

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA
VALPARAÍSO – CHILE



“DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO DE PRETRATAMIENTO DE LAVADO DE LEÑA Y ANÁLISIS DE PROPIEDADES TERMO-FÍSICAS”

DIEGO VILLABLANCA SEGUEL

MEMORIA DE TITULACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

PROFESOR GUÍA : DR. ING. MARIO TOLEDO T
PROFESOR CORREFERENTE: DR. FABIAN GUERRERO C

ENERO 2022

AGRADECIMIENTOS

Primero agradecer a mi familia por el apoyo incondicional y el amor entregado durante todos estos años.

A los profesores Mario, Fabián y Susana muchas gracias por su apoyo en este trabajo de título y a todo el equipo del FONDEF que lo pasamos muy bien en el desarrollo del proyecto, aun con las dificultades de la pandemia.

Agradecimientos también al personal del laboratorio de Termodinámica por su ayuda y buena disposición para realizar las pruebas

Agradecer a mis amigos del colegio y de la universidad por la amistad de estos años

Resumen

El presente trabajo de título se enmarca en el desarrollo del proyecto FONDEF Idea ID20110319, bajo el título de “Innovador prototipo de calefacción residencial integrado al pretratamiento de lavado de leña para la mitigación de contaminantes atmosféricos: Carbono negro, material particulado y gases de combustión”. Esta iniciativa considera también un protocolo de lavado de leña, con el fin de favorecer la extracción de compuestos químicos orgánicos precursores de aerosoles atmosféricos formadores de material particulado. En este trabajo se comparan las propiedades termofísicas de madera con y sin lavado de leña. La madera certificada a utilizar en este trabajo es la de *Eucalyptus globulus*, siendo esta la más representativa de la zona sur de Chile.

El trabajo consistió en desarrollar un protocolo de lavado de leña, donde la primera etapa es la caracterización de los leños a lavar y del agua desionizada a utilizar, la segunda es el lavado de los leños en un disolvente, en este caso se utilizó agua desionizada en una relación de sólido:líquido de 1:4. El tiempo de inmersión fue de 7 semanas, con agitación manual cada 24 horas.

La tercera etapa consistió en la separación de los leños de la parte líquida, los leños se dejaron en una superficie plana por 10 minutos y se midió su contenido de humedad con la ayuda de un xilohigrómetro. La parte líquida fue almacenada y refrigerada para posteriores estudios de valorización agrícola forestal y análisis de compuestos químicos.

La cuarta etapa del protocolo corresponde al secado de la leña, se decidió un secado natural de la madera, el cual según ensayos previos tardó cerca de 3 meses.

Los resultados de este lavado de leña muestran un aumento de 43 veces en la conductividad eléctrica del agua desionizada, pasando de 24 [$\mu\text{S}/\text{cm}$] hasta 1064 [$\mu\text{S}/\text{cm}$]. El aumento de la conductividad eléctrica sigue una forma logarítmica, en los primeros siete días del ensayo se presenta un rápido aumento, posteriormente se registra un aumento de forma más continua. El pH del agua desionizada tiene una disminución desde 5,68[-] hasta 4,61[-], lo que resulta en una baja del 19%, este cambio ocurre en los primeros 5 días de lavado, posteriormente se mantiene constante hasta el término del lavado.

Los resultados de las pruebas de propiedades termofísicas realizadas a la leña lavada, muestran un incremento en la conductividad térmica en la dirección radial de un 29% respecto a la leña sin lavar. En el caso de la conductividad térmica en la dirección axial y en 45 grados, se presenta una disminución de 12% y 14 % respectivamente.

El poder calorífico inferior de la leña lavada muestra una disminución de un 2,85% respecto a la leña sin lavar. En cambio, el poder calorífico superior de la leña lavada presenta un incremento de 0,45% respecto a la leña sin lavar.

Los ensayos de densidad anhidra muestran una disminución de un 5,23% en la leña lavada respecto a la leña sin lavar. En la propiedad de punto de inflamación la leña lavada presentó un aumento de 12[°C] lo que representa un 3,9% de aumento respecto a la leña sin lavar.

Se finalizaron los ensayos de manera exitosa, logrando tener un protocolo de lavado de leña del cual se obtuvieron resultados acordes en los parámetros de conductividad eléctrica y pH del agua desionizada utilizada para el lavado de la biomasa. Los resultados de las propiedades termo-físicas son un aporte a la ciencia ya que existe muy poca información de cómo estas varían cuando el *Eucalyptus globulus* es sometido a un pretratamiento de lavado de leña.

ABSTRACT

This paper is part of the development of the FONDEF IdeA ID20110319 project, under the title of "Innovative residential heating prototype integrated with the pretreatment of wood washing for the mitigation of atmospheric pollutants: Black carbon, particulate matter and combustion gases ". This initiative also considers a firewood washing protocol, in order to favor the extraction of organic chemical compounds that are precursors of atmospheric aerosols that form particulate matter. In this work, the thermophysical properties of wood with and without wood washing are compared. The certified wood to be used in this work is that of *Eucalyptus globulus*, this being the most representative of the southern zone of Chile.

The work consisted of developing a firewood washing protocol, where the first stage is the characterization of the logs to be washed and the deionized water to be used, the second is the washing of the logs in a solvent, in this case deionized water was generated in a solid:liquid ratio of 1:4. The immersion time was 7 weeks, with manual alteration every 24 hours.

The third stage consisted in the separation of the logs from the liquid part, the logs were left on a flat surface for 10 minutes and their moisture content was measured with the help of a xilohyrometer. The liquid part was stored and refrigerated for later studies of forest agricultural valorization and analysis of chemical compounds.

The fourth stage of the protocol corresponds to the drying of the firewood, it was dedicated to a natural drying of the wood, which according to previous tests took about 3 months.

The results of this wood washing show a 43-fold increase in the electrical conductivity of deionized water, going from 24 [$\mu\text{S}/\text{cm}$] to 1064 [$\mu\text{S}/\text{cm}$]. The increase in electrical conductivity follows a logarithmic form, in the first seven days of the test there is a rapid increase, later an increase is recorded more continuously. The pH of the deionized water has a decrease from 5.68[-] to 4.61[-], which results in a drop of 19%, this change occurs in the first 5 days of washing, subsequently it remains constant until the end of washing.

The results of the thermophysical property tests carried out on washed firewood show an increase in thermal conductivity in the radial direction of 29% compared to unwashed firewood. In the case of thermal conductivity in the axial direction and at 45 degrees, there is a decrease of 12% and 14%, respectively.

The lower calorific value of washed firewood shows a decrease of 2.85% compared to unwashed firewood. On the other hand, the superior calorific value of washed firewood shows an increase of 0.45% with respect to unwashed firewood.

The anhydrous density tests show a decrease of 5.23% in the washed firewood compared to the unwashed firewood. In the flash point property, washed firewood showed an increase of 12[$^{\circ}\text{C}$], which represents a 3.9% increase compared to unwashed firewood.

The trials were successfully completed, managing to have a firewood washing protocol from which expected results were obtained according to results obtained in scientific publications in the parameters of conductivity and pH of the water. The results of the thermo-physical properties are a contribution to science since there is very little information on how these vary when *Eucalyptus globulus* is subjected to a firewood washing pretreatment.

Tabla de contenido

Resumen	2
Índice de Figuras	6
Índice de Tablas	8
1. Introducción	9
2. Objetivos	10
2.1 Objetivos generales	10
2.2 Objetivos específicos	10
3. Marco Teórico	11
3.1 Leña	11
3.2 Tipos de leña	12
3.3 Leña en Chile	13
3.3.1 Sistema Nacional de Certificación de la leña	15
3.4 Consumo de leña en Chile	16
3.4.1 Caracterización del consumo de leña	16
3.5 Estufas a leña	20
3.5.1 Cocina a Leña	20
3.5.2 Chimenea	20
3.5.3 Equipo hechizo	21
3.5.4 Salamandra	21
3.5.5 Cámara simple	21
3.5.6 Cámara doble	22
3.6 Funcionamiento	23
3.7 Emisiones de la combustión	23
3.7.1 Emisiones gaseosas	24
3.7.2 Material particulado	25
3.7.4 Norma chilena de emisiones	26
3.8 Lavado de leña	27
3.8.1 Parámetros relevantes	30
3.9 Propiedades termofísicas de la leña	31
3.9.1 Conductividad térmica	32
3.9.2 Densidad	33
3.9.3 Poder calorífico	34
3.9.4 Punto de inflamación	35
3.9.5 Humedad	35
4. Metodología	36
4.1 Lavado de leña	36
4.1.1 Caracterización de los leños	37
4.1.2 Lavado de leños	37
4.1.3 Filtración	39

4.1.4 Secado	39
4.2 Ensayo de propiedades termofísicas	40
4.2.1 Dimensionamiento de las muestras	40
4.2.2 Ensayos de propiedades	42
4.2.2.1 Conductividad termica	42
4.2.2.2 Densidad	43
4.2.2.3 Humedad	44
4.2.2.4 Poder calorifico inferior	45
4.2.2.4 Poder calorifico superior	46
4.2.2.5 Punto de inflamacion	48
4.3 Instrumentos adicionales utilizados	49
5. Resultados experimentales	53
5.1 Resultados de protocolo de lavado de leña	53
5.2 Resultados de ensayos de propiedades termofísicas	56
6. Conclusiones	59
7. Recomendaciones	60
8. Bibliografía	61
9. Anexos	64
ANEXO A - ASTM D 92-2005	64
ANEXO B - ASTM D 2016-74	69
ANEXO C - ASTM D-240	78
ANEXO D - ASTM D6683	84
ANEXO E : Análisis elemental	88
ANEXO F - RESULTADOS PRELIMINARES DE CONDUCTIVIDAD DEL LAVADO DE EUCALYPTUS GLOBULUS	89
ANEXO G -RESULTADOS PRELIMINARES DE pH DEL LAVADO DE EUCALYPTUS GLOBULUS.	89

Índice de Figuras

Figura 1: Corte transversal de un tronco de árbol	9
Figura 2: Emisiones de material particulado MP2,5 según tipo de fuente y región.....	12
Figura 3: Logo del Sistema nacional de certificación de leña.....	14
Figura 4: Consumo de leña en Chile.....	14
Figura 5: Consumo de leña en Chile.....	14
Figura 6: Tipo de especie consumida por región.....	15
Figura 7: Cantidad de leña consumida de leña nativa y leña exótica.....	16
Figura 8: Precio de los principales combustibles utilizados para calefacción.....	17
Figura 9: Cocina a leña ; Chimenea.....	19
Figura 10: Equipo hechizo; Salamandra.....	20
Figura 11: Cámara doble.....	21
Figura 12: Funcionamiento de un artefacto de combustión- Bosca,Eco380.....	22
Figura 13: Tamaño de material particulado.....	24
Figura 14: Emisiones CO2 en Chile.....	29
Figura 15: Remoción de Azufre y ceniza con diferente tiempo de lavado y temperaturas	30
Figura 16: Remoción de Azufre y ceniza con diferentes relación de sólido-líquido.....	31
Figura 17: Representación de la conductividad térmica en una barra	33
Figura 18: Representación de la densidad de dos líquidos.....	34
Figura 19: Caracterización de un leño.....	38
Figura 20: Silo de maceración.....	39
Figura 21: Silo de maceración con leños y equipo de medición	39
Figura 22: Agua destilada posterior a las 7 semanas de lavado.....	40
Figura 23: Proceso de secado de leños.....	44
Figura 24: Tipos de muestras utilizadas para los ensayos, viruta, cubos, placa.....	42
Figura 25: Lugares de obtención de muestras.....	42
Figura 26: Equipo CENCO.....	43
Figura 27: Muestra de leña para medición de densidad.....	44
Figura 28: Probetas con triplicados de ensayos de densidad.....	45
Figura 29: Horno de secado.....	46
Figura 30: Bomba calorimétrica	47
Figura 31: Calorímetro utilizado para los ensayos.....	48

Figura 32: Equipo para la determinación del poder calorífico superior.....	49
Figura 33: Copa con viruta para ensayo de punto de inflamación.....	50
Figura 34: Equipo probador de punto de inflamación.....	51
Figura 35: Medición de pH y conductividad al agua desionizada.....	56
Figura 36: Izquierda: leños recién ingresados al agua; Derecha: Leños sumergidos siete semanas	57
Figura 37: Conductividad eléctrica del agua desionizada durante el ciclo de lavado.....	58
Figura 38: pH del agua desionizada durante el ciclo de lavado.....	59

Índice de Tablas

Tabla 1 : Consumo total de leña por región.....	15
Tabla 2 : Penetración de la leña según usos y regiones.....	16
Tabla 3 : Distribución del consumo por especie en el sector residencial.....	17
Tabla 4 : Uso de artefacto a leña por región en el sector residencial.....	20
Tabla 5 : Grupos pertenecientes a los VOC.....	22
Tabla 6 : Perfil Químico de los VOC.....	24
Tabla 7 : Límites máximos de emisión de material particulado.....	27
Tabla 8 : Lavados de diferentes biomásas en agua.....	27
Tabla 9 : Remoción en lavados de diferentes biomásas.....	31
Tabla 10 : Conductividad térmica de materiales.....	34
Tabla 11 : Poder calorífico superior e inferior de combustibles.....	34
Tabla 12 : Análisis elemental de leños de Eucalyptus globulus.....	36
Tabla 13 : Masa y humedad de leños utilizados.....	37
Tabla 14 : Condiciones iniciales agua desionizada.....	55
Tabla 15 : Conductividad inicial y final del agua desionizada.....	56
Tabla 16 : Conductividades térmicas de leñas con y sin lavado	59
Tabla 17 : Poderes caloríficos superior e inferior de leñas con y sin lavado.....	59
Tabla 18 : Densidades y puntos de inflamación de leñas con y sin lavado	60

1. Introducción

El consumo de leña en Chile a lo largo del tiempo ha presentado un aumento sostenido, su principal uso corresponde a la calefacción. El consumo de leña dentro del país es mayor en el sur de Chile ya que existe un clima más frío, si bien en las zonas extremas existen menores temperaturas no existe una densidad poblacional grande, por lo cual el consumo total es menor. Las regiones del país con mayor consumo corresponden a la Araucanía, Los Lagos y BioBío.

La madera es una de las fuentes de energía más importante en el mundo, esta proporciona más del 6% del suministro total de energía primaria a nivel mundial según la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y Agricultura en el año 2019. (FAO, 2019)

En Chile el problema radica en la gran cantidad de ciudades que se encuentran entre las más contaminadas de latinoamérica, según el Reporte 2018 de Calidad de Aire Urbano de la Organización mundial de la salud, exponiéndose a concentraciones muy altas de material particulado, debido al uso de leña no certificada para el uso residencial, la que contiene una humedad por sobre la permitida. Al tener un nivel de humedad superior al 25% esta favorece las emisiones de la combustión.

La Combustión Residencial de Leña, pese a prestar un servicio energético considerado como renovable y de alta disponibilidad, corresponde a una importante fuente de contaminación atmosférica en gran parte del mundo debido a la elevada emisión de contaminantes en fase gaseosa (CO₂, CO, SO₂, NO_x, entre otros) y fase partícula (MP₁₀, MP_{2,5} y MP_{1,0}). Este problema tiene un impacto local y global no solo afecta a la salud de los seres humanos, sino también contribuye al fenómeno del calentamiento global. En este contexto, la contaminación del aire es uno de los principales problemas ambientales en Chile.

Es por esto que la presente investigación tiene como fin mitigar las emisiones de contaminantes al ambiente, mediante el desarrollo de un protocolo de lavado de leña.

También se analizaran las propiedades termofísicas de los leños lavados con el protocolo, para conocer si existe variación en estas respecto a un leño sin lavar.

2. Objetivos

2.1 Objetivos generales

En el marco del proyecto de FONDEF-IDEA código ID20I10319 denominado “Innovador prototipo de calefacción residencial integrado al pretratamiento de lavado de leña para la mitigación de contaminantes atmosféricos: carbono negro, material particulado y gases de combustión”, y en colaboración con la empresa Bosques del Norte, el objetivo general del presente trabajo de título consiste en desarrollar un procedimiento de pretratamiento de lavado de leña para evaluar el efecto en las propiedades termo-físicas.

2.2 Objetivos específicos

1. Revisión del estado del arte de metodologías de lavado de leña.
2. Desarrollar un procedimiento de pretratamiento de lavado de leña.
3. Analizar las propiedades termofísicas de leña con y sin pretratamiento.
4. Evaluar comparativamente los efectos del pretratamiento.

3. Marco Teórico

3.1 Leña

La biomasa se define como la materia orgánica renovable de origen vegetal o animal, que se obtiene de manera directa o como producto de su procesamiento. La leña es un tipo de biomasa constituida por una porción de madera en bruto, de tronco, ramas y otras partes de árboles y arbustos, que pueden ser utilizados como combustible sólido[1].

La madera es un material anisotrópico, producido en el tronco y ramas de árboles y arbustos, los cuales poseen dos mecanismos de crecimiento: el primario, asociado a la elongación del tronco y las ramas, y el secundario, responsable del ensanchamiento de la planta a través de la formación de madera.

Haciendo un corte transversal en el tronco de un árbol, se pueden distinguir las siguientes partes, tal como se indica en la Figura 1.

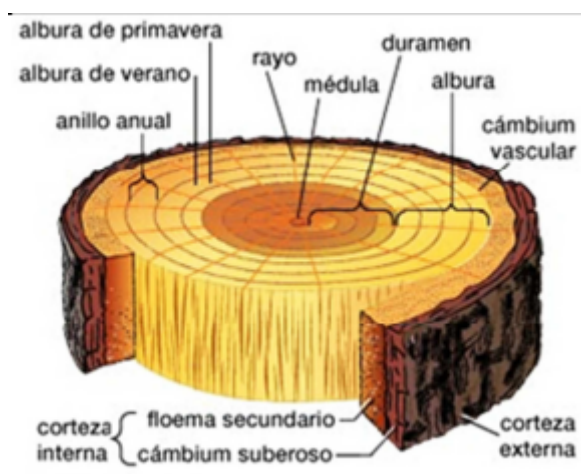


Figura 1: Corte transversal de un tronco de árbol

Corteza: Corresponde a la capa exterior del tronco del árbol que actúa como protector de los demás tejidos frente a los agentes invasores y agresiones medioambientales.

Cámbium: Es una capa fina que sigue a la corteza y constituye la base del crecimiento en espesor del árbol. Está formada por células de paredes delgadas que generan en la parte interna del árbol el xilema, que pasa a constituir su madera, además del floema, ubicado en la parte externa encargado de transportar los productos de la fotosíntesis elaborados por las hojas hacia el resto de la planta.

Alburno: Constituye la madera de la sección externa del tronco, siendo la zona más viva, saturada de savia y sustancias orgánicas. Alberga a la parte joven de la madera, correspondiente a los últimos ciclos de crecimiento del árbol, la cual con el tiempo se transforma en duramen.

Duramen o corazón: Es madera de la parte interna del tronco, formada por tejidos que han alcanzado su máximo desarrollo y resistencia, por lo cual es muy consistente, dura y seca. Su función es sostener a la planta y es la más apropiada para la obtención y uso de la madera.

Médula: Es la zona central del tronco, de diámetro muy pequeño, constituida por tejido flojo y poroso, originada por el crecimiento primario de la planta. Es de color oscuro y no circula sabia por ella, además de que posee escasa resistencia por lo que es desechada en los procesos de elaboración de la madera. Alrededor de la médula, se van formando progresivamente anillos de crecimiento, los cuales representan la edad del árbol.

3.2 Tipos de leña

Los tipos de leña se diferencian por el árbol de origen y estos se pueden clasificar en leña blanda y leña dura.

Leña blanda: Corresponde a madera producida por las coníferas y otros árboles de hoja perenne y crecimiento rápido, cuya principal ventaja es su ligereza, anatomía más simple y menor precio. Se caracterizan por ser maderas resinosas, con una superficie lisa, mecánicamente más blandas que las maderas duras por lo que se sierran con facilidad. Tiene una vida útil menor que las maderas duras, menor atractivo estético por la falta de vetas y produce más astillas en su procesamiento. Dentro de este tipo de leña se encuentra el Pino, el Cedro y el Álamo[2].

Leña dura: Es la madera producida por las angiospermas, árboles de hoja caduca y crecimiento lento, que incluso pueden demorar siglos en alcanzar su madurez. Se caracterizan por tener vasos largos y continuados a lo largo del tronco, resistencia a grandes desgastes y agentes climáticos, además de un acabado superficial decorativo mejor que el de las maderas blandas. Dentro de este tipo de leña se encuentra el Roble, Olmo y Eucaliptus.[3]

3.3 Leña en Chile

En Chile, este recurso proviene fundamentalmente del bosque nativo con entre un 60 y 70% de la participación en la demanda, siendo el porcentaje restante cubierto por plantaciones de especies exóticas y matorrales.

El proceso productivo tradicional de leña comprende desde la producción en el bosque hasta su disposición para ser comercializada. A nivel nacional, la extracción de leña de origen nativo está regulada por el decreto de Ley N° 701 (1974), el cual establece la obligatoriedad de contar con Plan de Manejo para la intervención de los bosques con el objetivo de fomentar el uso racional del recurso y asegurar la reposición, preservación, mejoramiento y acrecentamiento de dichos recursos y su ecosistema. La extracción puede ser realizada de forma manual o mecanizada, siendo las intervenciones más utilizadas el raleo y la extracción selectiva. Luego de que el árbol es volteado, se procede a su trozado y desrame para posteriormente transportarlo hasta una cancha donde se fracciona y almacena al aire libre, con las dimensiones de leña, dando inicio al secado. Pasado unos meses, el producto es comercializado y distribuido hasta llegar al usuario final. Todo el proceso está afecto a optar a una certificación voluntaria que acredita el origen y calidad del combustible a comercializar.[4]

En Chile más de la mitad de sus habitantes están expuestos a concentraciones de material particulado fino (MP_{2,5}) por sobre los límites recomendados por la Organización Mundial de la Salud (OMS), llegando a la situación que nueve de las quince ciudades más contaminadas por MP_{2,5} de América Latina están en el centro y sur del país[5] (IQ Air, 2018). En este contexto, se ha prestado atención a la principal fuente emisora causante de la contaminación atmosférica en la zona centro sur del país: el consumo de leña residencial.

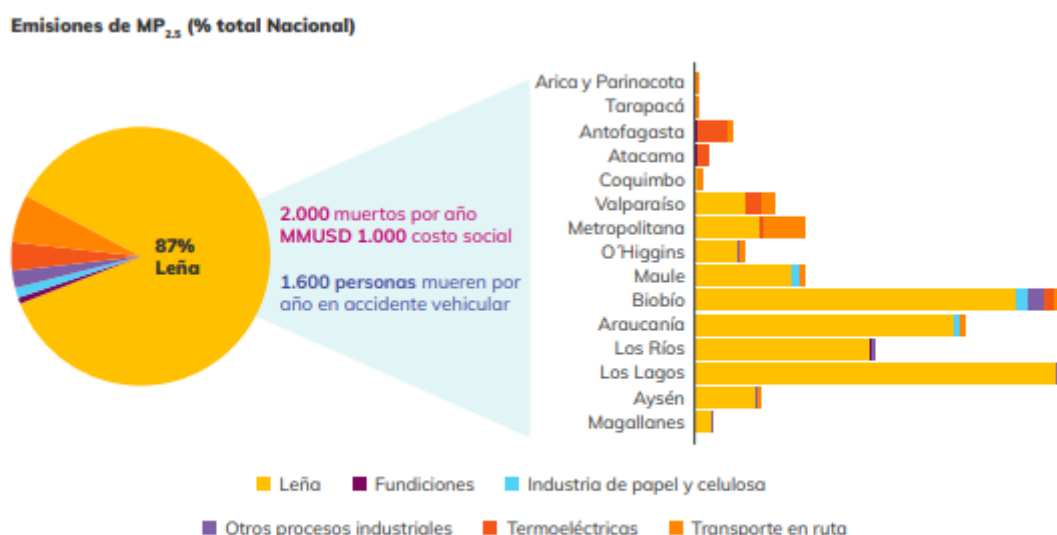


Figura 2: Emisiones de material particulado MP_{2,5} según tipo de fuente y región
Fuente ministerio de energía 2019

El mercado de la leña considerando sus intercambios de producción, distribución, comercialización y consumo muestra una alta informalidad, lo que dificulta su intervención o auto regulación mediante mecanismos estatales o de mercado.

