобранных от одной и той же пробы[2), 3)]. Поскольку для определения зольности биомассы установлена только настоящая процедура, то систематическая погрешность метода не установлена.

10.2 *Данные межлабораторных испытаний*[4)] — Межлабораторные испытания, в которых приняли участие пять лабораторий, были проведены в 1993 г. на случайно отобранных пробах биомассы гибридного тополя. В каждой лаборатории проведено испытание двух дубликатов каждой пробы. Для характеристики разброса полученных результатов рассчитаны коэффициенты вариации. Для результатов, полученных в одной лаборатории, коэффициент вариации составил 2,67 % от среднего значения, а для результатов, полученных в разных лабораториях, — 8,93 % от среднего значения.

Примечание 4 — Для характеристики вариации (разброса) результатов правильнее использовать корни квадратные компонента вариации, чем среднеквадратичные отклонения измеряемой величины.

10.3 *Максимально допускаемые расхождения* — При наблюдаемой компоненте вариации (10.2) расхождение между средними результатами определения зольности должно быть меньше значения, приведенного в таблице 1, при уровне доверительной вероятности 95 %.

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

Количество наблюдений, учтенных при расчете среднего результата	Прецизионность результатов, полученных в одной лаборатории	Прецизионность результатов, полученных в разных лабораториях
1	10,4	26,8
2	7,4	25,8
[A] Максимально допускаемое расхождение рассчитано при z = 1,960. [B] Для пересчета максимально допускаемого расхождения из относительных процентов в абсолютные его умножают на среднеарифметическое значение двух сравниваемых результатов определения и делят на 100.		

10.4 *Доверительные интервалы* — При наблюдаемой компоненте вариации (10.2) доверительные интервалы средних результатов определения (с вероятностью 95 %) приведены в таблице 2.

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

Количество наблюдений, учтенных при расчете среднего результата	Прецизионность результатов, полученных в одной лаборатории	Прецизионность результатов, полученных в разных лабораториях
1	±7,4	±19,0
2	±5,2	±18,2
[A] Максимально допускаемое расхождение рассчитано при z = 1,960. [B] Для пересчета максимально допускаемого расхождения из относительных процентов в абсолютные его умножают на среднеарифметическое значение двух сравниваемых результатов определения и делят на 100.		

[2)] Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) Standard Methods, *Method T 211 om-85, Ash in Wood and Pulp*, 1991.

[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 Biochemical Biotechnology*, 45/46, 1994, pp. 611—626.

[4)] Копию отчета о результатах межлабораторных испытаний следует запрашивать: Ethanol Project Chemical Analysis and Testing Task, National Renewable Research Laboratory, 1617 Cole Boulevard, Golden, CO 80401-3393.

Примечание 5 — Значения максимально допускаемых расхождений и доверительных интервалов следует считать утверждениями общего характера, особенно в отношении прецизионности результатов, получаемых в разных лабораториях. Для получения более существенных заключений о воспроизводимости результатов разных лабораторий необходимо провести дополнительные исследования возможных систематических погрешностей. Необходимо получить и статистически обработать новые результаты испытаний партии гомогенного материала настолько, насколько это возможно, отобрав от этой партии образцы для испытаний и распределив их случайным образом между лабораториями.

10.5 *Систематическая погрешность* — Понятие о систематической погрешности к настоящему методу не применимо, т. к. метод предусматривает определение относительного показателя в строго регламентируемых условиях. Изменение параметров озоления приводит к изменению зольности. Например, увеличение времени озоления по сравнению с указанным в 7.3 может привести к улетучиванию щелочных элементов и уменьшению зольности пробы.

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 Е1534—93 (пересмотрен в 2013 г.)	IDT	ГОСТ Р 56888—2016 «Топливо древесное. Определение зольности стандартным методом»
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»
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, зольность, зола, отходы сельского хозяйства, травяная биомасса, макулатура, древесина

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

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. 1025.

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

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

gost.e-ecolog.ru