En lo que respecta a los Planes de Descontaminación Atmosférica (PDA), si bien se elabora un plan específico para cada ciudad, todos comparten un conjunto de medidas similares, impulsadas de forma intersectorial, considerando al Ministerio de Vivienda y Urbanismo, Salud, Medio Ambiente y Energía, considerando:

- Programa de Recambio de calefactores: Contempla el recambio de calefactores a través de un subsidio de transferencia tecnológica, que entrega calefactores a pellet, gas o parafina contra entrega del calefactor o cocina a leña antigua. Si bien en un comienzo el Programa contemplaba la entrega de calefactores a leña certificados, actualmente solo contempla artefactos a pellet, parafina y gas. Es gestionado por el Ministerio del Medio Ambiente.
- Prohibición de uso de calefactores contaminantes: Medida que prohíbe de forma gradual el uso de calefactores con tecnologías antiguas y que no se encuentran certificadas. Esta indicación busca permitir que sólo puedan utilizarse artefactos que cumplan con la norma técnica. Además, se establece que la fiscalización del cumplimiento de esta norma estará a cargo de la Secretaría Regional Ministerial (SEREMI) de Salud respectiva.
- Programa de Mejoramiento térmico de la vivienda: Subsidio para el acondicionamiento térmico de viviendas pertenecientes a sectores medios y bajos, con un estándar de normativa térmica que es específico para los territorios con PDA. Se gestiona a través del Programa de Protección al Patrimonio Familiar (PPPF) del Ministerio de Vivienda y Urbanismo.
- Regulación de productores de Leña: Regulación orientada a mejorar la calidad de la leña que se oferta a través de medidas como la prohibición de la venta de leña húmeda a través de Ordenanzas municipales (esto es, aquella leña más de 25% de humedad) y la construcción de centros para el acopio de leña seca. Estas medidas son gestionadas a través del Ministerio de Energía.
- Gestión de Episodios Críticos: Herramienta que permite establecer limitaciones y regulaciones sobre el comportamiento de la ciudad. Se regula actividad física y presencia de humos visibles entre otras cosas. Seremis de Salud están a cargo de fiscalizar el cumplimiento del plan operativo para la Gestión de Episodios Críticos
- Educación ambiental: Busca la generación de programas y actividades para mejorar la educación y difusión a la comunidad respecto de la contaminación atmosférica y sus impactos asociados . Es gestionado por el Ministerio del Medio Ambiente.[5][6]

3.3.1 Sistema Nacional de Certificación de la leña

El Sistema Nacional de Certificación de la leña (SNCL) se origina desde la sociedad civil como una instancia normativa de coordinación multisectorial con participación de entes públicos y privados que generan una “dinámica de institucionalización” en torno al mercado de la leña. Busca fijar un estándar centrado en la calidad y origen de la leña para su comercialización, orientado a generar un equilibrio entre un mercado formal, diferenciado y con valor agregado para la rentabilidad del manejo forestal y los principios de conservación del bosque nativo y el cumplimiento de las leyes ambientales y laborales y los derechos del consumidor.

En agosto de 2020, el SNCL traspasó su estructura al Ministerio de Energía, específicamente a la Agencia de Sostenibilidad Energética. La primera iniciativa realizada en el contexto de este traspaso es la creación del Sello de Calidad de Leña para los productores de las regiones de O’Higgins, Maule, Biobío, Ñuble, La Araucanía, Los Ríos, Los Lagos y Aysén. Para estos productores, la obtención de este sello implica la obtención de un certificado del Sello de Calidad de Leña y un galvano de reconocimiento, la evaluación y monitoreo de sus procesos productivos, la participación en distintas instancias de difusión que se desarrollen en torno al tema por parte del Ministerio de Energía y la Agencia de Sostenibilidad Energética y la posibilidad de utilizar el Sello de Calidad de Leña en todo material de difusión. Además, les permitirá estar mejor preparados para cuando el cumplimiento del estándar de calidad de la leña sea obligatorio. Los requisitos para obtener este Sello de Calidad de Leña son: contar con inicio de actividades en un rubro relacionado con la comercialización de leña; cumplir con la legislación forestal vigente en relación con el origen de la leña; comercializar leña seca y que cumpla con las categorías de dimensiones establecidas; y entregar información al consumidor sobre los atributos de la leña que se comercializa.



Figura 3: Logo del Sistema nacional de certificación de leña

3.4 Consumo de leña en Chile

El consumo de leña en Chile a lo largo del tiempo ha presentado un aumento sostenido dentro de sus diferentes usos, dentro de los más comunes está la calefacción y como material de construcción. En la figura 4, se puede observar el aumento del consumo de leña de los últimos 50 años.

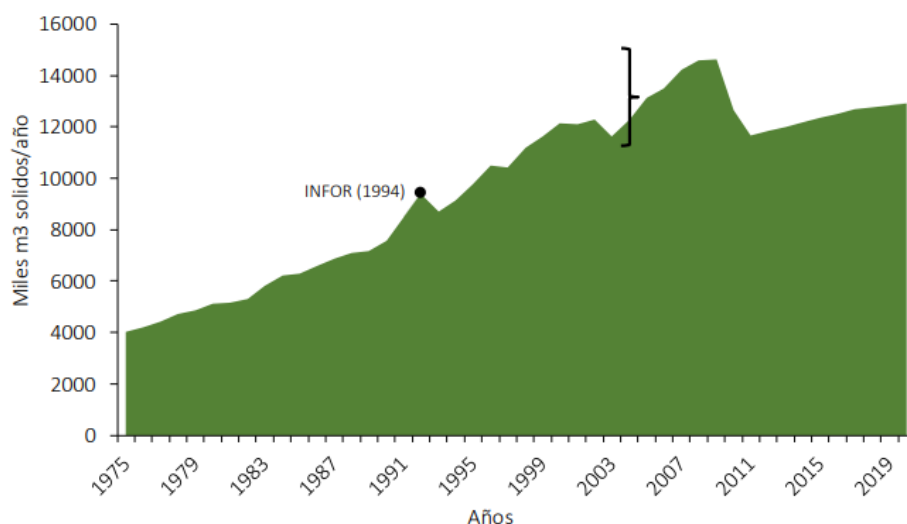


Figura 4: Consumo de leña en Chile
Fuente CDT2015

3.4.1 Caracterización del consumo de leña

Dentro del consumo de leña en Chile este se debe separar por el uso que esta tiene, en el gráfico 5 se puede observar como el uso urbano y rural abarcan el 94 % del uso total en el país en el año 2019.

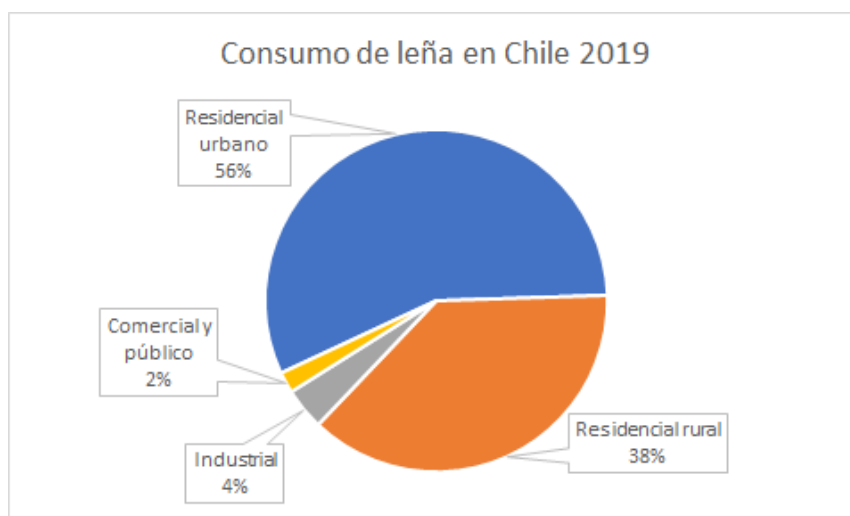


Figura 5: Consumo de leña en Chile
Fuente INFOR2020

El consumo de leña dentro del país tiende a ser mayor en el sur de Chile ya que existe un clima más frío, si bien en las zonas extremas existen menores temperaturas no existe una densidad poblacional grande, por lo cual el consumo total es menor. Como se observa en la gráfica 6, las regiones del país con mayor consumo corresponden a la Araucanía, Los Lagos y BioBío[7].

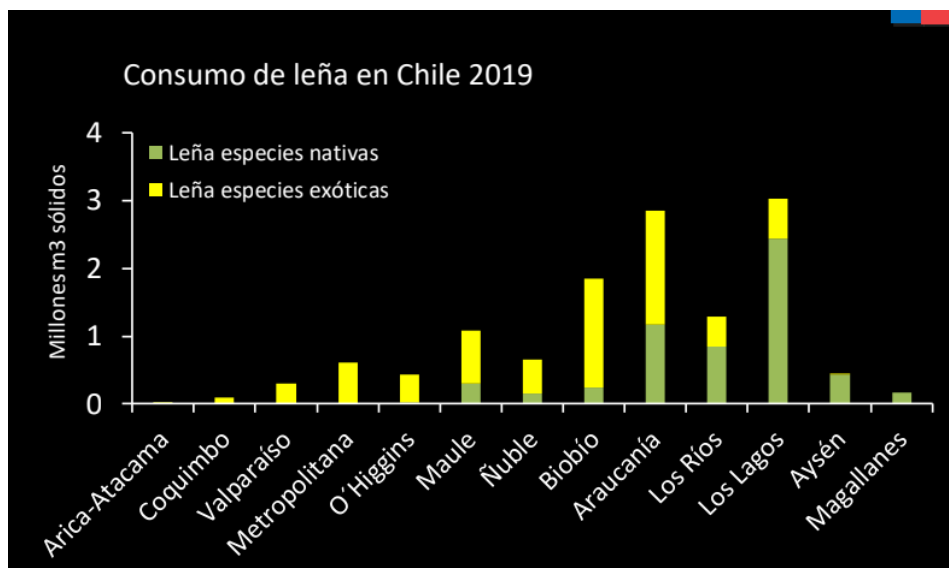


Figura 6: Tipo de especie consumida por región
Fuente INFOR2020

Dentro de las leñas utilizadas para la calefacción se puede separar en leñas de especies nativas o exóticas, donde en los últimos años ha existido un mayor consumo de leñas exóticas donde en su mayor parte corresponde a Eucaliptus Globulus.

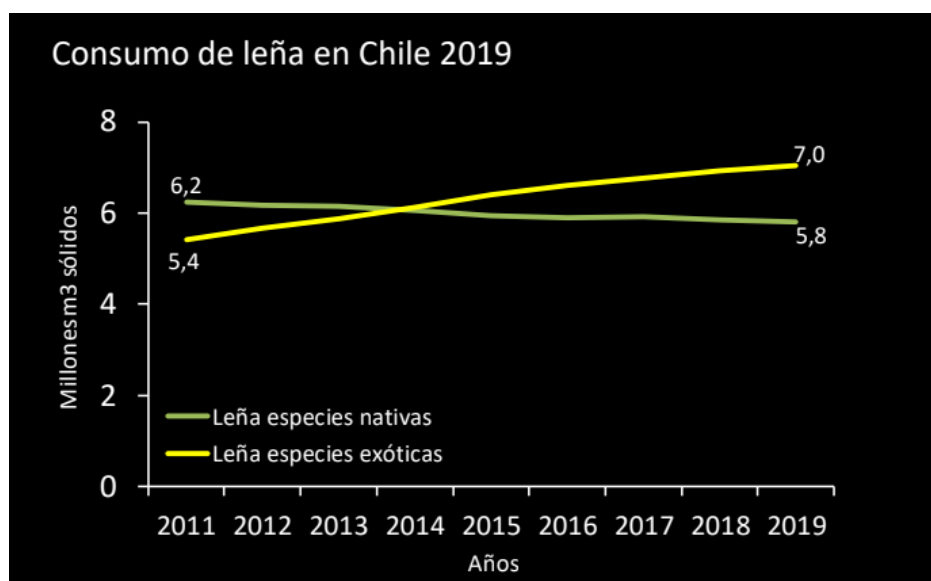


Figura 7: Cantidad de leña consumida de leña nativa y leña exótica
Fuente INFOR2020

En la Tabla 1 se muestra el rango de consumo total de leña a nivel regional en Chile. Los resultados se encuentran actualizados al año 2017, considerando el consumo de leña promedio por vivienda proveniente de la encuesta CENSO, ponderado por el porcentaje de hogares que consumen leña (factor de penetración) en dicha región reportado en la CASEN 2017 y el número total de viviendas en la región según el CENSO 2017.

Tabla 1 : Consumo total de leña por región (Mst)
Fuente: Casen 2017

Región	FP	Número de viviendas	Consumo Inferior	Consumo Superior	Fuente límite superior
RM	4,57%	2.378.490	281.940	326.446	UACH(2013)
O'Higgins	47,7%	354.324	591.112	683.149	Reyes et al.(2020)
Maule	61,1%	411.211	879.875	1.806.887	Reyes et al. (2018)
Biobío	66,6%	768.162	2.813.436	4.495.239	INFOR(2019)
Araucanía	85,8%	381.170	2.517.281	4.714.219	INFOR(2019)
Los Ríos	89,6%	153.990	1.945.422	1.961.807	Reyes (2017)
Los Lagos	92,2%	332.935	4.235.207	5.647.570	UACH(2013)
Aysén	94,7%	44.726	741.196	1.364.923	UACH(2013)
Magallanes	1,6%	65.641	19.071	29.964	UACH(2013)
Total³⁷	69,5%	4.890.649	14.024.541	21.030.204	

La diferencia reportada por las distintas fuentes es sorprendentemente grande, donde para algunas regiones el límite superior casi duplica al límite inferior. Mediante este reporte se confirma, por tanto, la gran incertidumbre que existe en Chile acerca de la leña y la magnitud del fenómeno, cuestión que dificulta la adopción de políticas públicas efectivas.

Según la encuesta realizada en Chile por CASEN del año 2017 se puede observar en la Tabla 2, que existe un gran porcentaje de hogares que utilizan la leña como forma de calefacción, también de forma considerable se encuentra la leña como medio para cocinar[8].

Tabla 2 : Penetración de la leña según usos y región
Fuente: Casen 2017

Región	Calefacción	Cocina	Agua Caliente Sanitaria
O'Higgins	46,93%	2,28%	1,09%
Maule	61,43%	4,92%	2,13%
Biobío	67,19%	7,31%	1,78%
Araucanía	87,07%	34,47%	17,77%
Los Ríos	90,28%	36,52%	13,62%
Los Lagos	88,81%	36,05%	14,18%
Aysén	87,40%	30,63%	14,39%

El precio es un factor relevante al momento de seleccionar una forma de calefacción, como señala el Ministerio de Energía, se puede observar en el gráfico 8 como el costo de la leña es bajo respecto a otros combustibles.

La diferencia abismal entre los precios de mercado de los distintos energéticos se traduce en una baja sensibilidad al precio de este combustible por la falta de sustitutos competitivos.[9]

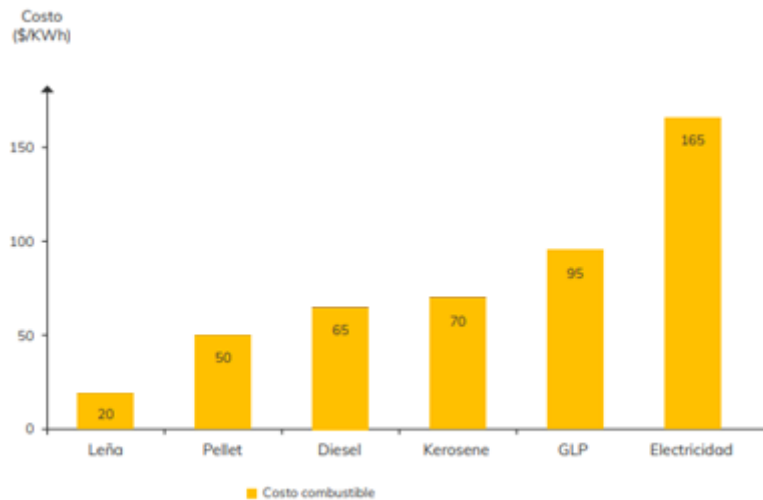


Figura 8: Precio de los principales combustibles utilizados para calefacción
Fuente Ministerio de Energía(2019)

Dentro del país se consumen diferentes tipos de leña, una gran parte elige la leña más común en su zona geográfica. A continuación se muestra el consumo de los diferentes tipos de leña en el país.

Tabla 3 : Distribución del consumo por especie en el sector residencial
Fuente: Infonor2020

Especie	m3 st/año
EUCALIPTO	2.791.948
ROBLE O HUALLE	2.753.038
NATIVA	1.416.268
AROMO	934.577
PINO	830.105
ULMO	701.063
LUMA	553.270
TEPU	437.725
LENGA	423.735
FRUTALES	287.253
COIGÜE	206.957
ESPINO	136.267
ALAMO	127.857
ÑIRRE	110.715
EXOTICA	37.172
RAULÍ	12.701
LINGUE	10.022
Total	11.770.675

3.5 Estufas a leña

Las estufas a leña aprovechan la energía proveniente de la biomasa, la madera es una fuente de energía renovable, siempre que su obtención se haga bajo unas condiciones sostenibles de tala y replantación.

Su funcionamiento es relativamente sencillo: el calor se obtiene mediante la quema o combustión de leños de madera en el hogar de la estufa que, según su diseño y el material del que esté fabricada, puede emitir calor por radiación y/o por convección.

A la hora de decidirse por una estufa de pellets o una estufa de leña siempre hay que tener en cuenta varios factores como el poder calorífico que genera cada una, el ahorro económico, el aspecto ecológico y medioambiental, la estética de la estufa, la salida de humos y el ruido o el almacenamiento del combustible.

3.5.1 Cocina a Leña

Este tipo de cocinas incluyen un sistema de combustión a base de madera, esta debe ser depositada en un contenedor especial en la parte inferior de la cocina, que cuentan con entradas y salidas de aire que permiten el avivamiento del fuego.

Las cocinas a leña tienen tanto la función de cocinar alimentos como de calefaccionar el hogar.[10]

3.5.2 Chimenea

Son calefactores que se instalan o bien se construyen con ladrillos refractarios a pedido. Se caracterizan por tener cámaras de combustión de un gran volumen, pueden o no tener compuerta para introducir la leña, por lo que puede presentar un hogar abierto para la combustión. [11]



Figura 9: Izquierda: Cocina a leña ; Derecha : Chimenea

3.5.3 Equipo hechizo

Corresponde a los equipos de calefacción domiciliaria que no son elaborados en fábricas, sino que se ha sido hecho de forma rudimentaria en casa. Estos no presentan una forma estándar ya que cada persona puede hacerlo a su gusto o bajo sus conocimientos.

3.5.4 Salamandra

Las estufas tipo salamandra generalmente están fabricadas de hierro fundido y resultan más robustas, duran más años en perfecto estado por su alta resistencia al calor. El hierro fundido es un material con una inercia muy alta por lo que tardan más en calentarse, pero una vez calientes, el calor perdura mucho tiempo una vez apagada la estufa.



Figura 10: Izquierda: Equipo hechizo; Derecha :Salamandra

3.5.5 Cámara simple

Las estufas de cámara simple están fabricadas de planchas de acero y tienen una estructura ligera por lo que su inercia es menor. Esto significa que se calientan más rápidamente pero también se enfrían de manera rápida luego de finalizada la combustión. Este tipo de estufas suelen tener un material refractario en el interior del hogar para amplificar su capacidad calorífica y su inercia (como la vermiculita o la cerámica).

3.5.6 Cámara doble

Las estufas de doble combustión que optimizan su rendimiento y reducen las emisiones al utilizar también el calor de los gases generados en una segunda combustión que se realiza en una segunda cámara por lo que consigue rendimientos de hasta el 80%. [12]



Figura 11: Cámara doble

A continuación se muestran los tipos de equipos de combustión de leña que son utilizados en las diferentes regiones del país para calefacción residencial.

Tabla 4 : Uso de artefacto a leña por región en el sector residencial
Fuente: Infor2020

Artefactos	REGIÓN											
	ZN	V	RM	VI	VII	VIII	IX	XIV	X	XI	XII	TOTAL
CÁMARA DOBLE	74,9%	43,8%	60,8%	37,0%	56,6%	51,3%	57,6%	44,4%	49,4%	35,8%	48,6%	51,5%
COCINA A LEÑA	10,0%	0,0%	1,4%	11,3%	12,0%	14,7%	18,4%	35,9%	28,6%	38,3%	7,8%	16,6%
SALAMANDRA	2,5%	25,7%	20,6%	26,7%	12,6%	16,6%	10,8%	4,3%	3,0%	1,3%	22,6%	13,5%
CÁMARA SIMPLE	0,0%	19,6%	11,7%	11,1%	8,7%	8,2%	6,4%	10,0%	16,9%	23,7%	21,1%	10,6%
EQUIPO HECHIZO	7,5%	8,8%	4,7%	9,9%	7,1%	6,3%	5,2%	3,4%	1,2%	0,0%	0,0%	5,5%
CHIMENEA	5,0%	2,2%	0,8%	4,1%	3,1%	2,9%	1,7%	1,2%	0,5%	0,6%	0,0%	2,2%
CALDERA A LEÑA	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,8%	0,4%	0,3%	0,0%	0,1%
TOTAL	42.017	100.835	145.870	165.372	234.279	459.243	292.255	133.164	254.569	38.505	7.694	1.873.804

3.6 Funcionamiento

Dentro del artefacto de combustión, en la cámara de combustión ocurre una reacción química que se produce entre el oxígeno que ingresa y el combustible que se encuentra en interior de la cámara de combustión, en este caso el combustible es la leña. Para que se mantenga siempre debe haber oxígeno, combustible y una temperatura adecuada, si una de estos componentes falta el proceso finaliza.[13]

Dependiendo del artefacto y de su configuración variará el lugar y forma de entrada de aire para la combustión. Pudiendo contar con ingresos de aire primario como aire secundario, los cuales se pueden apreciar en la figura 12.

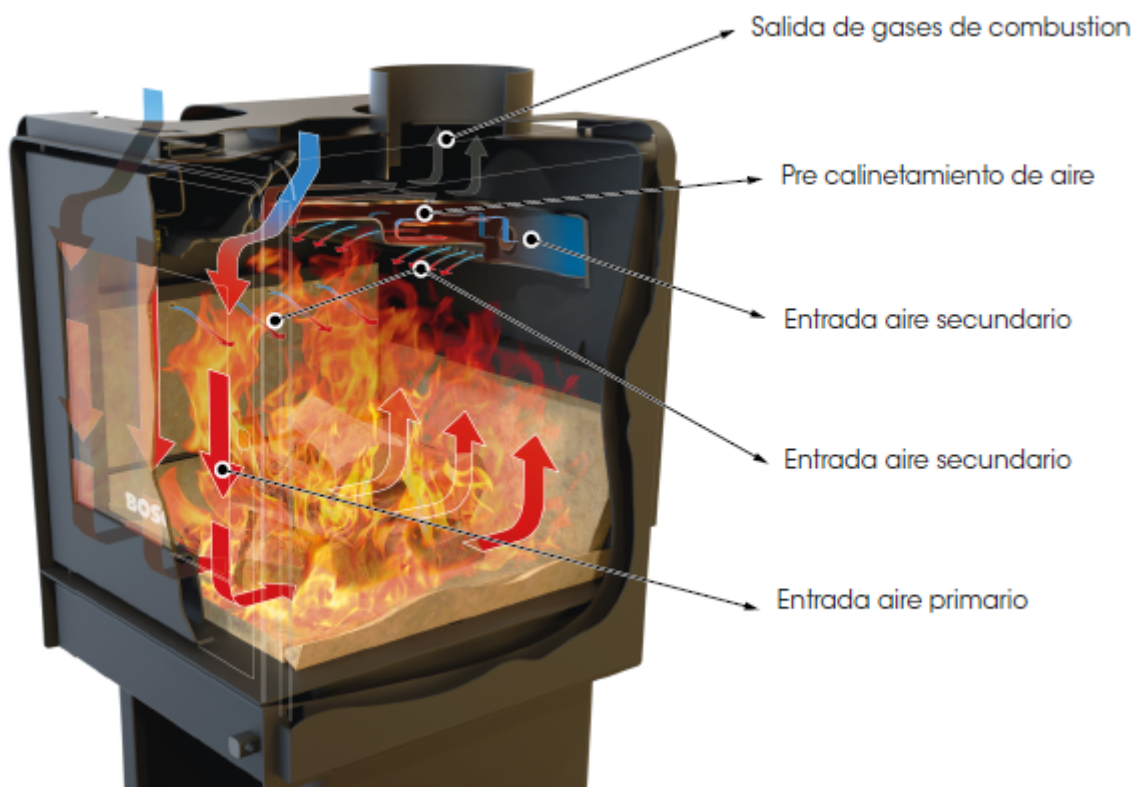


Figura 12: Funcionamiento de un artefacto de combustión- Bosca,Eco380

3.7 Emisiones de la combustión

Dentro de los productos de la combustión de leña se tienen tanto emisiones gaseosas como sólidas. Estas emisiones dependen de varios factores, como puede ser la humedad de la leña, la cantidad de aire disponible para la combustión, la temperatura en la cámara de combustión y las características del equipo de combustión.

3.7.1 Emisiones gaseosas

Dentro de las principales emisiones se encuentran Dióxido de carbono(CO₂), Monóxido de carbono(CO), Metano(CH₄), Óxidos de nitrógeno(NO_x), Vapor de agua(H₂O), Dióxido de azufre(SO₂). También se encuentran compuestos orgánicos volátiles (VOC) que son todos aquellos hidrocarburos que se presentan en estado gaseoso a la temperatura ambiente normal o que son muy volátiles a dicha temperatura. En la tabla 5 se puede observar los grupos y el porcentaje correspondiente a cada uno.[14]

Tabla 5 : Grupos pertenecientes a los VOC

Fuente: Shuxiao Wang, Characteristics of gaseous pollutants from biofuel-stoves in rural China, 2009

Grupo	Porcentaje en Volumen
Aromáticos	37 [%]
Carbonilos	33 [%]
Alquenos	23 [%]

Los perfiles químicos de VOC emitidos producto de la combustión de biomasa en las estufas en base volumétrica se pueden apreciar en la siguiente tabla.

Tabla 6 : Perfil Químico de los VOC

Fuente: Shuxiao Wang, Characteristics of gaseous pollutants from biofuel-stoves in rural China, 2009

Perfil Químico	Porcentaje en Volumen [%]
Benceno	17,3 ± 8,1
Propileno	11,3 ± 3,5
Acetona	10,8 ± 8,2
Tolueno	7,3 ± 5,7
Acetaldehído	6,5 ± 7,3

Estas emisiones dependen de el artefacto de combustión, ya que en distintos equipos de combustión se generacion distintas reacciones y poseen distintos volúmenes de cámara de combustión, como de la biomasa combustionada que no siempre se encuentra del mismo tamaño o de la misma humedad y las condiciones ambientales.[15]

3.7.2 Material particulado

Se denomina material particulado a una mezcla de partículas líquidas y sólidas, de sustancias orgánicas e inorgánicas, que se encuentran en suspensión en el aire. El material particulado forma parte de la contaminación del aire. Su composición es muy variada y podemos encontrar, entre sus principales componentes, sulfatos, nitratos, amoníaco, el cloruro sódico, el carbón, el polvo de minerales, cenizas metálicas y agua. Dichas partículas además producen reacciones químicas en el aire.

Se cataloga en función de su tamaño y, en el ámbito de la calidad del aire, hablamos de partículas MP₁₀, que serían las de mayor tamaño, cuya diámetro aerodinámico teórico sería de 10 µm (micrones de metro = millonésima parte del metro) y las partículas finas conocidas como MP_{2.5} cuyo diámetro sería de 2.5 µm. [16]

- PM₁₀: partículas inhalables que tienen diámetros de, por lo general, 10 micrómetros y menores.
- PM_{2,5}: partículas inhalables finas que tienen diámetros de, por lo general, 2,5 micrómetros y menores.
- PM_{1,0}: partículas inhalables que tienen diámetros de, por lo general, 1 micrómetros y menores. [17]

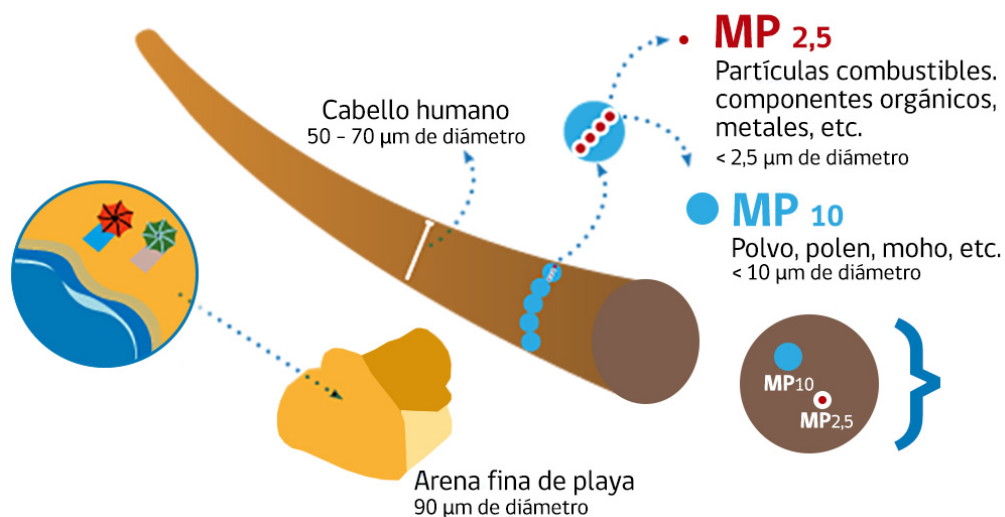


Figura 13: Tamaño de material particulado

Dentro de estos contaminantes, el material particulado es uno de los que genera mayores efectos en la salud, en especial el PM_{2,5} y el PM_{1,0} (material particulado de diámetro menor a dos micras), pues son partículas muy pequeñas que llegan por el tracto respiratorio hasta los alvéolos, siendo causantes de enfermedades respiratorias como el EPOC y la bronquitis.

3.7.4 Norma chilena de emisiones

- NORMA DE EMISIÓN DE MATERIAL PARTICULADO, PARA LOS ARTEFACTOS QUE COMBUSTIONAN O PUEDAN COMBUSTIONAR LEÑA Y PELLET DE MADERA (DS N°39) [18]

La presente norma se aplica a artefactos nuevos de una potencia menor o igual a 25 kW, que se comercialicen en el país, con posterioridad a la fecha de entrada en vigencia del presente decreto.

Los calefactores nuevos que combustionan o pueden combustionar leña o pellet de madera, deberán cumplir con los siguientes límites máximos de emisión de material particulado:

Tabla 7 : Límites máximos de emisión de material particulado
Fuente: Decreto supremo N°39

Potencia Térmica Nominal (kW)	Emisión de MP (gr/h)
Menor o igual a 8	2,5
Mayor a 8 y menor o igual a 14	3,5
Mayor a 14 y menor o igual a 25	4,5

- Decreto Supremo N°12/11 del Ministerio del Medio Ambiente. Norma Primaria de Calidad Ambiental para Material Particulado Fino Respirable MP 2,5.

Como toda norma de calidad primaria, el Decreto Supremo N°12/11 del Ministerio del Medio Ambiente (“DS 12/11 del MMA”) establece los valores máximos de las concentraciones de un contaminante medidos en el medio ambiente, con el objeto de proteger la vida y salud de las personas. En el presente caso, el contaminante regulado es el Material Particulado Fino Respirable, es decir, aquél cuyo diámetro aerodinámico es menor o igual a 2,5 micrones (MP 2,5).

El MP 2,5 corresponde a la fracción fina del material particulado, partículas inhalables lo suficientemente pequeñas como para penetrar en vías respiratorias hasta llegar a los pulmones y alvéolos. Las principales fuentes emisoras de MP 2,5 son los automóviles, buses y camiones, plantas termoeléctricas, calderas, procesos industriales, hornos, fundiciones, procesos metalúrgicos, la combustión de biomasa, la calefacción a leña, las quemas agrícolas y las emisiones de amonio de las operaciones agrícolas.

El DS 12/11 del MMA establece que la norma primaria de calidad del aire para material particulado fino es veinte microgramos por metro cúbico (20 µg/m³) como concentración anual y cincuenta microgramos por metro cúbico (50 µg/m³), como concentración de 24 horas.[19]

- **DECRETO 59** ESTABLECE NORMA DE CALIDAD PRIMARIA PARA MATERIAL PARTICULADO RESPIRABLE MP10, EN ESPECIAL DE LOS VALORES QUE DEFINEN SITUACIONES DE EMERGENCIA

3.8 Lavado de leña

El lavado de biomasa corresponde a un método para reducir la concentración de elementos clave antes de que la biomasa se combustione, esto con el fin de mitigar los problemas de cenizas y emisiones. Este procedimiento consta de sumergir la biomasa en un disolvente, con una proporción de leña-disolvente determinada, así también el tiempo de inmersión que se estará la biomasa en el disolvente. El lavado también puede incluir ciclos de lavados, que se llaman así dado que en cada ciclo se cambia el disolvente por uno nuevo. La temperatura a la cual se encuentra el disolvente junto con la biomasa también es relevante para el proceso, por lo que se puede determinar la temperatura óptima para el proceso

Se ha demostrado en estudios que el pretratamiento de lavado de biomasa reduce la deposición de cenizas y las emisiones a la atmósfera.[20]

El lavado elimina de la biomasa las especies químicas problemáticas como el potasio(K) Sodio(Na), Calcio(Ca), Magnesio(Mg), Hierro(Fe), Cloro(Cl), Azufre(S) y Fósforo(P).

La eliminación de S y Cl reduce la formación de gases ácidos y, por tanto, la corrosión en las calderas y el impacto medioambiental asociado.

Los elementos inorgánicos de la biomasa pueden clasificarse en cuatro grupos:

1. Sales disueltas que se precipitan durante el proceso de secado e incluyen los aniones y cationes disueltos en los fluidos de la planta, típicamente: K^+ , Cl^- , Na^+ , Ca^{2+} , $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} , SO_4^{2-} . Estas sales pueden ser disueltas y eliminadas durante el lavado con agua.

2. Materia ligada orgánicamente que son principalmente cationes metálicos que están asociados a los polímeros orgánicos e incluyen K, Na, Mn, Ca, Mg, Fe y Al.

El azufre y el nitrógeno se asocian a la materia orgánica a través de enlaces covalentes, como por ejemplo, el agua de mar.

3. Los minerales incluidos son los que se depositan de forma natural durante el crecimiento de la planta. Incluyen sílice y diferentes oxalatos de calcio.

4. Minerales excluidos que provienen del suelo y de partículas extrañas adheridas a la biomasa. Esta categoría también incluye los contaminantes asociados a los residuos de madera, que pueden incluir PVC, pinturas, colas y conservantes. Los elementos inorgánicos asociados a estos contaminantes tienen una solubilidad variable según su forma.[20]

Dentro de los compuestos orgánicos que son removidos durante el lavado se encuentran Fenoles, lignanos, flavonoides, taninos y azúcares. Los cuales forman parte de la estructura de la madera. Dichos compuestos, se encuentran presentes en la madera al momento de combustión, reaccionan favoreciendo la formación de aerosoles orgánicos secundarios, aumentando así la emisión de material particulado atmosférico. Por tanto, resulta de gran interés la extracción de este tipo de compuesto previo a la combustión del leño. Dentro de estos compuestos se encuentran: [21]

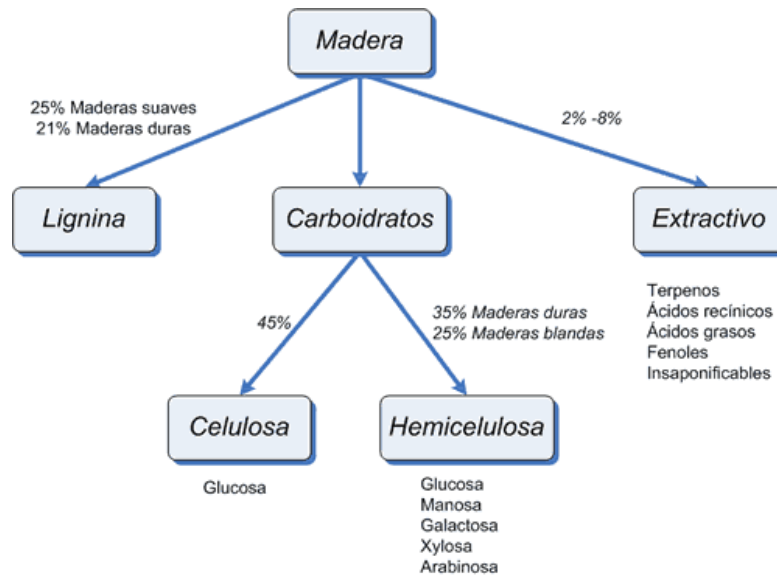


Figura 14: Estructura de la madera.

Según estudios previos como el realizado por A. Saadawi [22] donde realizó un lavado de biomasa con agua, durante un periodo de 20 horas a temperatura ambiente. En la tabla 8 se pueden ver los resultados que se obtuvieron en el lavado.

Tabla 8 : Lavados de diferentes biomásas en agua
Fuente: Saadawi et al, 2012

Biomasa	Especies	Solvente	Temperatura, tiempo	Tamaño	% Removido
Sauce	Na, K, Ca, Mg, P, S, Cl	Agua	Temperatura ambiente, 20 h	2-4 cm chip	30% Na, 46% K 14% Mg, 3% Ca 56%PO ₄ , 10%SO ₄
Eucalyptus	Na, K, Ca, Mg, P, S, Cl	Agua	Temperatura ambiente, 20 h	2-4 cm chip	60% Na, 45% K 18% Mg, 4% Ca 27%PO ₄ , 8%SO ₄
Miscanto	Na, K, Ca, Mg, P, S, Cl	Agua	Temperatura ambiente, 20 h	1-3 cm chip	53% Na, 62% K 56% Mg, 19% Ca 49%PO ₄ , 3,3%SO ₄
Paja de trigo	Na, K, Ca, Mg, P, S, Cl	Agua	Temperatura ambiente, 20 h	1-3 cm chip	92% Na, 54% K 32% Mg, 12% Ca 2%PO ₄ , 21%SO ₄

Un estudio de Lei Deng [23] donde realiza diferentes lavados de biomasa durante 3 horas, a temperaturas de 30, 60, 90 [°C]. Estos se realizan con agua como disolvente, y los tamaños de las muestras están en el rango de 280-450 [µm]. Los resultados de este estudio se pueden apreciar en la tabla 9.

Tabla 9 : Remoción en lavados de diferentes biomosas
Fuente: Deng et al.2013

Biomasa	% Remoción
Paja de trigo	La remoción de cenizas aumenta con la temperatura del agua (de 55 a 75% de reducción). La eficiencia de remoción de SiO ₂ aumenta con la temperatura del agua (25-65%). Un pequeño beneficio para la remoción de K con T, pero >90 % remoción en todas las temperaturas. S 85-95 % remoción, Cl 70-85 % remoción
Paja de arroz	La eliminación de cenizas aumenta con la temperatura del agua (de 20 a 40% de reducción). La eficiencia de eliminación de SiO ₂ aumenta con la temperatura del agua (2-30%). Un pequeño beneficio para la eliminación de K con T, pero >86 % eliminado en todas las temperaturas. S 90-95 % eliminado, Cl >90 % eliminado a todas las temperaturas.
Tallo de maíz	La eliminación de cenizas aumenta con la temperatura del agua (de 60 a 70% de reducción). La eficiencia de eliminación de SiO ₂ aumenta con la temperatura del agua (65-75%). Se observa un beneficio para la eliminación de K con T, pero se elimina >85 % en todas las temperaturas. Pequeño beneficio del agua T para S: >90 % eliminado, Cl 35-58 % eliminado y se observa un efecto negativo de T.
Tallo de algodón	La eliminación de cenizas aumenta con la temperatura del agua (de 20 a 40% de reducción). La eficiencia de eliminación de SiO ₂ aumenta con la temperatura del agua (2-30%). Un pequeño beneficio para la eliminación de K con T, pero >86 % eliminado en todas las temperaturas. S 90-95% eliminado, Cl también mostró un beneficio para agua caliente 85-95% eliminado.
Madera de nogal	La eliminación de cenizas aumenta con la temperatura del agua (de 10 a 30% de reducción). La eficiencia de eliminación de SiO ₂ aumenta con la temperatura del agua (10-30 %). Un gran beneficio para la eliminación de K con T de 70 a 85% de eliminación. S 75% eliminado a todas las temperaturas. Pequeño beneficio del agua caliente para Cl 50e55% eliminado.
Cáscara de arroz	La eliminación de cenizas aumenta ligeramente con la temperatura del agua (de 5 a 10% de reducción). La eficiencia de eliminación de SiO ₂ aumenta ligeramente con la temperatura del agua (5-10%). Se ve un beneficio para la remoción de K con T, de 85% a >90%. S 60-80 % eliminado, Cl 68-85 % eliminado, 60 C fue lo mejor.

3.8.1 Parámetros relevantes

Dentro del lavado de biomasa existen parámetros que influyen en la eficiencia de la remoción. En la literatura y paper de investigación se encuentran los siguientes parámetros relevantes al momento de realizar el lavado de la biomasa.

Parámetros:

- Tiempo de lavado
- Tamaño Biomasa
- Temperatura del disolvente
- Relación líquido-sólido
- Tipo de solvente

- Tiempo de lavado: El tiempo de lavado influye en que a mayor tiempo de inmersión en el disolvente, éste es capaz de remover mayor cantidad de extraíbles.
- Tamaño de biomasa: El tamaño de la materia prima también influye directamente en la eficiencia del tratamiento de lavado, donde la biomasa con menor granulometría tiene una mayor superficie de contacto, por lo que permite una mayor extracción y en menor tiempo[24].
- Temperatura del disolvente: Un aumento en la temperatura del disolvente favorece la remoción de sales, minerales y cenizas desde la biomasa que se está lavando comparado con una temperatura menor del disolvente.

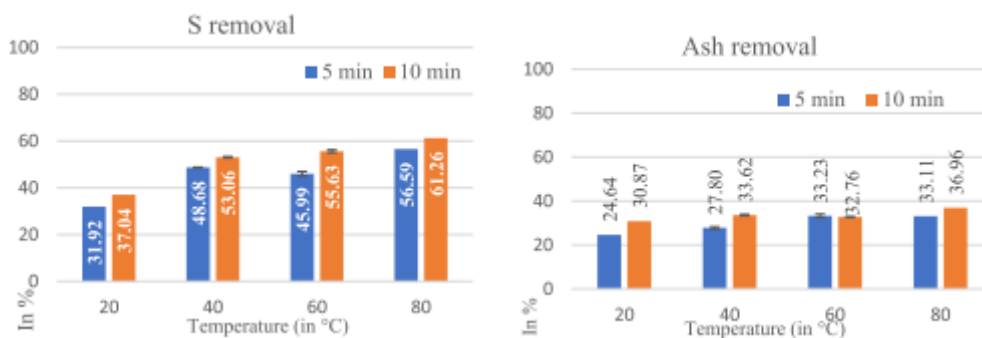


Figura 15: Remoción de Azufre y ceniza con diferente tiempo de lavado y temperaturas

- Relación sólido - líquido: La relación S: L tiene un impacto directo en la eficiencia del lavado de biomasa. Una relación alta de S:L resulta en una eliminación mayor de Cl, S, cenizas y N en comparación con relaciones S: L bajas. Esto debido a que con la misma cantidad de sólido se tiene más líquido disponible[25].

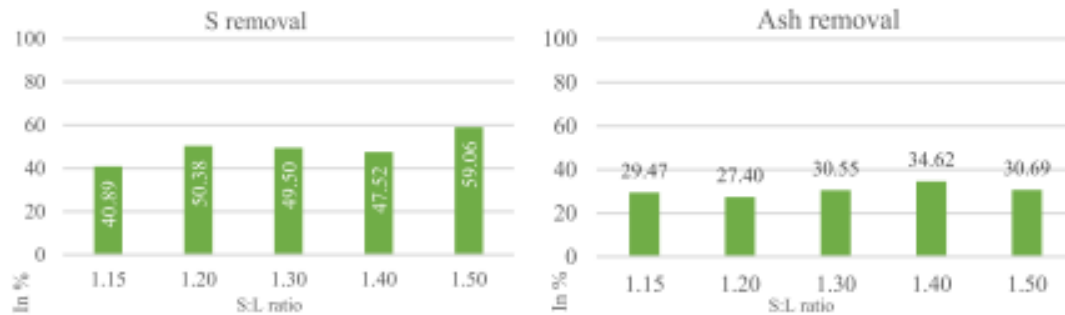


Figura 16: Remoción de Azufre y ceniza con diferentes relación de sólido-líquido

El efecto del tamaño de partícula es más influyente en la tasa de lixiviación y la temperatura muestra un impacto sustancial en la capacidad de lixiviación. Esto significa que las partículas pequeñas pueden filtrarse más rápido, mientras que las altas temperaturas de lavado pueden filtrar más[26].

3.9 Propiedades termofísicas de la leña

Las Propiedades termofísicas de un material incluyen el calor específico, densidad y conductividad térmica. Individualmente, estas propiedades pueden influir en la evaluación del proceso de combustión. Por ejemplo, el calor específico y la densidad son componentes importantes de un balance de masa y energía. La conductividad térmica es la propiedad clave en la cuantificación de la transferencia de energía térmica dentro de un material por conducción[27].

3.9.1 Conductividad térmica

La conductividad térmica es una propiedad física de los materiales que mide la capacidad de conducción de calor, permitiendo el paso de la energía cinética de sus moléculas a otras sustancias adyacentes. Se trata de una magnitud intensiva, inversa a la resistividad térmica. La explicación de este fenómeno radica en que al calentarse un material, sus moléculas aumentan su energía cinética, es decir, incrementan su agitación. Las moléculas, entonces, son capaces de compartir esa extra de energía.

La conductividad térmica de un material se calcula a partir de un coeficiente (λ) y es distinta dependiendo de su naturaleza molecular. Este cálculo se realiza en base a la ecuación 1.

$$\lambda = q/\text{grad.T}$$

Ecuación 1: Fórmula de la conductividad térmica

Cuanto mayor sea la conductividad térmica de un material, mejor conductor del calor resultará, y cuanto menor sea esta propiedad, el material será más aislante del calor. En materiales de construcción, para proporcionar el aislamiento térmico necesarios en las casas se utilizan materiales con baja conductividad térmica.

A continuación en la tabla 10 se muestran los valores de conductividad térmica de diferentes materiales.

Tabla 10 : Conductividad térmica de materiales
Fuente: Material thermal properties database

Material	Conductividad Térmica [W/ m k]
Agua líquida	0,603
Cobre	397,47
Plata	426
Fibra de vidrio	0,176
Hierro	74
Madera de Roble	0,13 - 1,29

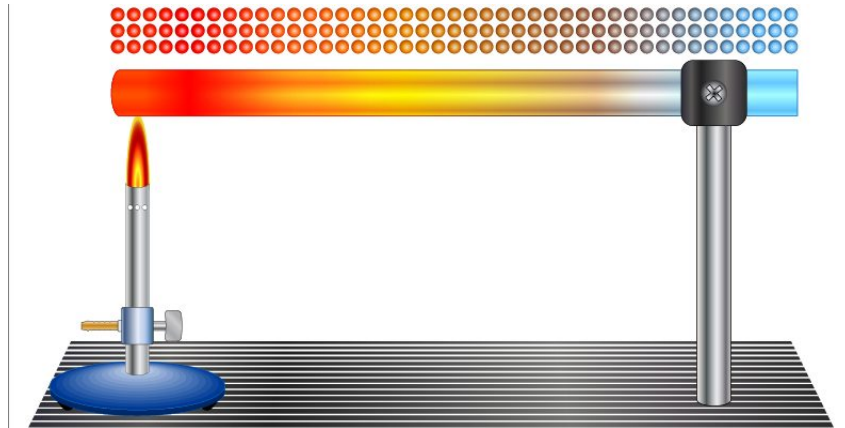


Figura 17: Representación de la conductividad térmica en una barra

3.9.2 Densidad

La densidad es una propiedad intensiva que relaciona la cantidad de masa en un determinado volumen. Su unidad en el sistema internacional es kilogramo por metro cúbico (Kg/m^3) y se puede describir con la siguiente ecuación.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Ecuación 2: Fórmula de la densidad

La densidad de la madera tiene un efecto importante sobre el rendimiento y calidad del producto final y se considera como la propiedad de la madera más importante para casi todos los productos maderables derivados de las especies forestales. Por otro lado, la densidad de la madera es una propiedad que muestra una amplia variación entre y dentro de especies[28].

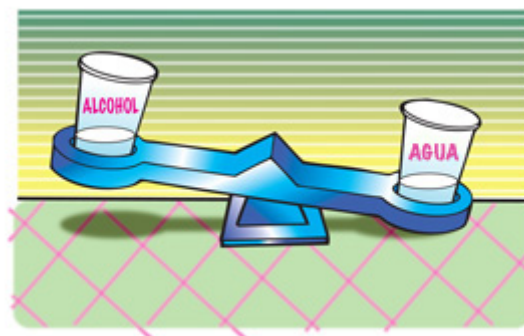


Figura 18: Representación de la densidad de dos líquidos

Según la norma chilena[31] existen diferentes tipos de humedad:

- Densidad de referencia: La cual relaciona la masa y el volumen de la probeta, determinados ambos a un contenido de humedad H. Entre estos valores son importantes los siguientes:
 - ❖ Densidad en estado anhidro: Relacionando la masa y el volumen de la madera en estado anhidro.
 - ❖ Densidad normal: Relación entre la masa anhidra y el volumen de la madera a un 12 % de humedad.
- Densidad básica: Relación entre la masa de la probeta en estado anhidro y el volumen de la probeta en estado verde.
- Densidad nominal: Relación entre la masa de la probeta en el estado anhidro y el volumen de la probeta al contenido de humedad en el ensayo[32].

3.9.3 Poder calorífico

El poder calorífico es la cantidad de energía por unidad de masa o unidad de volumen de materia que se puede desprender al producirse una reacción química de oxidación.

El poder calorífico expresa la energía que puede liberar la unión química entre un combustible y el comburente y es igual a la energía que mantenía unidos los átomos en las moléculas de combustible, menos la energía utilizada en la formación de nuevas moléculas en las materias formadas en la combustión.

El poder calorífico superior corresponde a la cantidad total de energía liberada en forma de calor, en una combustión completa, cuando el vapor de agua que se origina en ésta es condensado, entonces se incluye la energía del cambio de estado en la cuantificación del calor liberado por el combustible.

El poder calorífico inferior es la energía liberada en forma de calor, en una combustión completa, cuando el agua sale como vapor. Como el vapor se libera sin condensar, su calor correspondiente no se considera en la cuantificación del poder calorífico, porque si bien ese calor fue liberado por el combustible, no es aprovechable.[29]

Tabla 11 : Poder calorífico superior e inferior de combustibles
 Fuente: Revista científica y tecnológica UPSE, 2018

Combustible	KJ/g	Kcal/g	BTU/lb
Hidrógeno	141,9	33,9	61
Gasolina	47	11,3	20
Diésel	45	10,7	19,3
Etanol	29,7	7,1	12
Propano	49,9	11,9	21
Butano	49,2	11,8	21,2
Madera	15	3,6	6
Carbón Lignito	15	4,4	8
Carbón	27	7,8	14
Gas Natural	54	13	23

3.9.4 Punto de inflamación

Es la temperatura mínima a la cual se desprende suficiente vapor de hidrocarburos desde la biomasa para formar una mezcla inflamable con el aire que rodea la superficie o en el interior del recipiente empleado. En los ensayos para determinar ese punto se suele emplear una pequeña llama como foco de ignición. La muestra se calienta lentamente desde una temperatura supuestamente inferior y a incrementos crecientes de temperatura se aplica una llama de prueba a la cámara de vapor. El punto de inflamación es la temperatura a la cual se observa un destello (flash) al aplicarse la llama o fuente de ignición. Los ensayos están normalizados en vaso cerrado y en vaso abierto[30].

3.9.5 Humedad

Este concepto se puede definir como la masa de agua contenida en una pieza de madera, expresada en tanto por ciento, respecto de la propia masa de madera de esta pieza. Este factor influye en el comportamiento de la madera sobre su durabilidad, resistencia, peso y dimensiones, entre otros aspectos.

4. Metodología

Para este trabajo se ha seleccionado leña de Eucalyptus (Eucalyptus globulus) por ser la especie más representativa en el sur de Chile, las pruebas del desarrollo de protocolo de lavado de leña se llevaron a cabo en el Laboratorio de Energías Renovables, ubicado en la sede de Viña del mar de la Universidad Técnica Federico Santa María. Los ensayos de las propiedades termofísicas de la leña se llevaron a cabo en el Laboratorio de Termodinámica del campus casa central Valparaíso de la Universidad Técnica Federico Santa María.

Para llegar a la metodología del lavado de leña se realizaron ensayos previos, en los cuales se lavaron leños de Eucalyptus globulus durante 96 horas viendo que los equipos de medición funcionaban bien, las mediciones de conductividad realizadas al agua desionizada mostraron un aumento en el valor de la conductividad, pero no alcanzando el equilibrio. Por lo que se decidió extender el tiempo de lavado. Los resultados de estos ensayos previos están en los anexos F y G.

Según un ensayo de análisis elemental realizado[33] a los leños de Eucalyptus globulus se obtienen los siguientes valores.

Tabla 12 : Análisis elemental leños de Eucalyptus globulus
Fuente: LabQI, 2021

Análisis	Unidad de medición	Resultados en base recibida ⁽¹⁾
		CI 090
Carbono	[g C/100 g de muestra]	44,7 ± 0,2
Hidrógeno	[g H/100 g de muestra]	6,0 ± 0,1
Nitrógeno	[g N/100 g de muestra]	0,715 ± 0,007
Oxígeno	[g O/100 g de muestra]	33,5 ± 0,1
Azufre	[g S/ 100 g de muestra]	< 0,44

4.1 Lavado de leña

Dentro de la metodología utilizada tanto para el lavado de leña de Eucalyptus globulus se presenta a continuación un listado de los pasos, seguido de los detalles realizados en cada uno de ellos.

- Caracterización de los leños
- Lavado de leños
- Filtración
- Secado

4.1.1 Caracterización de los leños

Se seleccionaron leños de características similares, que tengan una masa similar y tamaño similares, de largo como de diámetro. También se eligieron leños que posean corteza en solo una de sus caras.

Se realizó la medición del contenido de humedad utilizando un xilohigrómetro, para esto se realizaron 10 mediciones por leño, las cuales fueron 2 en cada cara superior como inferior y 3 en la cara externa e interna del leño. Se registró la masa de cada leño por triplicado a temperatura ambiente.



Figura 19: Caracterización de un leño

Tabla 13 : Masa y humedad de leños utilizados.

Fuente: Elaboración propia

Parametro	Leño 1	Leño 14	Leño 15	Promedio
Masa [g]	1806	1840	1872	1839,3
Humedad [%]	12,0	11,5	11,1	11,5

4.1.2 Lavado de leños

Se introdujeron los 3 leños seleccionados que representan una masa de 5,518 [kg], y según la relación sólido/líquido de 1/4 definida previamente para el lavado de leña se agregaron 22,7 [L] de agua desionizada que fue caracterizada previamente en pH y conductividad eléctrica dando como resultados un pH 5,68 [-], conductividad de 24 [μ s/cm] y una temperatura de 14,9 [°C].



Figura 20: Silo de maceración

El lavado de leña tuvo una duración de 7 semanas, durante las cuales se realizó una agitación manual durante 2 minutos diariamente. La medición de datos de pH y conductividad eléctrica se realizó cada 6 minutos con un medidor portátil de pH/conductividad LAQUA PC110-K.



Figura 21: Silo de maceración con leños y equipo de medición

4.1.3 Filtración

Se realizó la separación de los leños del agua desionizada luego de las 7 semanas de inmersión. Del volumen líquido extraído se guardó 5 [L] en botellas de vidrio para su identificación y almacenamiento en condiciones refrigeradas. Estas soluciones se utilizaran para realizar una caracterización química y pruebas de crecimiento vegetal.



Figura 22: Agua destilada posterior a las 7 semanas de lavado

4.1.4 Secado

Se procede a extraer los leños desde el interior del silo de maceración, dejándolos sobre una superficie plana por 15 minutos bajo condiciones normales de laboratorio, de forma de eliminar el exceso de agua. Posteriormente, se procede al registro de 10 datos de humedad considerando todas las caras del leño utilizando el xilohigrómetro. Los leños fueron almacenados bajo techo y cerca de una ventana para recibir los rayos del sol.

Para la realización de los ensayos de estos leños, se requerían las muestras secas, por lo que fueron secadas con ayuda de un horno a una temperatura de 60 [°C], en caso de realizar un secado natural, este tarda cerca de 2 meses, como se puede observar en los ensayos previos.



Figura 23: Proceso de secado de leños

4.2 Ensayo de propiedades termofísicas

Dentro de la metodología utilizada para el análisis de propiedades termofísicas de leña se presenta a continuación un resumen de esta seguida de los pasos detallados.

- Dimensionamiento de las muestras
- Secado en horno desecador hasta 0 [%] de humedad
- Ensayos de propiedades

4.2.1 Dimensionamiento de las muestras

Estas muestras fueron obtenidas en una mesa de trabajo y utilizado diferentes herramientas para realizar el dimensionamiento correcto

Se realizaron muestras tanto como para los leños previamente lavados y secados, como para leños sin lavar.

Las muestras para los ensayos de la leña con o sin lavar fueron obtenidos de distintas partes de los leños:

A - Corte inclinado en 45 [°]

B - Corte longitudinal al leño

C - Corte transversal al leño

Estos diferentes lugares de obtención de las muestras se pueden apreciar de mejor manera en la siguiente figura:



Figura 25: Lugares de obtención de muestras.

Para realizar las diferentes pruebas de las propiedades termofísicas de la leña se requirieron 3 formatos diferentes: viruta de madera, cubos de 5 milímetros y placas de 100x100x5 milímetros.

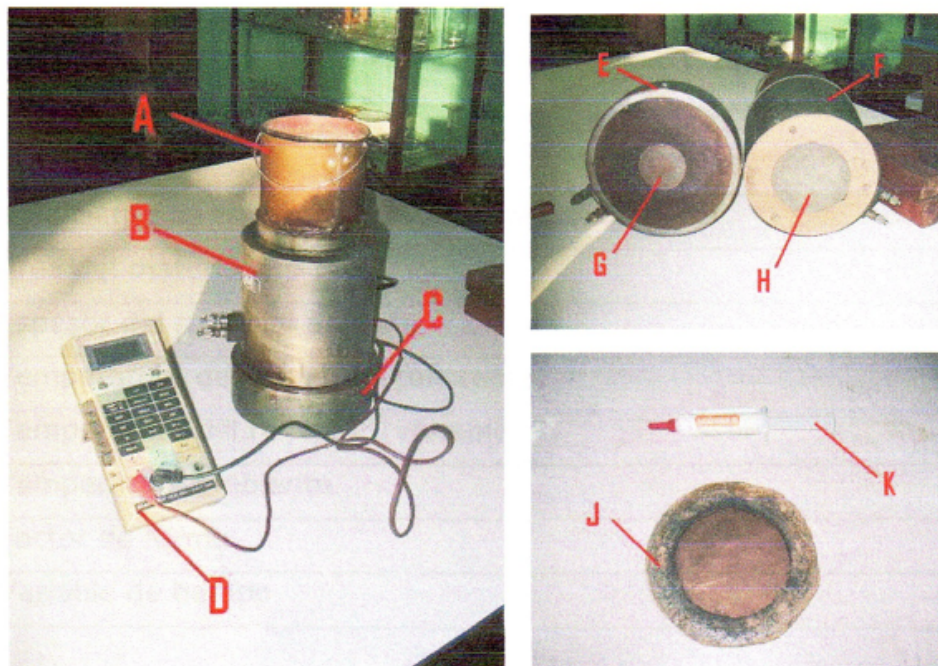


Figura 24: Tipos de muestras utilizadas para los ensayos: viruta, cubos, placa

4.2.2 Ensayos de propiedades

4.2.2.1 Conductividad térmica

Estas mediciones se llevan a cabo en una adaptación del aparato CENCO-FITCH, que sirve para medir la conductividad térmica a planchas de materiales aislantes, en la figura 25 se puede observar el equipo.



A.- Calentador
B.- Fuente
C.- Receptor
D.- Medidor de tensión eléctrica
E.- Aislamiento del Receptor

F.- Aislamiento de la Fuente
G.- Núcleo del Receptor
H.- Núcleo de la Fuente
J.- Porta muestras
K.- Silicona conductora

Figura 26: Equipo CENCO

Se comenzó caracterizando la muestra a ensayar, midiendo su espesor con un micrómetro y sus medidas generales. Esta muestra previamente fue dejada durante 24 horas en un horno a una temperatura de 60 grados con el fin de eliminar la humedad de esta, para tener un punto de comparación con otras muestras que serán ensayadas en las mismas condiciones sin humedad.

Se continuó agregando agua dentro de la fuente, la cual se calienta mediante un calentador eléctrico y para mantener la masa de agua hirviendo y así obtener una temperatura constante en la fuente. El material a ensayar se colocó bajo la fuente mientras esta se calienta para que entren en equilibrio térmico.

Una vez que la fuente junto con la muestra a ensayar se encuentran en equilibrio se colocan sobre el receptor, esté al encontrarse a una temperatura menor a la de la fuente, se induce un flujo de calor que pasa necesariamente por el material aislante.

Por otro lado se registró la diferencia de tensión eléctrica cada 2 minutos entre ambos bloques de cobre mediante un voltímetro y se registró la lectura para su posterior análisis.

Este procedimiento fue realizado por triplicado tanto como para muestras de leño lavado como de muestras de leño sin lavar, para cada tipo de leña se realizaron pruebas con diferentes orientaciones para el corte de las muestras.

4.2.2.2 Densidad

Los ensayos de Densidad se realizaron siguiendo la Norma ASTM D6683

Se comenzó con las muestras previamente secas, para esto fueron dejadas en el horno de secado durante 24 horas a una temperatura de 60 [°C].

Se colocó la probeta sobre una balanza de resolución de 0,001 [Kg] y se registró su masa, luego se agregó la muestra dentro de la probeta hasta llegar a la marca de 50 [ml], se registró nuevamente la masa.



Figura 27: Muestra de leña para medición de densidad

Se agregó parafina previamente caracterizada dentro de la probeta hasta llegar el nivel de 50 [ml], esto llenando todos los espacios vacíos que quedaron dada la geometría de las muestras. Se midió y registró la masa de la probeta junto con la muestra y la parafina agregada para su posterior análisis.

Este procedimiento fue realizado por triplicado tanto para leña lavada como leña sin lavar



Figura 28: Probetas con triplicados de ensayos de densidad

4.2.2.3 Humedad

Los ensayos de Humedad se realizaron siguiendo la Norma D2016-74

Se comenzó colocando las muestras en recipiente donde posteriormente se registró las masas de las muestras en una balanza analítica de precisión 0.0001 [g], luego estas fueron colocadas en el horno de secado durante 24 horas a una temperatura de 60 [°C].



Figura 29: Horno de secado

Posteriormente fueron retiradas las muestras e ingresadas a un desecador con sílica gel para que lleguen a temperatura ambiente y poder registrar su masa nuevamente en la balanza analítica. La diferencia de masa corresponde al agua eliminada en el secado.

4.2.2.4 Poder calorífico inferior

Los ensayos de Poder calorífico inferior se realizaron siguiendo la Norma D-240

Se comenzó con la viruta previamente secada en un horno durante 24 horas a una temperatura de 60 [°C], esta fue agregada a la copa junto con alambre de niquelina para asegurar la combustión completa. La masa de la viruta fue registrada en la balanza analítica junto con medir el largo del alambre de niquelina. La copa fue introducida dentro de la bomba calorimétrica y posteriormente cerrada, a modo de asegurar la combustión se agrega oxígeno en exceso mediante una válvula destinada a ellos, se agregan 30 bar de presión de oxígeno.



Figura 30: Bomba calorimétrica

Dentro del calorímetro se debe agregar una masa de 2000 [g] de agua, y se debe realizar un procedimiento de calibración del equipo para asegurar su condición de isoperibólico.

Posteriormente se agrega la bomba calorimétrica dentro del calorímetro, este queda sumergido en el agua, se le agrega agitación mediante un agitador mecánico y se conectan los cables eléctricos que son los encargados de iniciar la combustión.

Se inicia la combustión en el calorímetro y luego cerca de 10 minutos el equipo entrega los valores de poder caloríficos preliminares, para obtener los valores finales se debe aplicar unas correcciones, las cuales corresponden a el descuento de aporte calórico correspondiente al alambre de niquelina, también al aporte calórico realizado por los ácidos producidos en la combustión.



Figura 31: Calorímetro utilizado para los ensayos

4.2.2.4 Poder calorífico superior

Los ensayos de Poder calorífico Superior se realizaron siguiendo la Norma D-240. Se comenzó el ensayo con la misma metodología que para el Poder calorífico inferior, con la diferencia que la bomba calorimétrica usada corresponde a una diferente con accesorios extra que nos facilitaran el ensayo. Una vez finalizado el ensayo en el calorímetro, se retira la bomba calorimétrica y es conectada en un circuito por cual se hará ingreso de aire a través de esta, a continuación se muestra una imagen de este.



Figura 32: Equipo para la determinación del poder calorífico superior

Este sistema cuenta en su inicio una bomba de aire para generar el flujo de aire que circulará, a continuación dos desecadores en serie para remover la humedad del aire que ingresa, estos desecadores son del tipo de Cloruro de calcio y de Ácido sulfúrico. A continuación se encuentra la bomba calorimétrica por donde se hará circular el aire seco hacia su interior y luego salir de esta con el fin de remover la humedad que exista dentro de esta. Luego se ubica una trampa de humedad de Cloruro de calcio donde se recogerá la humedad existente dentro de la bomba calorimétrica donde ocurrió la combustión. A continuación se encuentra un recipiente donde se puede apreciar el flujo de aire que está circulando para tener un control de este.

Como la bomba calorimétrica presenta una presión interna mayor a la atmosférica, se abre levemente la salida de esta para dejar salir la sobre presión. Este proceso se realiza de forma lenta para evitar el arrastre de partículas desde el interior de la bomba calorimétrica. Luego se enciende la bomba de aire y se deja circular el aire por el circuito completo durante 2 horas, también se enciende un calefactor ubicado alrededor de la bomba calorimétrica con el fin de favorecer la eliminación de humedad.

4.2.2.5 Punto de inflamacion

Los ensayos de Punto de inflamación se realizaron siguiendo la Norma D92-2005
Se comenzó agregando la muestra en forma de viruta a la copa de tipo abierta del equipo, esta debe estar en disposición homogénea y hasta la marca que se encuentra en el interior de la copa.



Figura 33: Copa con viruta para ensayo de punto de inflamación

La copa se coloca en el equipo y se prende la fuente de calor externa colocada bajo el equipo, también se enciende el aporte superior de calor externo. Este aporte superior fue movido durante toda la prueba con el objetivo de no calentar una zona determinada, sino de cuando existan las condiciones necesarias para la combustión de los gases combustibles desprendidos de la viruta junto con la temperatura necesaria para prender una llama, en ese momento se registra la temperatura que marca el termómetro colocado dentro de la viruta.



Figura 34: Equipo probador de punto de inflamación

4.3 Instrumentos adicionales utilizados

- Silo de maceración

Marca: Edwards Ceruti Ltda
Volumen: 60 [L]
Material: Acero inoxidable



- Medidor portátil de pH/Conductividad

Marca: HORIBA
Modelo: PC110
Parámetro de medición: pH -conductividad



- Balanza analítica

Marca: RADWAG
Modelo: AS220
Resolución: 00,01 [mg]
Rango medición: 10 [mg] - 220 [g]



- Estufa de secado

Marca: JKI

Modelo: JK-DO-9030A

Rango temperatura: 20-250 [°C]

Capacidad: 30[L]



- Desecador

Desecante: gel de sílice



- CENCO -FITCH

Marca CENCO



- Micrómetro

Marca: STARRETT

Modelo: 436

Rango: 0 - 25 [mm]

Resolución: 0,01 [mm]

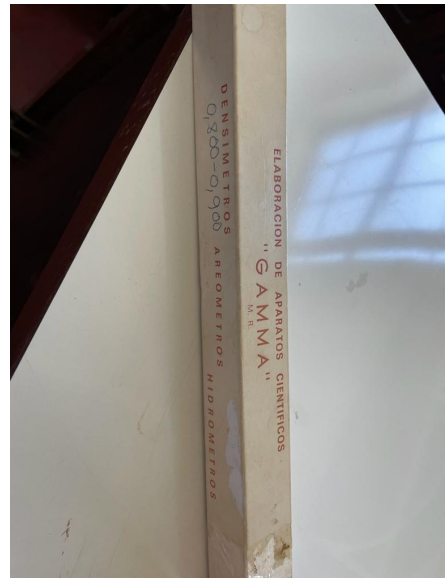


- Densímetro

Marca: GAMMA

Rango: 0,800 - 0,900 [g/cm^3]

Resolución: 0,001 [g/cm^3]



- Balanza

Marca: REVELL

Modelo: XY20MB

Resolución: 0,1 [g]

Rango: 0 - 20 [kg]



- Probeta

Marca: DURAN

Modelo: 100

Resolución: 1 [ml]

Capacidad: 100 [ml]



- Equipo de punto de inflamación de copa abierta

Marca: JUNG

Resolución: 1 °C



- Calorímetro isoperibólico

Marca: PARR

Modelo: 1261

Resolución: 0,01 [cal/g]



5. Resultados experimentales

5.1 Resultados de protocolo de lavado de leña

Pasadas las 7 semanas de lavado de leña se obtuvieron los resultados de las mediciones tanto de conductividad eléctrica como de pH. En las primeras 24 horas se realizó la medición de los parámetros solo del agua desionizada para caracterizarla y conocer las condiciones iniciales de esta, con el fin de poder comparar con las condiciones finales luego de realizar el procedimiento. Las condiciones iniciales se pueden apreciar en la tabla 14.

Tabla 14 : Condiciones iniciales agua desionizada.
Fuente: Elaboración propia

Volumen [L]	22,7
Conductividad eléctrica [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	24
pH [-]	5,68
Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	14,9



Figura 35: Medición de pH y conductividad al agua desionizada

Luego de las 24 horas iniciales se agregaron los leños para su lavado en agua desionizada durante las 7 semanas con la agitación manual durante 2 minutos cada día. Mientras las semanas de inmersión avanzaban, el agua desionizada tomaba un color más oscuro como se puede apreciar en la figura 35.



Figura 36: Izquierda: leños recién ingresados al agua; Derecha: Leños sumergidos 7 semanas

Cuando los leños fueron retirados del silo de maceración se dejaron sobre una superficie plana durante 30 minutos para retirar el exceso de agua y luego poder caracterizar los leños posterior al lavado de 7 semanas.

Tabla 15 : Humedad inicial y final de los leños
Fuente: Elaboración propia

Tipo de Humedad	Leño 1	Leño 14	Leño 15
Humedad inicial [%]	12.0	11.5	11.1
Humedad final [%]	28.3	31.3	30.5

Se puede notar un aumento del contenido de humedad de un 135%, 172% y un 174% respectivamente en los leños 1, 14 y 15. Los cuales promedian un aumento de 160% respecto al contenido de humedad previo al lavado de leña.

La conductividad eléctrica del agua desionizada tuvo un aumento desde 24 [$\mu\text{S}/\text{cm}$] hasta 1064 [$\mu\text{S}/\text{cm}$] lo que representa un aumento de un 4291% respecto a la conductividad eléctrica antes de agregar los leños al silo de maceración. Al comienzo se observa un rápido aumento de conductividad hasta el día 7 aproximadamente, luego continúa subiendo continuamente y de forma más lenta hasta el fin del ensayo.

Este ensayo se finalizó dado que el aumento que se presentaba diariamente fue decayendo y llegó a ser menos del 1 %.

En el gráfico 36 se puede observar el aumento de la conductividad en el tiempo.

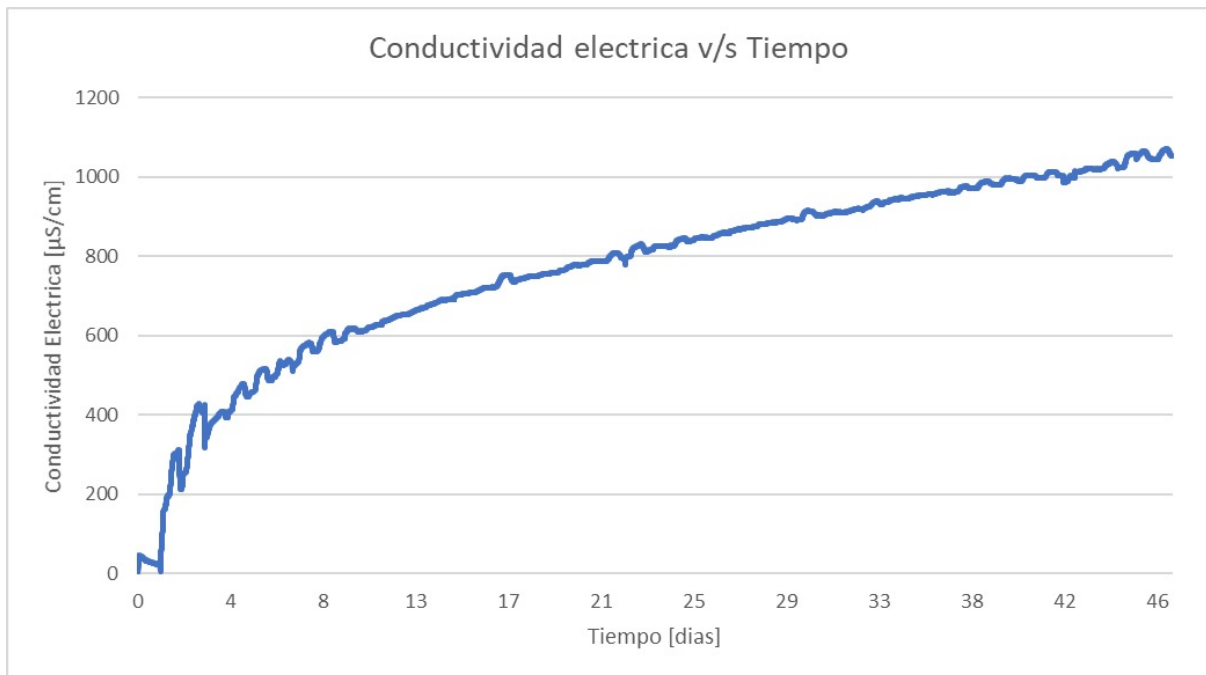


Figura 37: Conductividad eléctrica del agua desionizada durante el ciclo de lavado.

Fuente: Elaboración propia

El pH del agua desionizada durante el experimento tuvo una disminución desde 5,68 [-] hasta 4,61[-], lo que representa una disminución de un 18.8 %.Esta disminución ocurre dentro de los primeros 5 días, luego el pH se logra equilibrar no variando significativamente hasta el fin del ensayo

En el gráfico 38 se puede observar el comportamiento del pH en el experimento.

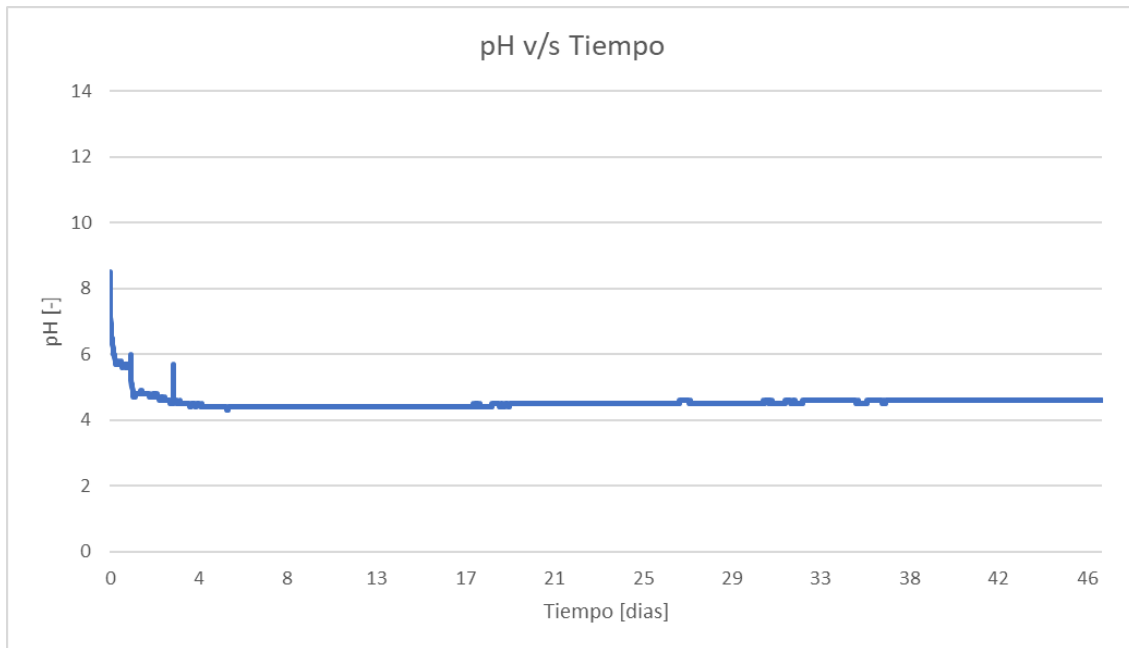


Figura 38: pH del agua desionizada durante el ciclo de lavado.
Fuente: Elaboración propia

Los errores de medición en los parámetros de conductividad eléctrica y de pH, se pueden deber en una parte por el factor humano en el momento de tomar los datos y los tiempos de cada ciclo, así también como las variaciones por efecto de las condiciones ambientales ya sea de la temperatura ambiente como de la humedad, ya que estas varían a lo largo del día y el lugar donde se llevaron a cabo las mediciones no era en un ambiente controlado. Por su parte el equipo Horiba PC110 utilizado tiene una resolución de $0.01[\mu\text{S}/\text{cm}]$ en la conductividad eléctrica y de $0.1[-]$ en el pH.

5.2 Resultados de ensayos de propiedades termofísicas

Los resultados obtenidos en los ensayos de propiedades termofísicas de la leña lavada como la no lavada que fueron realizados en el laboratorio de termodinámica de la Universidad Técnica Federico Santa María, con el objetivo de conocer si existen cambios en las diferentes propiedades.

Los resultados de la conductividad radial de la leña lavada se puede apreciar un aumento de un 28,83% respecto a la leña sin lavar. En el caso de la conductividad axial se presentó una disminución de 12,44% y la conductividad en 45 grados se redujo un 14%.

Tabla 16 : Conductividades térmicas de leñas con y sin lavado .
Fuente: Elaboración propia.

Propiedad	Leña sin lavar	Leña lavada	Cambio
Conductividad térmica en dirección radial [W/ m k]	0,0854 ± 0,0034	0,1100 ± 0,0054	28,83%
Conductividad térmica en dirección axial [W/ m k]	0,2098 ± 0,0108	0,1837 ± 0,0130	-12,44%
Conductividad térmica en dirección 45 grados [W/ m k]	0,1831 ± 0,0234	0,1567 ± 0,0138	-14,00%

La conductividad térmica de la madera, tal como se presenta en el libro Wood Handbook, es una función del contenido de humedad y de la densidad. La conductividad es independiente de la especie de madera en particular. La ecuación de conductividad térmica proviene del trabajo de MacLean (1941) y se proporciona a continuación:

$$k = 0.0238 + \left(\frac{0.2005 + 0.004039M}{1 + 0.11M} \right) \rho$$

Ecuación 3: Fórmula de la Conductividad térmica

Donde :

K = Conductividad térmica de la madera [W/(m K)]

ρ = Densidad total de la madera en el contenido de humedad M

M = Contenido de humedad [%] bajo 30%

Tanto para los ensayos de leña con y sin lavado se puede apreciar que la conductividad axial corresponde cerca del doble de la conductividad radial, esto también se puede encontrar en la literatura [35], donde reportan valores en las mismas proporciones, pero estos no incluyen el valor en los 45 grados por lo que es posible comparar este caso de estudio.

Los resultados de los ensayos de poder calorífico tanto inferior como superior muestran pequeñas variaciones respecto a la leña sin lavar. En el caso del poder calorífico inferior de la leña lavada muestra una disminución de un 2,85% respecto a la leña sin lavar. En cambio, el poder calorífico superior de la leña lavada presenta un incremento de 0,45% respecto a la leña sin lavar.

En publicaciones científicas hay registros de lavados de biomasa que presentan variaciones del poder calorífico menores al 2% [36], por lo que los resultados obtenidos serán acorde a los valores que se tenían como referencias.

Tabla 17 : Poderes caloríficos superior e inferior de leñas con y sin lavado .
Fuente: Elaboración propia

Propiedad	Leña sin lavar	Leña lavada	Cambio
Poder calorífico inferior [KJ/Kg]	17473,1 ± 2,5	16975,9 ± 297,1	-2,85%
Poder calorífico superior [KJ/Kg]	18984,8 ± 75,3	19066,4 ± 180,2	0,43%

Los ensayos de densidad anhidra muestran una disminución de un 5,23% en la leña lavada respecto a la leña sin lavar. En la propiedad de punto de inflamación la leña lavada presentó un aumento de 12[°C] lo que representa un 3,9% de aumento respecto a la leña sin lavar.

Tabla 18 : Densidades y puntos de inflamación de leñas con y sin lavado .
Fuente: Elaboración propia

Propiedad	Leña sin lavar	Leña lavada	Cambio
Densidad Anhidra [g/cm ³]	0,8608 ± 0,012	0,8158 ± 0,009	-5,23%
Punto de inflamación [°c]	307,3 ± 3,2	319,3 ± 1,5	3,90%

Existen algunos factores que inciden en la densidad de la madera, tales como cantidad de madera de primavera y verano, tamaño de las fibras, espesor de pared, tipo y diámetro de células y contenido de extraíbles presentes en la madera. La presencia y cantidad relativa de estos últimos está a su vez influenciada por la edad de los árboles y su interacción con el medio ambiente[36].

Los errores de medición en las propiedades termo-físicas de la leña de Eucalyptus, se puede atribuir en una parte por el factor humano en el momento de realizar las lecturas de los equipos, así como también en la repetición de los ensayos al ser las muestras obtenidas de diferentes parte de los leños, estas podrían variar en su composición ya que la madera no es homogénea . así también como las variaciones por efecto de las condiciones ambientales ya sea de la temperatura ambiente como de la humedad, ya que estas varían a lo largo del día y el lugar donde se llevaron a cabo las mediciones no era en un ambiente controlado. Por su parte los equipos utilizados cuentan con una resolución correcta, esta no es cero por lo que los valores no son exactos.

6. Conclusiones

En el presente trabajo se desarrolló un protocolo de lavado de leña, donde se logró extraer compuestos de la leña. Para esto se tuvo que realizar lavados previos donde se conoció que 96 horas no fue tiempo suficiente en la configuración dada, por lo que se extendió el lavado a 7 semanas. De esta forma se obtuvo una mayor extracción, que tiene correcta relación con los ensayos previos y literatura científica.

La conductividad eléctrica del agua desionizada donde se realizó el lavado de leña, tuvo un aumento de 43 veces respecto a su estado original, comenzando en 24 [$\mu\text{S}/\text{cm}$] alcanzando un valor de 1064 [$\mu\text{S}/\text{cm}$].

El Ph de el agua desionizada tuvo una baja desde 5,68 [-] hasta 4,61[-], lo que representa una disminución de un 18.8 %.Esta disminución ocurre dentro de los primeros 5 días, luego el pH se logra equilibrar no variando significativamente hasta el fin del ensayo.

Los ensayos de las propiedades termofísicas se realizaron siguiendo las diferentes normas ASTM que aplicaban en cada caso.

Los resultados de densidad anhidra muestran una disminución de un 5,2% en la leña lavada respecto a la leña sin lavar. En la literatura se relaciona esta propiedades con los extraíbles, por lo que tiene sentido que al ser extraídos este disminuye levemente la densidad, ya que al ser eliminados disminuye la masa.

En la propiedad de punto de inflamación la leña lavada presentó un aumento de 12[°C] lo que representa un 3,9% de aumento respecto a la leña sin lavar, teniendo valores de 307 [°C] y 319 [°C], los valores encontrados concuerdan con valores existentes en registros de ensayos anteriores y con literatura sobre punto de inflamación de eucalyptus globulus. Los VOC tendrían un papel en este aumento, ya que al ser removidos en el lavado de leña estos ya no se encuentran para facilitar la combustión.

Los resultados de los ensayos de poder calorífico tanto inferior como superior muestran pequeñas variaciones respecto a la leña sin lavar. En el caso del poder calorífico inferior de la leña lavada muestra una disminución de un 2,85% respecto a la leña sin lavar. En cambio, el poder calorífico superior de la leña lavada presenta un incremento de 0,45% respecto a la leña sin lavar. Estas pequeñas variaciones obtenidas tienen correlación con las publicaciones previas.

7. Recomendaciones

Se presentan ideas o recomendaciones a futuros trabajos a realizar en optimizaciones del protocolo de lavado de leña o de otras pruebas de propiedades termofísicas de leños lavados.

- ❖ Realizar lavados de leñas de otras especies para conocer el comportamiento del protocolo con otros tipos de leña
- ❖ Realizar lavados de leñas a diferentes temperaturas de disolvente, para poder evaluar nuevos tiempos y ver si se puede optimizar el protocolo
- ❖ Realizar lavados de leñas a diferentes presiones para conocer el comportamiento de este
- ❖ Realizar mediciones de propiedades termofísicas a distintos tipos de leña lavada
- ❖ Realizar mediciones de conductividad en diferentes partes a lo largo del leño (centro y medios extremos y extremos), para conocer si existe algún perfil de conductividad dentro del leño lavado
- ❖ Evaluar la realización de comparación con microscopios de la estructura interna de los leños lavados y no lavados
- ❖ Evaluar propiedades termofísicas de otros tipos de leña lavada

8. Bibliografía

- [1] Educar Chile - Usos y eficiencia de la energía- www.aprendeconenergia.cl/lena
- [2] Boutier, A., Salvo, L. y Ananías, R. Influencia de la estructura anatómica en la permeabilidad específica transversal al gas del pino radiata. Maderas: Ciencia y Tecnología.
- [3] Leña - preguntas frecuentes sobre este biocombustible- Amesti <https://amesti.cl/blog/lena-preguntas-frecuentes-biocombustible>
- [4] Informe final Estudio de “Análisis del Potencial Estratégico de la Leña en la Matriz Energética Chilena”. Comisión Nacional de Energía (CNE), Corporación Chile ambiente, 2008.
- [5] Caracterización del mercado de la leña en Chile y sus barreras para la transición energética -RedPe- 2020
- [6] Red de pobreza energética -septiembre -2020
- [7] Sistema de monitoreo del consumo de leña y otros biocombustibles sólidos - René reyes INFONOR 2020
- [8] Resultados viviendas CASEN 2017 -Ministerio de desarrollo social y familia CASEN
- [9] Consumo residencial de leña, análisis para la ciudad de Osorno en Chile (Bustos & Ferrada, 2017).
- [10] Mundo Chimeneas grupo Lualdalsa <https://mundochimenea.com/cocinas-de-lena/#:~:text=Pueden%20servir%20de%20calefacci%C3%B3n,la%20combusti%C3%B3n%20de%20la%20le%C3%B1a.>
- [11] Investigación experimental del proceso de combustión de leña húmeda en estufa de calefacción residencial - Fernanda Inostroza,2021
- [12] Estufas de leña - como elegir la mejor para tu hogar - I. Aenabat -2019 <https://www.calyfrio.com/energias-renovables/biomasa/estufas-de-lena-como-elegir-la-mejor-para-tu-hogar.html>
- [13] ¿Que es la combustión en una chimenea? M. Carbel -2017 <https://carbel.net/la-combustion-una-chimenea>
- [14] De compuestos orgánicos volátiles - Ministerio para la transición ecológica y el reto demografico-España https://www.miteco.gob.es/es/calidad-y-evaluacion-ambiental/temas/atmosfera-y-calidad-del-aire/emisiones/act-emis/compuestos_organic

- [15] [Shuxiao Wang, Characteristics of gaseous pollutants from biofuel-stoves in rural China, 2009]
- [16] Material particulado- Instituto para la salud Geoambiental
<https://www.saludgeoambiental.org/material-particulado>
- [17] Conceptos básicos sobre el material particulado - EPA- Agencia de Protección ambiental de Estados Unidos
[\[https://espanol.epa.gov/espanol/conceptos-basicos-sobre-el-material-particulado-pm-por-sus-siglas-en-ingles\]](https://espanol.epa.gov/espanol/conceptos-basicos-sobre-el-material-particulado-pm-por-sus-siglas-en-ingles)
- [18] Decreto 39- Biblioteca del congreso nacional de Chile-2012
- [19] Decreto Supremo N°12/11- Biblioteca del congreso nacional de Chile -2012
- [20] [Maria Zevenhoven*, Patrik Yrjas, Bengt-Johan Skrifvars, and Mikko Hupa, Characterization of Ash-Forming Matter in Various Solid Fuels by Selective Leaching and Its Implications for Fluidized-Bed Combustion, 2012]
- [21] Rencoret, J., Gutiérrez, A., Nieto, L., Jiménez-Barbero, J., Faulds, C. B., Kim, H., & Del Río, J. C. (2011). Lignin composition and structure in young versus adult Eucalyptus globulus plants. *Plant Physiology*, 155(2), 667-682.
- [22] [Commodity Fuels from Biomass through Pretreatment and Torrefaction: Effects of Mineral Content on Torrefied Fuel Characteristics and Quality- Saddawi
- [23] Effect of water washing on fuel properties, pyrolysis and combustion characteristics, and ash fusibility of biomass-Deng 2013
- [24] Effect of different washing parameters on the fuel properties and elemental composition of wheat straw in water-washing pre-treatment. Part 1: Effect of washing duration and biomass size A. Singhal et al. pt 1, 2021]
- [25] Effect of different washing parameters on the fuel properties and elemental composition of wheat straw in water-washing pre-treatment. Part 2: Effect of washing temperature and solid-to-liquid ratio A. Singhal et al. pt 2, 2021
- [26] Hot water washing of rice husk for ash removal: The effect of washing temperature, washing time and particle size Bandara et al. / *Renewable Energy* 153 (2020)
- [27] Propiedades termofísicas de los alimentos, Dr Siche jara raul, 2011 <https://es.slideshare.net/yuricomartinez/labo-1-propiedades-termofisicas-de-los-alimentos>
- [28] Valencia Manzo, Salvador, & Vargas Hernández, Jesús (1997). Método empírico para estimar la densidad básica en muestras pequeñas de madera. *Madera y Bosques*, 3(1), 81-87. [fecha de Consulta 17 de Noviembre de 2021]. ISSN:

1405-0471. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/617/61730107.pdf>

- [29] Determinación del poder calorífico de un combustible, termodinámica USM, 2019]
- [30] NTP 379: Productos inflamables: variación de los parámetros de peligrosidad,1999]
- [31] Determinación de la densidad NCh 176/2
- [32] [INFLUENCIA DE LA HUMEDAD Y DENSIDAD EN LA DUREZA COMO PROPIEDAD FÍSICO-MECÁNICA DE LA MADERA , José María Roldán Rico,2014]
- [33] [Informe de análisis , Laboratorio de analisis quimica e instrumental-2021]
- [34] Thermal properties of wood and wood products- W.Goss- R.Miller
- [35] VARIACIÓN DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA EN ALBURA, DURAMEN Y ALTURA DE MADERA PULPABLE DE Eucalyptus globulus - G. Barahona 2005
- [36] (Prado y Barros, 1991).

9. Anexos

ANEXO A - ASTM D 92-2005



Designation: D 92 – 05



Designation: 36/84 (89)

An American National Standard
American Association of State
Highway and Transportation Officials Standard
AASHTO No.: T48
DIN 51 376

Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester¹

This standard is issued under the fixed designation D 92; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

INTRODUCTION

This flash point and fire point test method is a dynamic method and depends on definite rates of temperature increases to control the precision of the test method. Its primary use is for viscous materials having flash point of 79°C (175°F) and above. It is also used to determine fire point, which is a temperature above the flash point, at which the test specimen will support combustion for a minimum of 5 s. Do not confuse this test method with Test Method D 4206, which is a sustained burning test, open cup type, at a specific temperature of 49°C (120°F).

Flash point values are a function of the apparatus design, the condition of the apparatus used, and the operational procedure carried out. Flash point can therefore only be defined in terms of a standard test method, and no general valid correlation can be guaranteed between results obtained by different test methods, or with test apparatus different from that specified.

1. Scope*

1.1 This test method describes the determination of the flash point and fire point of petroleum products by a manual Cleveland open cup apparatus or an automated Cleveland open cup apparatus.

NOTE 1—The precisions for fire point were not determined in the current interlaboratory program. Fire point is a parameter that is not commonly specified, although in some cases, knowledge of this flammability temperature may be desired.

1.2 This test method is applicable to all petroleum products with flash points above 79°C (175°F) and below 400°C (752°F) except fuel oils.

NOTE 2—This test method may occasionally be specified for the determination of the fire point of a fuel oil. For the determination of the flash points of fuel oils, use Test Method D 93. Test Method D 93 should also be used when it is desired to determine the possible presence of small, but significant, concentrations of lower flash point substances that may escape detection by Test Method D 92. Test Method D 1310 can be employed if the flash point is known to be below 79°C (175°F).

¹ This test method is under the joint jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.08 on Volatility. In the IP, this test method is under the jurisdiction of the Standardization Committee. This test method was adopted as a joint ASTM-IP standard in 1965.

Current edition approved June 1, 2005. Published July 2005. Originally approved in 1921. Last previous edition approved in 2002 as D 92–02b.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific warning statements, see 6.4, 7.1, 11.1.3, and 11.2.4.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

- D 93 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester
- D 140 Practice for Sampling Bituminous Materials
- D 1310 Test Method for Flash Point and Fire Points of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus
- D 4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products
- D 4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2950, United States.

- D 4206 Test Method for Sustained Burning of Liquid Mixtures Using the Small Scale Open-Cup Apparatus
- E 1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers
- E 300 Practice for Sampling Industrial Chemicals³
- 2.2 Energy Institute Standard:⁴
- Specifications for IP Standard Thermometers
- 2.3 ISO Standards:⁵
- Guide 34 Quality Systems Guidelines for the Production of Reference Materials
- Guide 35 Certification of Reference Material—General and Statistical Principles

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *dynamic, adj—in petroleum products*, the condition where the vapor above the test specimen and the test specimen are not in temperature equilibrium at the time that the ignition source is applied.

3.1.1.1 *Discussion*—This is primarily caused by the heating of the test specimen at the constant prescribed rate with the vapor temperature lagging behind the test specimen temperature.

3.1.2 *fire point, n—in petroleum products*, the lowest temperature corrected to a barometric pressure of 101.3 kPa (760 mm Hg), at which application of an ignition source causes the vapors of a test specimen of the sample to ignite and sustain burning for a minimum of 5 s under specified conditions of test.

3.1.3 *flash point, n—in petroleum products*, the lowest temperature corrected to a barometric pressure of 101.3 kPa (760 mm Hg), at which application of an ignition source causes the vapors of a specimen of the sample to ignite under specified conditions of test.

3.1.3.1 *Discussion*—The test specimen is deemed to have flashed when a flame appears and instantaneously propagates itself over the entire surface of the test specimen.

3.1.3.2 *Discussion*—When the ignition source is a test flame, the application of the test flame can cause a blue halo or an enlarged flame prior to the actual flash point. This is not a flash point and shall be ignored.

4. Summary of Test Method

4.1 Approximately 70 mL of test specimen is filled into a test cup. The temperature of the test specimen is increased rapidly at first and then at a slower constant rate as the flash point is approached. At specified intervals a test flame is passed across the cup. The flash point is the lowest liquid temperature at which application of the test flame causes the vapors of the test specimen of the sample to ignite. To determine the fire

point, the test is continued until the application of the test flame causes the test specimen to ignite and sustain burning for a minimum of 5 s.

5. Significance and Use

5.1 The flash point is one measure of the tendency of the test specimen to form a flammable mixture with air under controlled laboratory conditions. It is only one of a number of properties that should be considered in assessing the overall flammability hazard of a material.

5.2 Flash point is used in shipping and safety regulations to define flammable and combustible materials. Consult the particular regulation involved for precise definitions of these classifications.

5.3 Flash point can indicate the possible presence of highly volatile and flammable materials in a relatively nonvolatile or nonflammable material. For example, an abnormally low flash point on a test specimen of engine oil can indicate gasoline contamination.

5.4 This test method shall be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and a test flame under controlled laboratory conditions and shall not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test method may be used as elements of a fire risk assessment that takes into account all of the factors that are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.

5.5 The fire point is one measure of the tendency of the test specimen to support combustion.

6. Apparatus

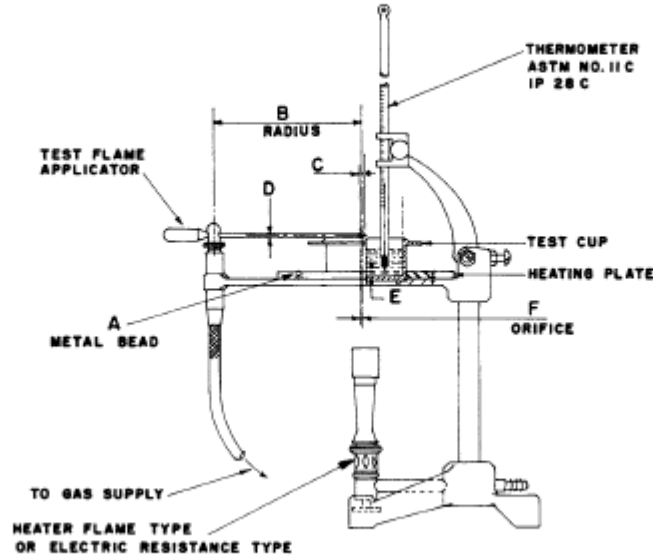
6.1 *Cleveland Open Cup Apparatus (manual)*—This apparatus consists of the test cup, heating plate, test flame applicator, heater, and supports described in detail in the Annex A1. The assembled manual apparatus, heating plate, and cup are illustrated in Figs. 1-3, respectively. Dimensions are listed with the figures.

6.2 *Cleveland Open Cup Apparatus (automated)*—This apparatus is an automated flash point instrument that shall perform the test in accordance with Section 11 Procedure. The apparatus shall use the test cup with the dimensions as described in Annex A1 and the application of the test flame shall be as described in Annex A1.

6.3 *Temperature Measuring Device*—A thermometer having the range as shown below and conforming to the requirements prescribed in Specification E 1 or in the Specifications for IP Standard Thermometers, or an electronic temperature measuring device, such as a resistance thermometer or thermocouple. The device shall exhibit the same temperature response as the mercury thermometers.

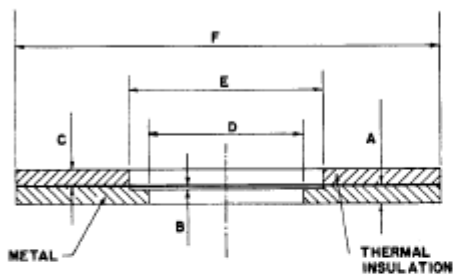
Temperature Range	Thermometer Number
-6 to +400°C	ASTM IP 11C 28C
20 to 760°F	11F

³ Withdrawn.
⁴ Available from Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, W1M 8AR, U.K.
⁵ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.



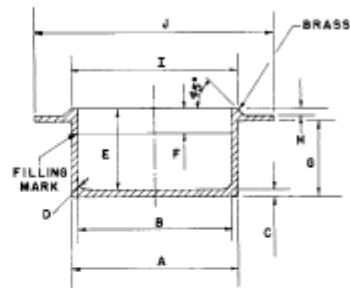
	millimetres		inches	
	min	max	min	max
A—Diameter	3.2	4.8	0.126	0.189
B—Radius	152	nominal	6	nominal
C—Diameter	1.6	nominal	0.063	nominal
D	2		0.078	
E	6	7	0.236	0.276
F—Diameter	0.8	nominal	0.031	nominal

FIG. 1 Cleveland Open Cup Apparatus



	millimetres		inches	
	min	max	min	max
A	6	7	0.236	0.276
B	0.5	1.0	0.020	0.039
C	6	7	0.236	0.276
D—Diameter	55	56	2.165	2.205
E—Diameter	69.5	70.5	2.736	2.776
F—Diameter	146	150	5.748	6.260

FIG. 2 Heating Plate



	millimetres		inches	
	min	max	min	max
A	67.0	69	2.658	2.717
B	63	64	2.480	2.520
C	2.8	3.5	0.110	0.138
D—Radius	4	nominal	0.157	nominal
E	32.5	34	1.280	1.339
F	9	10	0.354	0.394
G	31	32.5	1.221	1.280
H	2.8	3.5	0.110	0.138
I	67	70	2.638	2.756
J	97	100	3.819	3.937

FIG. 3 Cleveland Open Cup

6.4 Test Flame—Natural gas (methane) flame and bottled gas (butane, propane) flame have been found acceptable for use

11.1.10 Record, as the observed flash point, the reading on the temperature measuring device at the time the test flame causes a distinct flash in the interior of the test cup.

11.1.10.1 The sample is deemed to have flashed when a large flame appears and instantaneously propagates itself over the entire surface of the test specimen.

11.1.11 The application of the test flame can cause a blue halo or an enlarged flame prior to the actual flash point. This is not a flash point and shall be ignored.

11.1.12 When a flash point is detected on the first application of the test flame, the test shall be discontinued, the result discarded, and the test repeated with a fresh test specimen. The first application of the test flame with the fresh test specimen shall be at least 28°C (50°F) below the temperature found when the flash point was detected on the first application.

11.1.13 When the apparatus has cooled down to a safe handling temperature, less than 60°C (140°F), remove the test cup and clean the test cup and the apparatus as recommended by the manufacturer.

Note 15—Exercise care when cleaning the apparatus so as not to damage or dislocate the automated flash detection system, when used, or temperature measuring device. See the manufacturer's instructions for proper care and maintenance.

11.1.14 To determine the fire point, continue heating the test specimen after recording the flash point such that the test specimen temperature increases at a rate of 5 to 6°C (9 to 11°F)/min. Continue the application of the test flame at 2°C (5°F) intervals until the test specimen ignites and sustains burning for a minimum of 5 s. Record the temperature of the test specimen when the test flame, which caused the test specimen to ignite was applied. Sustain burning as the observed fire point of the test specimen.

11.1.15 When the apparatus has cooled down to a safe handling temperature, less than 60°C (140°F), remove the test cup and clean the test cup and the apparatus as recommended by the manufacturer.

11.2 *Automated Apparatus:*

11.2.1 The automated apparatus shall be capable of performing the procedure as described in 11.1, including control of the heating rate, application of the test flame, detection of the flash point, or fire point, or both, and recording the flash point or fire point, or both.

11.2.2 Fill the test cup with the sample so that the top of the meniscus of the test specimen is level with the filling mark, and position the test cup on the center of the heating plate. The temperature of the test cup and the sample shall not exceed 56°C (100°F) below the expected flash point. If too much test specimen has been added to the cup, remove the excess using a syringe or similar device for withdrawal of fluid; however, if there is test specimen on the outside of the test cup, empty, clean, and refill it. Destroy any air bubbles or foam on the surface of the test specimen with a sharp knife or other suitable device, and maintain the required level of test specimen. If a foam persists during the final stages of the test, terminate the test, and disregard any results.

11.2.3 Solid material shall not be added to the test cup. Solid or viscous samples shall be heated until they are fluid before

being poured into the test cup; however, the temperature of the sample during heating shall not exceed 56°C (100°F) below the expected flash point.

11.2.4 Light the test flame, when necessary, and adjust it to a diameter of 3.2 to 4.8 mm ($\frac{1}{8}$ to $\frac{3}{16}$ in.) or to the size of the comparison bead, if one is mounted on the apparatus. (**Warning**—Gas pressure supplied to the apparatus must not be allowed to exceed 3 kPa (12 in.) of water pressure.) (**Warning**—Exercise care when using a gas test flame. If it should be extinguished it will not ignite the vapors in the test cup, and the gas for the test flame that then enters the vapor space can influence the result.) (**Warning**—The operator shall exercise care and take appropriate safety precautions during the initial application of the test flame since test specimens containing low-flash material can give an abnormally strong flash when the test flame is first applied.) (**Warning**—The operator shall exercise care and take appropriate safety precautions during the performance of this test method. The temperatures attained during this test, up to 400°C (752°F), are considered hazardous.)

Note 16—Some automated apparatus can light the test flame automatically and the size of the flame is preset.

11.2.5 Start the automated apparatus according to the manufacturer's instructions. The apparatus shall follow the procedural details described in 11.1.4 through 11.1.15.

12. Calculations

12.1 Observe and record the ambient barometric pressure (see *Note 17*) at the time of the test. When the pressure differs from 101.3 kPa (760 mm Hg), correct the flash point or fire point, or both, as follows:

$$\text{Corrected flash point} = C + 0.25 (101.3 - K) \quad (1)$$

$$\text{Corrected flash point} = F + 0.06 (760 - P) \quad (2)$$

$$\text{Corrected flash point} = C + 0.033 (760 - P) \quad (3)$$

where:

- C* = observed flash point, °C,
- F* = observed flash point, °F,
- P* = ambient barometric pressure, mm Hg, and
- K* = ambient barometric pressure, kPa.

Note 17—The barometric pressure used in this calculation is the ambient pressure for the laboratory at the time of test. Many aneroid barometers, such as those used at weather stations and airports, are precorrected to give sea level readings and would not give the correct reading for this test.

12.2 Using the corrected flash point or fire point, or both, as determined in 12.1, round the values to the nearest 1°C (2°F) and record.

13. Report

13.1 Report the corrected flash point or fire point value, or both, as the Test Method D 92 Cleveland open cup flash point or fire point, or both, of the test specimen.

14. Precision and Bias

14.1 *Precision*—The precision of this test method as determined by the statistical examination of the interlaboratory test results is as follows:

14.1.1 *Repeatability*—The difference between successive results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values in 1 case in 20.

Flash point	8°C (15°F)
Fire point	8°C (15°F)

14.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results, obtained by different operators working in different laboratories on identical material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in 20.

Flash point	18°C (32°F)
Fire point	14°C (25°F)

14.2 The precision data for fire point is not known to have been developed in accordance with Precision Manual RR:D02-1007.⁶

NOTE 18—The precisions for fire point were not determined in the current interlaboratory program. Fire point is a parameter that is not commonly specified, although in some cases, this temperature may be desired.

NOTE 19—The precision for asphalt type samples which have had any formed surface film removed has not been determined.

NOTE 20—The precision for asphalt type samples which have utilized the procedure in Appendix X1 have not been determined.

14.3 *Bias*—The procedure of this test method has no bias because flash point and fire point can be defined only in terms of this test method.

14.4 *Relative Bias*—Statistical evaluation of the data did not detect any significant difference between the reproducibility variances of manual and automated Cleveland flash point results for the samples studied with the exception of multi-viscosity lubricating oil and white mineral oil. Evaluation of the data did not detect any significant difference between averages of manual and automated Cleveland flash point for the samples studied with the exception of multi-viscosity lubricating oil, which showed some bias. In any case of dispute, the flash point as determined by the manual procedure shall be considered the referee test.

14.5 The precision data for flash point were developed in a 1991 cooperative test program using seven samples of base oils, asphalt, and lubricating oils. Five laboratories participated with the manual apparatus and eight laboratories participated with the automated equipment. Information on the type of samples and their average flash point are in the research report available at ASTM Headquarters.⁷

15. Keywords

15.1 automated Cleveland open cup; Cleveland open cup; fire point open cup for flash point; flammability; flash point; petroleum products

⁶ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-1007.

⁷ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: S15-1009.

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. CLEVELAND OPEN CUP TESTER

A1.1 *Test Cup*, conforming to Fig. 3 with dimensions as shown with the figure. The cup shall be made of brass or other non-rusting metal of equivalent heat conductivity. The cup may be equipped with a handle.

A1.2 *Heating Plate*, shall be of sufficient dimension and materials to ensure that thermal heat to the test cup is only applied to the bottom of the test cup and that extraneous heat to the test cup other than to the bottom is minimized. An example for manual apparatus that utilize Bunsen burners or exposed electric heating elements is shown in Fig. 2.

A1.3 *Ignition Source Applicator*—The device for applying the test flame may be of any suitable type. When using a test flame, it is suggested that the tip be 1.6 ± 0.05 mm ($1/16$ in.) in diameter at the end, and that the orifice be approximately 0.8 ± 0.05 mm ($1/32$ in.) in diameter. The device for operating the test flame applicator may be mounted in such a manner as to permit automated duplication of the sweep of the test flame, the radius of swing being not less than 150 mm (6 in.). The center of the

test flame should be supported so that it swings in a plane not greater than 2 mm ($3/64$ in.) above the plane of the rim of the cup. It is desired that a bead, having a diameter of 3.2 to 4.8 mm ($1/8$ to $3/16$ in.), be mounted in a convenient position on the apparatus so that the size of the test flame can be compared to it.

A1.4 *Heater*—Heat may be supplied from any convenient source. The use of a gas burner or alcohol lamp is permitted, but under no circumstances are products of combustion or free flame to be allowed to come up around the cup. An electric heater which can be controlled automatically or controlled by the user is preferred. The source of heat shall be centered under the opening of the heating plate with no local superheating. Flame-type heaters may be protected from drafts or excessive radiation by any suitable type of shield that does not project above the level of the upper surface of the heating plate.

A1.5 *Temperature Measuring Device Support*—Any convenient device that will hold the temperature measuring device

ANEXO B - ASTM D 2016-74

NOTICE: This standard has either been superseded and replaced by a new version or withdrawn.
Contact ASTM International (www.astm.org) for the latest information



Designation: D 2016 – 74 (Reapproved 1983)

H-41-56

Standard Test Methods for MOISTURE CONTENT OF WOOD¹

This standard is issued under the fixed designation D 2016; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

INTRODUCTION

The importance of moisture content control of lumber and other wood products for various uses cannot be overemphasized. Moisture content control in the processing and fabrication of consumer items of wood requires a rapid and reliable means of moisture determination. Four methods of wood moisture content determination are described herein: One, the electronical method, is non-destructive and practically instantaneous; the other three, namely the oven-drying method, a distillation method, and a hygrometric method, are destructive in that they require that the lot be sampled for specimens that are subsequently analyzed for moisture content.

1. Scope

1.1 These methods cover the determination of the moisture content of wood. The methods provide a means whereby producers, fabricators, processors, and users of wood and wood products can facilitate inspection for adherence to moisture quality-control specifications. The requirements, advantages, and limitations of the different methods are outlined.

1.2 The methods described are commonly used in research and by the producing industries to ascertain the amount of moisture present in specific specimens representing the lot or on samples tested with the electronic moisture meters. These different methods are not equally suitable for moisture content determinations in any given case; therefore, it is important to select the one that is best for the intended application and a specific method may be specified. If these methods are referenced without designation of the specific method to be used, it shall be assumed that all methods are equally acceptable and that the choice will be made by the party responsible for the moisture-

content determination. The following guide to the advantages and limitations of the various methods will assist in making the proper choice:

1.2.1 Method A—Oven-Drying Method—

The moisture content is calculated from weight values obtained before and after drying a representative specimen of wood in an oven. This has been the most universally accepted method for determining moisture content in research, in wood-seasoning operations such as air drying, predrying, and kiln drying, in moisture content control techniques in processing in wood-working factories. Its limitations are that it is a destructive test in that the samples representing the lot must be cut to produce the specimens; it takes several hours to make an accurate analysis; and accuracy is limited if the wood contains an appreciable amount of volatile extractives, or if the wood has been impreg-

¹ These methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-7 on Wood.

Current edition approved April 29, 1974. Published June 1974. Originally published as D 2016 – 62 T. Last previous edition D 2016 – 65.



nated with either volatile or nonvolatile chemicals.

1.2.2 Method B—Electronic Moisture Meter Method—Moisture content control often requires a rapid, nondestructive and reliable means of inspection for moisture content, and this requirement is met most conveniently by electronic moisture meters. Reliable results, however, can be obtained with moisture meters only when they are correctly used. A standard procedure should be established and accepted by users of these instruments and the method presented herein is intended to provide a uniform procedure for the use of electronic moisture meters for wood so that determinations made with them may be reliable and strictly comparable.

1.2.3 Method C—Distillation Method—The distillation method is destructive as is the oven-dry method. The procedure for selecting the specimen for analysis is the same as for the oven-drying method. The method is used when the wood contains volatiles other than water, such as pitch or oil-type preservatives, or has been impregnated with other chemicals that are soluble in toluene. The method generally consists of distilling the water from the fractured specimen along with a liquid that is immiscible with water such as toluene, catching the water in a trap and measuring its volume, and calculating the moisture content. The time required for the test method is often less than 2 h. This method also may be used to determine the quantity of any volatile material such as creosote in the wood specimen.

1.2.4 Method D—Hygrometric Method—The hygrometric method is also destructive as are the oven-drying and distillation methods. However, it is a fairly rapid method for obtaining moisture content estimates on wood samples that have been treated with preservatives or other chemicals. The method is limited to wood having a moisture content less than the fiber-saturation point.

2. Definitions and Description of Terms

2.1 Moisture Content of Wood—The moisture content of wood as determined by any of the methods described herein shall be expressed as a percentage of the oven-dry weight of the wood unless otherwise stipulated. The physical and mechanical properties of wood as they vary with changes in moisture content are generally

reported as a function of moisture content expressed as a percentage of the oven-dry weight of the wood. Moisture content values may exceed 100 per cent.

2.2 unit—one of a number of similar products, parts, specimens, etc., of wood.

2.3 lot—a specific quantity of similar wood units or collection of similar units from a common source; in wood moisture-inspection work, the quantity offered for inspection and acceptance at any one time. It may be a collection of mill items such as boards, dimension, dimension stock, or veneer, or semifinished parts or subassemblies such as furniture items, flooring, trusses, beams, or panels, that are inspected for moisture content during production, or a consignment of finished products to be sent out for service.

2.4 sample—a portion of material or a group of units taken from a larger quantity of material or collection of units, which serves to provide information that can be used as a basis for action on the larger quantity or on the production process.

2.5 specimen—a section, block, core, or other type of test piece cut from a sample or, in the case of nondestructive determinations, the area of a sample piece subjected to a moisture content analysis.

3. Sampling

3.1 The objective of sampling for moisture content specimens or for nondestructive electronic moisture meter tests is to obtain values that represent the lot. Three objectives are sought, namely: (1) an unbiased estimate of the population, or lot, mean; (2) an unbiased estimate of the variance; and (3) the estimates to be as accurate as possible for the time and money spent.

METHOD A—OVEN-DRYING METHOD

4. Apparatus

4.1 Oven—An oven that can be maintained at a temperature of 103 ± 2 C (217.4 ± 3.6 F) throughout the drying chamber for the time required to dry the specimen to constant weight. Ovens may require forced-air circulation to maintain uniform temperature. An accurate thermometer or pyrometer shall be used to check the temperature. For convenience, ovens will normally be thermostatically



controlled. Ovens shall be vented to allow the evaporated moisture to escape.

4.2 Weighing Device—A scale or balance that will weigh a specimen within accuracy of ± 0.2 percent. The accuracy and sensitivity of the weighing apparatus shall be checked at least every year against standard weights. Knife edges shall be kept clean to assure accuracy. A torsion balance, Harvard trip balance, triple-beam balance, and automatic direct-reading balance are examples of suitable equipment.

5. Test Specimens

5.1 Specimens vary widely, depending on the type of material being analyzed and the anticipated use of the results. Specimens shall be selected that represent the lot. Unless otherwise specified, specimens shall be full cross sections no less than 25 mm (1 in.) along the grain, but longer as needed to provide a minimum volume of 33 cm³ (2 in.³). The section shall be cut with a sharp saw. All loosely attached slivers shall be removed from the section before it is weighed. Specimens from large items such as logs, poles, posts, piling, and timbers shall be (1) full cross sections, (2) representative sectors of such sections, (3) increment core borings, or (4) auger chips. When the latter two types of specimens are used on round items to represent the average moisture content of the sample, they shall be divided into zones and a weighted average moisture content determined arithmetically from the relative proportion of the cross section each zone represents. Because of the small volume of borings and auger chips, a more sensitive balance is required than would be required for specimens cut from lumber and other sawed items.

6. Procedure

6.1 Initial Weighing—Weigh each specimen immediately after cutting from the sample representing the lot or else protect it from a moisture change until weighed. Weigh each specimen to an accuracy of ± 0.2 percent, for example, if the specimen weighs 250 g, obtain the weight to the nearest 0.5 g. Record the weight either on the specimen or on a data sheet that is numbered to correspond with the number on the specimen. If a delay between cutting the specimen and weighing cannot be avoided, place the specimen in a vapor-tight container or

wrapper immediately upon cutting and allow it to remain in the container or wrapper until it can be weighed. Suitable wrappers can be made of aluminum foil or polyethylene film. The delay between cutting and weighing of the protected specimen shall be as short as possible, but in no case to exceed 2 h. Obtaining weights in grams rather than in grains or ounces simplifies calculations.

6.2 Drying—After they have been weighed, place the specimens in an oven when convenient and heat at 103 ± 2 C (217.4 ± 3.6 F) until they reach constant weight. Place the specimens in the oven in a manner that will allow free access of heated air to each. To test for constant weight, weigh the heaviest specimens at intervals of 2 h or more until they show no further weight loss within the accuracy of weighing required. Avoid drying for periods longer than necessary to achieve constant weight since prolonged distillation or oxidation of the wood will produce a weight loss reflecting a higher-than-actual moisture content. Newly cut specimens should not be placed in the oven with partially dried ones since the drier specimens will be retarded in drying.

NOTE 1—As a guide, an air-dry specimen about 50 by 100 mm (2 by 4 in.) in cross section and 25 mm (1 in.) along the grain will usually attain constant weight within 24 h at the specified temperature when dried in an electric oven having good forced-air circulation.

6.3 Final Weighing—Weigh each specimen immediately after it is removed from the oven upon attaining constant weight or store in a desiccator while awaiting weighing. The accuracy shall be the same as required for initial weighing.

7. Calculation

7.1 Calculate the moisture content as follows:

$$\text{Moisture content, percent} = [(A - B)/B] \times 100$$

or, for more convenient slide rule or computer calculation:

$$\text{Moisture content, percent} = ((A/B) - 1) \times 100$$

where:

A = original weight, and

B = oven-dry weight.

Example—A 25-mm (1-in.) specimen of lumber weighed 56.7 g. After oven-drying, the weight was 52.3 g.

$$\begin{aligned} \text{Moisture content, percent} &= [(56.7 - 52.3)/52.3] \times 100 \\ &= (4.4/52.3) \times 100 = 8.4 \text{ percent} \end{aligned}$$

NOTE 2—If wood has been treated with a waterborne nonvolatile chemical and if the weight of the retained chemical is known, the moisture content may be determined as follows:

$$\text{Moisture content, percent} = [(A - B)/D] \times 100$$

where $D = B -$ weight of retained chemical in sample.

METHOD B—ELECTRONIC MOISTURE METER METHOD

8. Scope

8.1 The range of moisture content in wood that can be measured reliably with electric moisture meters is limited to 0 to 30 percent when using dielectric-type meters, and 6 to 30 percent when using a resistance-type meter. The precision of the meters decreases near the limits of their useful range. This method is applicable only to those species of wood for which calibrations have been established. Species corrections are supplied by moisture meter manufacturers or may be developed from basic resistance-moisture content data (1), (2).²

8.2 The temperature of the lumber affects the readings of electric moisture meters (1); (3); (4). When available temperature corrections (Fig. 1) are used, reliable moisture content determinations may be obtained with a resistance-type meter over a wood temperature range from about -40 to $+90$ C (-40 to 200 F). Temperature corrections for the power-loss and capacitive admittance meters are most accurately made graphically (3), (Figs 2 and 3) but can be put into tabular form for some applications.

8.3 This method is applicable particularly to the manual inspection of wood and wood products using portable equipment, and is not generally applicable to such procedures as automatic inspection of moving material with permanently installed equipment.

9. Apparatus

9.1 *Resistance Meters*—Resistance measurements shall be made with commercial resistance-type moisture meters or electronic ohmmeters capable of measuring resistance from $10 \text{ k}\Omega$ to $1 \text{ M}\Omega$ (10^4 to 10^{12} ohms) to an accuracy of ± 10 percent. No instrument shall be used that applies to the test specimen a d-c potential exceeding 45 V. No attempt shall be

made to measure moisture content with an ohmmeter unless reliable data are available for calibration of the ohmmeter as a moisture meter.

9.2 *Electrodes* for resistance measurements shall be of the needle type. The needles shall be mounted on a fixture of high-quality moisture-resistant insulation, permitting driving the needles into the wood to the proper depth. Surface contact electrodes shall not be used with resistance-type meters. Because of the possibility that unknown moisture gradients exist in the wood, it is desirable to use electrode needles of the type that are covered, except for the tip, with an insulating coating. If for any reason insulated needles cannot be used, the wood shall be tested for surface moisture as described in 11.1.4. If the available electrode needles are too short to penetrate to the required depth, as specified in 11.1.5, substitute electrode needles such as uncoated nails or coated nails from whose tips the coating has been removed may be used. The diameter of the nails is not critical, but nails with a diameter near that of the regular electrode needles are preferred. Measurements on wood 6 mm ($1/4$ in.) or less in thickness shall be made with an electrode consisting of approximately 6 to 12 short, fine needles.

9.3 *Dielectric-Type Meters (Power-Loss and Capacitive-Admittance Type)*—Dielectric-type moisture meters shall be equipped with an electrode suitable for the surface and thickness of the material. No attempt shall be made to use the dielectric meters for moisture measurements unless a reliable calibration, applicable to the species of wood and the type of electrode, is available for the meter being used.

10. Test Specimens

10.1 Specimens for moisture tests may be either whole pieces from the lot being inspected or smaller sections cut from such pieces. If whole pieces are used, readings shall be taken near the middle of the widest surface at least 500 mm (20 in.) from the end of the piece. If sections are cut, these shall be cut so that no less than 500 mm (20 in.) of the piece are discarded from either end, and the sections shall be large enough to contact the electrode

² Boldface numbers in parentheses refer to the list of references appended to this method.

completely with an amount to spare on all sides at least as large as the thickness of the specimen. The moisture content of small sections shall be measured soon after they are cut to prevent error from rapid end-grain drying. Readings shall be taken in areas free of defects such as splits, knots, and decay. When a dielectric meter is used, the surface of the specimen shall conform to the surface for which the available electrode was calibrated.

10.2 The readings of electric moisture meters show some variability, even on specimens that are at the same moisture content, because properties of wood other than moisture content affect these readings. Dielectric meters are affected more than are resistance meters, so the readings of dielectric meters will generally show more variability than corresponding readings of resistance meters. Because of this variability, and because of natural variability in the moisture content of any quantity of lumber, reliable indications of the average moisture content of a given quantity of lumber can be obtained only if a sufficient sample is taken. For routine inspection of any lot of lumber, no fewer than 10 percent of the lot or 20 specimens whichever is greater, shall be tested when using a resistance meter. No fewer than 20 percent of the lot, or 20 specimens, whichever is greater, shall be tested when using a dielectric meter. Specimens shall be selected at random throughout the lot; the only deviation from random selection shall be that defective specimens and specimens that clearly do not represent the lot (different species, thickness, history, etc.) shall be discarded.

11. Procedure

11.1 Using Resistance-Type Meter:

11.1.1 Commercial instruments for measuring moisture content or high resistance usually are accompanied by detailed manuals of instructions. The importance of following these instructions carefully should be stressed. The procedures given here are general and do not supersede instructions provided by the instrument manufacturer. It is particularly important to apply the corrections for species and temperature when they are supplied by the manufacturer.

11.1.2 Test suitable specimens for moisture content according to the instructions for the particular meter being used. Use insulated

needles if they can be obtained. Drive the needles into the wood oriented so the current flows parallel to the grain.

11.1.3 If the reading drifts toward lower moisture content, take the reading immediately after the needle electrodes are driven into the specimen.

11.1.4 When the meter is being used with uninsulated needles, note the moisture indication with the needle points just pricking the surface and as the needles are driven into the wood. If the meter reading with the needles just pricking the surface is as high as that with the needles penetrating one fourth of the specimen thickness, the specimen may have a wet surface and the accuracy of the reading is doubtful. If the meter reading increases progressively as the needles are driven deeper, the specimen does not have a wet surface and uninsulated needles will give correct indications.

11.1.5 Wood of rectangular cross-section that has been drying under reasonably constant equilibrium conditions generally has a moisture distribution across its thickness such that at a depth below the surface of one fourth to one fifth of the thickness the moisture content is equal to the average for the cross section. Correspondingly, for wood of circular cross section, the average moisture content occurs at a depth below the surface of about one sixth to one seventh of the diameter. Therefore to measure the average moisture content with a resistance-type meter, drive the electrode needles to a depth of about one fourth to one fifth of the thickness of specimens of rectangular cross section, and to about one sixth to one seventh of the diameter of cylindrical specimens. If the regular electrode needles are too short to reach the specified depth, use nails or other substitute electrodes. Drive the substitute electrodes to the proper depth and about the same distance apart as the needles on the standard electrode. The reading may then be obtained by touching the regular electrode needles to the exposed ends of the substitute electrode needles.

11.2 Using Dielectric-Type Meters:

11.2.1 The dielectric-type moisture meter causes an alternating electric field to penetrate into the specimen, the depth of this penetration depending principally on the design of the surface-contact electrode. The reading of the

dielectric meters tends to reflect the integrated or average effect of the material penetrated by the field, to a certain extent independent of the moisture distribution. The material nearest the electrode, however, does have a predominant effect on the meter reading because the field is strongest there and consequently inaccuracies can result when a steep moisture gradient exists. For example, temporary high surface moisture content, such as from rain, dew, or very high relative humidity, will result in erroneously high readings of average moisture content. Therefore, no attempt shall be made to use a dielectric moisture meters on material that has recently been exposed to such weather conditions.

11.2.2 It is desirable to take readings with dielectric meters on material more than 50 mm (2 in.) thick on both sides of the specimen and average the results. Large differences in the readings from opposite sides may be due to one surface being temporarily wet, in which case disregard the readings. Take dielectric readings on specimens 25 mm (1 in.) or less in thickness only with the specimen supported on a base of low-density, nonhygroscopic material, such as rigid polystyrene foam, about 30 mm thick. Alternatively, the specimen may be supported as its ends so that it is at least 25 mm (1 in.) away from other solid material and the reading made at the center of the specimen. Take readings on material 3 mm ($\frac{1}{8}$ in.) thick or less only with a special veneer electrode with the specimen supported on a low-density base, as above. Alternatively, the thin material may be stacked into a pile 13 to 25 mm ($\frac{1}{2}$ to 1 in.) in thickness and the reading obtained with a standard lumber electrode, provided that sufficient pressure is exerted to hold the layers in intimate contact, and the thinner stacks are supported on the low-density base as above. The reading in this latter case will be an approximate average of the various layers penetrated by the field, but again those layers nearest the electrode have a predominant effect. Thus, if the individual layers vary greatly in moisture content, the integrated reading of the stack may be considerably different from the true average of all the layers if the layers near the electrode happen to be at extreme levels of moisture content.

11.3 *Effect of Chemicals and Glue Lines*
—Salts or other electrolytes, when present in

wood in abnormal amounts, cause large errors in the readings of electronic moisture meters of all types (5). Do not attempt to determine the moisture content with electric meters of lumber that has been treated with salt preservatives or fire retardants, or that has been in prolonged contact with sea water, unless readings no greater than 8 percent moisture content are obtained, in which case the effect of the retained salts is negligible. Any effect of retained salts is to increase the readings, so electronic meters can still be used to establish upper limits of moisture content on salt-treated wood. Preservatives such as pentachlorophenol and creosote affect the readings of electronic meters only slightly, and usually no corrections are necessary. Moisture measurements with electronic meters on plywood may be subject to large error, depending upon the type of glue used in the plywood (6). In some cases it may be possible to establish a correction factor applicable over a narrow range of moisture to one type of plywood made from one species of wood and using one type of glue. More frequently, however, the readings will be so erratic because of the variable electrical properties of the glue that they will be useless. Generally, do not attempt to determine the moisture content of plywood with electronic meters unless it can be shown conclusively by independent tests that the moisture meter readings are accurate.

11.4 *Temperature Corrections*—If the temperature of the specimen is different from that of the material used for calibrating the meter, apply a temperature correction. This temperature correction may be obtained graphically (Figs. 1, 2, 3). As indicated, the amount of correction varies with the temperature and moisture content.

11.5 *Species Corrections*—If the species of wood being tested is other than that for which the moisture meter is directly calibrated, use a species correction supplied by the instrument manufacturer. Occasionally it may be necessary to obtain moisture meter readings on species for which a correction is not available. In such instances, report the type of meter and the species for which it was calibrated in addition to the observed meter readings.

NOTE 3—The errors in moisture content that are obtained without species correction may be as much as ± 4 percent for a resistance-type meter but are

usually less than this, and may be as much or greater than 10 percent for dielectric meters.

11.6 Precautions in Using Electronic Moisture Meters:

11.6.1 Prolonged exposure of moisture meters to environments of very high humidity, or moving the meter from a cold location to a warm location, can cause surface films of moisture to form on nonconducting parts of the instrument. These surface films temporarily destroy the value of insulators and strongly affect the meter operation. With the resistance meter, moisture films can seriously affect the meter calibration, particularly on low moisture ranges, even though initial balance may be obtainable. This situation usually can be recognized by a large inconsistency between scales or ranges of the meter, but, on the other hand, the error from these moisture films may be unnoticed. With the dielectric meters, if the initial balance or adjustment can be attained with the adjustment control, the effect of those moisture films is largely compensated and reasonably accurate measurements can still be made. The effect of the moisture films is quite variable, however, and when using the dielectric meters in humid weather the initial balance should be checked frequently. Generally, use of moisture meters of any type should be avoided if possible during very humid weather, but if their use is necessary, the meter should be stored in a warm dry location and used in the humid environment only for short periods of time. Particular care is necessary under these conditions to keep the electrode of resistance meters dry.

11.6.2 Occasionally resistance-type moisture meters are used with permanently installed nail or needle electrodes to monitor the moisture content of wood from a remote location. While there is conflicting evidence concerning the value of such a procedure, it should be recognized that large errors may exist in readings so taken, particularly where the wood is at a moisture content of 20 percent or higher. Apparently, the resistance of the interface between the electrode and the wood increases with time until, after an hour or more, it is so high that indications higher than 15 or 20 percent may not be obtained even on green wood. On the other hand, when the wood is at a moisture content below about 15 percent, the error becomes smaller and usually is negligible

on wood at 10-percent moisture content or lower, even if the electrodes have been installed for weeks.

METHOD C—DISTILLATION METHOD

12. Apparatus

12.1 *Extraction Flask*—A 500-ml flask and thimble holder, as shown in Fig. 4. The flask and holder may be combined in one unit.

12.2 *Condenser*—A water-cooled condenser of the cold-finger type, as shown in Fig. 2, or of the straight-tube, Liebig type.

12.3 *Water Trap*—A glass tube preferably having an inside diameter of 9.0 to 10.0 mm and sealed at one end. If a trap with stopcock is used, the stopcock shall be securely held in place by means of a wire. The graduated portion of the tube shall have a capacity of 10 ml. The smallest graduation should be not greater than 0.1 ml with the major divisions marked 1 to 10. The water trap should be chemically clean so that the shape of the meniscus at the end of the test is the same as at the beginning. (The trap may be coated with a silicone resin to give a uniform meniscus. To coat the trap, first clean it with sulfuric acid-chromic acid mixture. Rinse the clean trap with a silicone resin³ and, after draining for a few minutes, bake for 1 h at approximately 200 C.)

12.4 *Extraction Cup*—Either a Wiley siphon cup of suitable size or a basket made of approximately 45-mesh, stainless steel gauze and having the approximate dimensions of 42 mm (1 1/2 in.) in outside diameter and 127 mm (5 in.) in length. The siphon cup is recommended for borings from heavily treated piling. When a siphon cup is used, the loss of wood particles should be prevented either by placing a conical screen at the bottom of the siphon cup or by putting the chips or borings in a wire gauze basket which is then placed inside the siphon cup.

12.5 *Hot Plate*.

12.6 *Weighing Bottle*—The weighing bottle shall have a ground glass stopper and be of sufficient size to contain the wire extraction cup or Wiley siphon described in 12.4.

12.7 *Rod*—A rod approximately 3 mm (1/8 in.) in diameter made of some material to which

³ Dow-Corning 1107 has been found satisfactory for this purpose.



desiccator; then weigh with cover to the nearest 0.01 g. Calculate and record the weight of dry extracted wood.

16. Calculations

16.1 Calculate the moisture content as follows:

$$\text{Moisture content, percent of extracted wood} = [(W_1 + W_2)/W_3] \times 100$$

where:

W_1 = first portion of water, g (15.3),

W_2 = water measured in trap, ml (15.4), and

W_3 = final weight of bottle plus container plus contents minus final tared weight of bottle minus tared weight of container, g. This is the weight of the dry extracted wood.

16.2 Should the weight of the preservative in the sample, volume of the sample, and retention be desired, the following equations shall be used:

$$\begin{aligned} \text{Weight of preservative in sample, g} \\ = W_4 - W_2 - W_3 - W_1 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Weight of preservative in sample, lb} \\ = (W_4 - W_2 - W_3 - W_1)/453.6 \end{aligned}$$

where:

W_4 = original weight of bottle plus container plus content minus original tared weight of bottle minus tared weight of container, g,

W_3 = final weight of bottle plus container plus contents minus final tared weight of bottle minus tared weight of container, g,

W_2 = water measured in trap, ml, and

W_1 = first portion of water, 15.3, g.

$$\text{Volume of sample, ft}^3 = L\pi R^2/1728$$

where:

L = total length of borings, mm (in.), and

R = calibrated diameter of borings.

$$\text{Content of preservative, lb/ft}^3 = W/V$$

where:

W = weight of preservative, lb, and

V = volume of sample, ft³.

METHOD D—HYGROMETRIC METHOD

17. Apparatus

17.1 *Bottles*—Wide-mouth glass bottles of about 500-cm³ capacity. The wood specimens

are placed in the bottle and the sensing element of an electric hygrometer inserted and held in position over the wood specimens by means of a rubber stopper which has been bored and cut to accommodate the cord connecting the sensing element with the indicating meter.

17.2 *Electric Hygrometer (Fig. 5)*—An electric hygrometer that indicates relative humidity over the range from 20 to 90 percent. The instrument calibrated scale or scales should enable reading to 1 percent relative humidity. Temperature correction charts or curves shall be provided by the instrument manufacturer.

18. Test Specimens

18.1 The specimen to be tested should weigh approximately 10 g and should be cut into slices that are about 1.5 to 3 mm ($\frac{1}{16}$ to $\frac{1}{8}$ in.) along the grain. The slices shall be immediately placed in the bottle, which is then sealed by the rubber stopper. If a delay between obtaining the specimen and cutting for test cannot be avoided, the specimen shall be placed in a vapor-tight container or wrapper immediately after it is obtained and remain in the container or wrapper until it can be cut up and placed in the bottle. Suitable wrappers can be made of aluminum foil or polyethylene film. As with the oven-drying method, Method A, the delay between obtaining and cutting the protected specimen for test shall be as small as possible.

19. Procedure

19.1 *Obtaining Equilibrium Relative Humidity*—Place the bottle containing the cut up wood specimen and sensing element of the electric hygrometer where the temperature is fairly constant and can be readily determined. Take readings on the meter at frequent intervals until equilibrium is registered. The time to reach equilibrium will vary from 5 to 30 min depending upon the species of wood, moisture content, and chemicals in the wood. When equilibrium is indicated, record the relative humidity and temperature in degrees Celsius (Fahrenheit).

19.2 *Temperature Correction*—Correct the hygrometer reading of relative humidity for temperature using charts or curves provided by the instrument maker. Figure 6 is an example of such a correction curve. For example, if the hygrometer reading is 62 percent and the

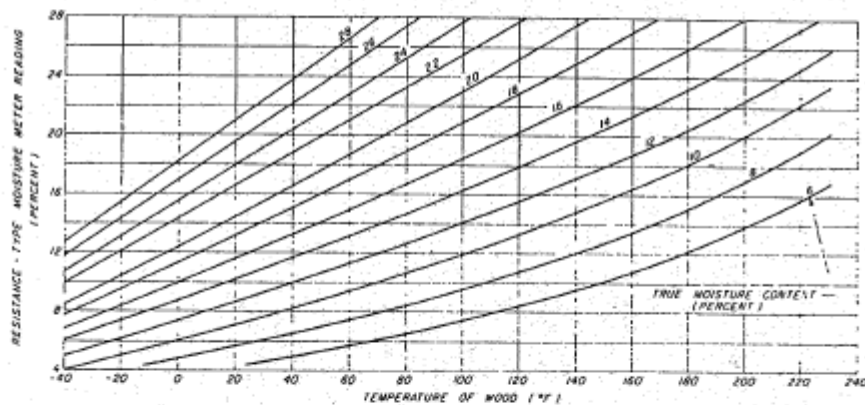
temperature is 16°C (60°F), the correction (Fig. 4) is +3 percent relative humidity, and the corrected reading is 65 percent relative humidity.

19.3 Estimating Wood Moisture Content
—Estimate the moisture content of the wood

specimen by reference to wood equilibrium moisture content charts such as shown in Fig. 7. For example, if the corrected equilibrium relative humidity is 65 percent and the temperature is 16°C (60°F), the estimated moisture content of the wood specimen in the bottle is 12 percent.

REFERENCES

- (1) James, W. L. "Electric Moisture Meters for Wood," *Forest Products Laboratory, FPLIA, No. 08, July 1963.*
- (2) James, W. L. "Calibration of Electric Moisture Meters for Jack and Red Pine, Black Spruce, Paper Birch, Black Ash, Eastern Hemlock, and Bigtooth Aspen," *Forest Product Laboratory, FPLIA Report No. 2208, U.S. Forest Service, February 1961.*
- (3) James, W. L. "Effect of Temperature on the Readings of Electric Moisture Meters," *Forest Products Journal, FPJOA, Vol 18, No. 10, October 1968.*
- (4) Bramhall, G. and Salamon, M., "Combined Species-Temperature Correction Tables for Moisture Meters," Report VP-X-103, *Eastern Forest Products Laboratory, FPLPA, Canadian Forestry Service.*
- (5) James, W. L. "Effects of Wood Preservatives on Electric Moisture Meter Readings," U.S. Forest Service Research Note, *Forest Product Laboratory, FPLIA, Report No. 0106, August 1965.*
- (6) Bell, E., and Krueger, N. "Effect of Plywood Glue Lines on the Accuracy of Moisture Meter Indications," *Forest Products Research Society, FPNOA, Reprint No. 68 1949.*



NOTE—Find meter reading on vertical left margin, follow horizontally to vertical line corresponding to the temperature of the wood, interpolate true moisture from family of curves. Example: if meter indicated 18 percent on wood at 120° F., true moisture content would be 14%. This chart is based on a calibration temperature of 70° F. For other calibration temperatures near 70° F., adequate corrections can be obtained simply by shifting the temperature scale so that the true calibration temperature coincides with 70° on the percent scale. For example, for meters calibrated at 80° F., add 10° to each point on the temperature scale (shift the scale 10° toward the left), and use the chart as before.

FIG. 1 Temperature Corrections for Reading of Resistance-Type Moisture Meters.

ANEXO C - ASTM D-240



Designation: D 240 – 02

An American National Standard

Standard Test Method for Heat of Combustion of Liquid Hydrocarbon Fuels by Bomb Calorimeter¹

This standard is issued under the fixed designation D 240; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the heat of combustion of liquid hydrocarbon fuels ranging in volatility from that of light distillates to that of residual fuels.

1.2 Under normal conditions, this test method is directly applicable to such fuels as gasolines, kerosines, Nos. 1 and 2 fuel oil, Nos. 1-D and 2-D diesel fuel and Nos. 0-GT, 1-GT, and 2-GT gas turbine fuels.

1.3 This test method is not as repeatable and not as reproducible as Test Method D 4809.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.5 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see Sections 7 and 9 and A1.10 and Annex A3.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 129 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (General Bomb Method)²
- D 1018 Test Method for Hydrogen in Petroleum Fractions²
- D 1266 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)²
- D 2622 Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry³
- D 3120 Test Method for Trace Quantities of Sulfur in Light Liquid Petroleum Hydrocarbons by Oxidative Microcoulometry³
- D 3701 Test Method for Hydrogen Content of Aviation Turbine Fuels by Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry³

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.05 on Properties of Fuels, Petroleum, Color and Carbon Material.

Current edition approved April 10, 2002. Published July 2002. Originally published as D 240-77T. Last previous edition D 240-90.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.02.

D 4294 Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy³

D 4809 Test Method for Heat of Combustion of Liquid Hydrocarbon Fuels by Bomb Calorimeter (Precision Method)³

D 5453 Test Method for Determination Of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Motor Fuels and Oils by Ultraviolet Fluorescence⁴

E 1 Specification for ASTM Thermometers⁵

E 200 Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis⁶

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *gross heat of combustion, Q_g (MJ/kg)*—the quantity of energy released when a unit mass of fuel is burned in a constant volume enclosure, with the products being gaseous, other than water that is condensed to the liquid state.

3.1.1.1 *Discussion*—The fuel can be either liquid or solid, and contain only the elements carbon, hydrogen, nitrogen, and sulfur. The products of combustion, in oxygen, are gaseous carbon dioxide, nitrogen oxides, sulfur dioxide, and liquid water. In this procedure, 25°C is the initial temperature of the fuel and the oxygen, and the final temperature of the products of combustion.

3.1.2 *net heat of combustion, Q_n (MJ/kg)*—the quantity of energy released when a unit mass of fuel is burned at constant pressure, with all of the products, including water, being gaseous.

3.1.2.1 *Discussion*—The fuel can be either liquid or solid, and contain only the elements carbon, hydrogen, oxygen, nitrogen, and sulfur. The products of combustion, in oxygen, are carbon dioxide, nitrogen oxides, sulfur dioxide, and water, all in the gaseous state. In this procedure, the combustion takes place at a constant pressure of 0.1012 MPa (1 atm), and 25°C is the initial temperature of the fuel and the oxygen, and the

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2899, United States.

Copyright ASTM International
Printed by IPS under license with ASTM
No reproduction or networking permitted without license from IPS

Licensee/Printed Testing Services CD (5964)14081
Not for Resale, 12/02/02 01:25:54 EDT

final temperature of the products of combustion.

3.1.3 The following relationships may be used for converting to other units (conversion factor is exact only for Btu):

- 1 cal (International Table calorie) = 4.1868 J
- 1 Btu (British thermal unit) = 1055.06 J and refer to an factor not exact
- 1 cal (1.7)g = 0.0041868 MJ/kg
- 1 Btu/lb = 0.002520 MJ/kg

3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 *energy equivalent*—(effective heat capacity or water equivalent) of the calorimeter is the energy required to raise the temperature 1° expressed as MJ/°C.

$$1 \text{ MJ/kg} = 1000 \text{ J/g} \quad (1)$$

In SI, the unit of heat of combustion has the dimension J/kg, but for practical use a multiple is more convenient. The MJ/kg is customarily used for the representation of heats of combustion of petroleum fuels.

NOTE 1—The energy unit of measurement employed in this test method the joule with the heat of combustion reported in megajoules per kilogram.

3.3 Symbols:

3.3.1 The net heat of combustion is represented by the symbol Q_n , and is related to the gross heat of combustion by the following equation:

$$Q_n \text{ (net, 25°C)} = Q_g \text{ (gross, 25°C)} - 0.2122 \times H \quad (2)$$

where:

- Q_n (net, 25°C) = net heat of combustion at constant pressure, MJ/kg.
- Q_g (gross, 25°C) = gross heat of combustion at constant volume, MJ/kg, and
- H = mass % of hydrogen in the sample.⁷

4. Summary of Test Method

4.1 Heat of combustion is determined in this test method by burning a weighed sample in an oxygen bomb calorimeter under controlled conditions. The heat of combustion is computed from temperature observations before, during, and after combustion, with proper allowance for thermochemical and heat transfer corrections. Either isothermal or adiabatic calorimeter jackets can be used.

4.1.1 Temperatures can be measured in degrees Celsius.

4.1.1.1 Temperatures can be recorded in either degrees Fahrenheit or ohms or other units when using electric thermometers. Use the same units in all calculations, including standardization.

4.1.2 Time is expressed in calculations in minutes and decimal fractions thereof. It may be measured in minutes and seconds.

4.1.3 Masses are measured in grams and no buoyancy corrections are applied.

5. Significance and Use

5.1 The heat of combustion is a measure of the energy available from a fuel. A knowledge of this value is essential when considering the thermal efficiency of equipment for producing either power or heat.

⁷ Derivation of equations have been filed at ASTM Headquarters. Request Research Report RR: D62-1346.

5.2 The heat of combustion as determined by this test method is designated as one of the chemical and physical requirements of both commercial and military turbine fuels and aviation gasolines.

5.3 The mass heat of combustion, the heat of combustion per unit mass of fuel, is a critical property of fuels intended for use in weight-limited craft such as airplanes, surface effect vehicles, and hydrofoils. The range of such craft between refueling is a direct function of the heat of combustion and density of the fuel.

6. Apparatus

6.1 *Test Room, Bomb, Calorimeter, Jacket, Thermometers, and Accessories*, as described in Annex A1.

7. Reagents

7.1 *Benzoic Acid, Standard*⁸—Benzoic acid powder must be compressed into a tablet or pellet before weighing. Benzoic acid pellets for which the heat of combustion has been determined by comparison with the National Bureau of Standards sample are obtainable commercially for those laboratories not equipped to pellet benzoic acid.

7.2 *Gelatin Capsules*.

7.3 *Methyl Orange or Methyl Red Indicator*.

7.4 *Mineral Oil*.

7.5 *Oxygen*—Commercial oxygen produced from liquid air can be used without purification. If purification is necessary, see A1.11 (**Warning**—Oxygen vigorously accelerates combustion. See A3.2.).

7.6 *Pressure-Sensitive Tape*—Cellophane tape 38 mm (1½ in.) wide, free of chlorine and sulfur.

7.7 *Alkali, Standard Solution*:

7.7.1 *Sodium Hydroxide Solution* (0.0866 mol/L)—Dissolve 3.5 g of sodium hydroxide (NaOH) in water and dilute to 1 L. Standardize with potassium acid phthalate and adjust to 0.0866 mol/L as described in Practice E 200 (**Warning**—Corrosive. Can cause severe burns or blindness. Evolution of heat produces a violent reaction or eruption upon too rapid mixture with water. See Annex A3.1.)

7.7.2 *Sodium Carbonate Solution* (0.03625 mol/L)—Dissolve 3.84 g of Na₂CO₃ in water and dilute to 1 L. Standardize with potassium acid phthalate and adjust to 0.03625 mol/L as described in Practice E 200.

7.8 *2,2,4-Trimethylpentane (isooctane), Standard*⁹—(**Warning**—Extremely flammable. Harmful if inhaled. Vapors may cause flash fire. See Annex A3.3.)

8. Standardization

8.1 *Determine the Energy Equivalent of the Calorimeter*—Average not less than six tests using standard benzoic acid.¹⁰ These tests should be spaced over a period of not less than three days. Use not less than 0.9 g nor more than 1.1 g of

⁸ Obtainable from the National Institute of Standards Technology, Gaithersburg, MD 20899 as standard sample No. 38.

⁹ Obtainable from the National Institute of Standards Technology, Gaithersburg, MD 20899 as standard sample No. 217b.

¹⁰ See Jensen, H. S., "Precise Measurement of Heat of Combustion with a Bomb Calorimeter," NBS Monograph 7, U. S. Government Printing Office.

standard benzoic acid (C₆H₅COOH). Make each determination according to the procedure described in Section 9 and compute the corrected temperature rise, *t*, as described in 10.1 or 10.2. Determine the corrections for nitric acid (HNO₃) and firing wire as described in 10.3 and substitute in the following equation:

$$W = (Q \times g + e_1 + e_2)t \quad (3)$$

where:

- W* = energy equivalent of calorimeter, MJ/°C,
- Q* = heat of combustion of standard benzoic acid, MJ/g, calculated from the certified value,
- g* = weight of standard benzoic acid sample, g,
- t* = corrected temperature rise, as calculated in 10.1 or 10.2, °C,
- e*₁ = correction for heat of formation of nitric acid, MJ, and
- e*₂ = correction for heat of combustion of firing wire, MJ.

8.1.1 Repeat the standardization tests after changing any part of the calorimeter and occasionally as a check on both calorimeter and operating technique.

8.2 *Checking the Calorimeter for Use with Volatile Fuels*—Use 2,2,4-trimethylpentane to determine whether the results obtained agree with the certified value (47.788 MJ/kg, weight in air) within the repeatability of the test method. If results do not come within this range, the technique of handling the sample may have to be changed (Annex A1.8). If this is not possible or does not correct the error, run a series of tests using 2,2,4-trimethylpentane to establish the energy equivalent for use with volatile fuels.

8.3 *Heat of Combustion of Pressure-Sensitive Tape or Gelatin/Mineral Oil*—Determine the heat of combustion of either the pressure-sensitive tape or 0.5 g gelatin capsule/mineral oil in accordance with Section 9 using about 1.2 g of tape or 0.5 g gelatin capsule/mineral oil and omitting the sample. Make at least three determinations and calculate the heat of combustion as follows:

$$Q_{\text{net}} = (\Delta t \times W - e_1)/1000 \quad (4)$$

where:

- Q*_{net} = heat of combustion of the pressure-sensitive tape or mineral oil, MJ/kg,
- Δt = corrected temperature rise, as calculated in accordance with 10.1 or 10.2, °C,
- W* = energy equivalent of the calorimeter, MJ/°C,
- e*₁ = correction for the heat of formation of HNO₃, MJ, and
- a* = mass of the pressure-sensitive tape or gelatin capsule/mineral oil, g.

Average the determinations, and redetermine the heat of combustion of the tape or gelatin capsule/mineral oil whenever a new roll or batch is started.

9. Procedure

9.1 *Weight of Sample*—Control the weight of sample (including any auxiliary fuel) so that the temperature rise produced by its combustion will be equal to that of 0.9 to 1.1 g of benzoic acid (Note 2). Weigh the sample to the nearest 0.1 mg.

NOTE 2—If the approximate heat of combustion of the sample is known, the required weight can be estimated as follows:

$$g = 26.454Q_s \quad (5)$$

where:

- g* = mass of sample, g, and
- Q*_s = MJ/kg.

Some fuels contain water and particulate matter (ash) that will degrade calorimetric values. If the heat of combustion is required on a clean fuel, filter the sample to remove free water and insoluble ash before testing.

9.1.1 For highly volatile fluids, reduce loss with use of tape or gelatin capsule mineral oil.

NOTE 3—Acceptable procedures for handling volatile liquids include those described in the reports referenced at the end of this test method. References (1-6) describe glass sample holders; (7) describes a metal sample holder; (8) describes a gelatin sample holder.

9.1.2 *Tape*—Place a piece of pressure-sensitive tape across the top of the cup, trim around the edge with a razor blade, and seal tightly. Place 3 by 12-mm strip of tape creased in the middle and sealed by one edge in the center of the tape disk to give a flap arrangement. Weigh the cup and tape. Remove from the balance with forceps. Fill a hypodermic syringe with the sample. The volume of sample can be estimated as follows:

$$V = (W \times 0.00032)/(Q \times D) \quad (6)$$

where:

- V* = volume of sample to be used, mL,
- W* = energy equivalent of calorimeter, J/°C,
- Q* = approximate heat of combustion of the sample, MJ/kg, and
- D* = density, kg/m³, of the sample.

9.1.2.1 Add the sample to the cup by inserting the tip of the needle through the tape disk at a point so that the flap of tape will cover the puncture upon removal of the needle. Seal down the flap by pressing lightly with a metal spatula. Reweigh the cup with the tape and sample. Take care throughout the weighing and filling operation to avoid contacting the tape or cup with bare fingers. Place the cup in the curved electrode and arrange the fuse wire so that the central portion of the loop presses down on the center of the tape disk.

9.1.3 *Gelatin/Mineral Oil*—Weigh the cup and gelatin capsule. The capsule should only be handled with forceps. Add the sample to the capsule. Reweigh the cup with capsule and sample. If poor combustion is expected with the capsule, add several drops of mineral oil on the capsule and reweigh the cup and contents. Place the cup in the curved electrode and arrange the fuse wire so that the central portion of the loop contacts the capsule and oil.

9.2 *Water in Bomb*—Add 1.0 mL of water to the bomb from a pipet.

9.3 *Oxygen*—With the test sample and fuse in place, slowly charge the bomb with oxygen to 3.0-MPa (30-atm) gage pressure at room temperature (9.3.1). Do not purge the bomb to remove entrapped air (Warning—Be careful not to overcharge the bomb. If, by accident, the oxygen introduced into the bomb should exceed 4.0 MPa, do not proceed with the combustion. An explosion might occur with possible violent rupture of the bomb. Detach the filling connection and exhaust the bomb in

the usual manner. Discard the sample, unless it has lost no weight, as shown by reweighing.)

9.3.1 Lower or higher initial oxygen pressures can be used within the range from 2.5 to 3.5 MPa, provided the same pressure is used for all tests, including standardization.

9.4 *Calorimeter Water*—Adjust the calorimeter water temperature before weighing as follows:

Isenthalpic jacket method	1.6 to 2.0°C below jacket temperature
Adiabatic jacket method	1.0 to 1.4°C below room temperature

This initial adjustment will ensure a final temperature slightly above that of the jacket for calorimeters having an energy equivalent of approximately 10.2 kJ/°C. Some operators prefer a lower initial temperature so that the final temperature is slightly below that of the jacket. This procedure is acceptable, provided it is used in all tests, including standardization.

9.4.1 Use the same amount (± 0.5 g) of distilled or deionized water in the calorimeter vessel for each test. The amount of water (2000 g is usual) can be most satisfactorily determined by weighing the calorimeter vessel and water together on a balance. The water can be measured volumetrically if it is measured always at the same temperature.

9.5 *Observations, Isothermal Jacket Method*—Assemble the calorimeter in the jacket and start the stirrer. Allow 5 min for attainment of equilibrium, then record the calorimeter temperatures (Note 4) at 1-min intervals for 5 min. Fire the charge at the start of the sixth minute and record the time and temperature, t_0 . Add to this temperature 60 % of the expected temperature rise, and record the time at which the 60 % point is reached (Note 5). After the rapid rise period (about 4 to 5 min), record temperatures at 1-min intervals on the minute until the difference between successive readings has been constant for 5 min.

Note 4—Use a magnifier and estimate all readings (except those during the rapid rise period) to the nearest 0.002°C when using ASTM Bomb Calorimeter Thermometer 56C. Estimate Beckmann thermometer readings to the nearest 0.001°C and 25- Ω resistance thermometer readings to the nearest 0.0001 Ω . Tap mercurial thermometers with a pencil just before reading to avoid errors caused by mercury sticking to the walls of capillary.

Note 5—When the approximate expected rise is unknown, the time at which the temperature reaches 60 % of the total can be determined by recording temperatures at 45, 60, 75, 90, and 105 s after firing and interpolating.

9.6 *Observations, Adiabatic Jacket Method* (Note 6)—Assemble the calorimeter in the jacket and start the stirrer. Adjust the jacket temperature to be equal to or slightly lower than the calorimeter, and run for 5 min to obtain equilibrium. Adjust the jacket temperature to match the calorimeter within $\pm 0.01^\circ\text{C}$ and hold for 3 min. Record the initial temperature and fire the charge. Adjust the jacket temperature to match that of the calorimeter during the period of rise, keeping the two temperatures as nearly equal as possible during the rapid rise, and adjusting to within $\pm 0.01^\circ\text{C}$ when approaching the final equilibrium temperature. Take calorimeter readings at 1-min intervals until the same temperature is observed in three successive readings. Record this as the final temperature. Time intervals are not recorded as they are not critical in the adiabatic method.

Note 6—These instructions supersede the instructions given in 9.5 when using jackets equipped for adiabatic temperature control.

9.7 *Analysis of Bomb Contents*—Remove the bomb and release the pressure at a uniform rate such that the operation will require not less than 1 min. Examine the bomb interior for evidence of incomplete combustion. Discard the test if unburned sample or sooty deposits are found.

9.7.1 Wash the interior of the bomb, including the electrodes and sample holder, with a fine jet of water and quantitatively collect the washings in a beaker. Use a minimum of wash water, preferably less than 350 mL. Titrate the washings with standard alkali solution, using methyl orange or methyl red indicator.

9.7.2 Remove and measure the combined pieces of unburned firing wire, and subtract from the original length. Record the difference as *wire consumed*.

9.7.3 Determine the sulfur content of the sample if it exceeds 0.1 %. Determine sulfur by analyzing the bomb washings remaining after the acid titration, using the procedure described in Test Methods D 129, D 1266, D 2622, D 3120, D 4294, or D 5453.

10. Calculation

10.1 *Temperature Rise in Isothermal Jacket Calorimeter*—Using data obtained as prescribed in 9.5, compute the temperature rise, t , in an isothermal jacket calorimeter as follows:

$$t = t_c - t_0 - r_2(b - a) - r_1(c - b) \tag{7}$$

where:

- t = corrected temperature rise,
- a = time of firing,
- b = time (to nearest 0.1 min) when the temperature rise reaches 60 % of total,
- c = time at beginning of period in which the rate of temperature change with time has become constant (after combustion),
- t_0 = temperature at time of firing, corrected for thermometer error (10.1.1),
- t_c = temperature at time, c , corrected for thermometer error (10.1.1),
- r_1 = rate (temperature units per minute) at which temperature was rising during 5-min period before firing, and
- r_2 = rate (temperature units per minute) at which temperature was rising during the 5-min period after time c . If the temperature is falling, r_2 is negative and the quantity $-r_2(c - b)$ is positive.

10.1.1 All mercury-in-glass thermometers shall be corrected for scale error, using data from the thermometer certificate prescribed in Annex A1, A1.5.1, or A1.5.2. Beckmann thermometers also require a setting correction and an emergent stem correction (Annex A2, A2.1.2). Solid-stem ASTM Thermometers 56F and 56C do not require emergent stem corrections if all tests, including standardization are performed within the same 5.5°C interval. If operating temperatures exceed this limit, apply a differential emergent stem correction (Annex A2, A2.1.1) to the correct temperature rise, t , in all tests, including standardization.

10.2 *Temperature Rise in Adiabatic Jacket Calorimeter*—

Using data obtained as prescribed in 9.6, compute the temperature rise, t , in an adiabatic jacket calorimeter as follows:

$$t = t_f - t_o \quad (8)$$

where:

- t = corrected temperature rise,
- t_o = temperature when charge was fired, corrected for thermometer error (10.1.1), and
- t_f = final equilibrium temperature, corrected for the thermometer error (10.1.1).

10.3 *Thermochemical Corrections (Annex A2)*—Compute the following for each test:

- e_1 = correction for heat of formation of nitric acid (HNO₃), MJ = cm³ of standard (0.0866 N) NaOH solution used in titration × 5/10⁶,
- e_2 = correction for heat of formation of sulfuric acid (H₂SO₄), MJ = 58.0 × percentage of sulfur in sample × mass of sample/10⁶,
- e_3 = correction for heat of combustion of firing wire, MJ, = 1.13 × millimetres of iron wire consumed/10⁶, = 0.96 × millimetres of Chromel C wire consumed/10⁶, and
- e_4 = correction for heat of combustion of pressure-sensitive tape or gelatin capsule and mineral oil, MJ = mass of tape or capsule oil, g × heat of combustion of tape or capsule/oil, MJ/kg/10⁶.

10.4 *Gross Heat of Combustion*—Compute the gross heat of combustion by substituting in the following equation:

$$Q_g = (W - e_1 - e_2 - e_3 - e_4)/1000 \quad (9)$$

where:

- Q_g = gross heat of combustion, at constant volume expressed as MJ/kg,
- t = corrected temperature rise (10.1 or 10.2), °C,
- W = energy equivalent of calorimeter, MJ/°C (8.1),
- e_1, e_2, e_3, e_4 = corrections as prescribed in 10.3, and
- g = weight of sample, g.

NOTE 7—The gross heat of combustion at constant pressure may be calculated as follows:

$$Q_{gp} = Q_g + 0.006145H \quad (10)$$

where:

- Q_{gp} = gross heat of combustion at constant pressure, MJ/kg, and
- H = hydrogen content, mass %.

10.5 *Net Heat of Combustion:*

10.5.1 If the percentage of hydrogen, H , in the sample is known, the net heat of combustion may be calculated as follows:

$$Q_n = Q_g - 0.2122 \times H \quad (11)$$

where:

- Q_n = net heat of combustion at constant pressure, MJ/kg,
- Q_g = gross heat of combustion at constant volume, MJ/kg, and

H = mass percent of hydrogen in the sample.

When the percentage of hydrogen is not known, determine the hydrogen in accordance with Test Methods D 1018 or D 3701.

10.5.2 If the percentage of hydrogen in aviation gasoline and turbine fuel samples is not known, the net heat of combustion may be calculated as follows:

$$Q_n = 10.025 + (0.7195)Q_g \quad (12)$$

where:

- Q_n = net heat of combustion at constant pressure, MJ/kg,
- Q_g = gross heat of combustion at constant volume, MJ/kg.

NOTE 8—Eq 12 is recommended only if the percentage of hydrogen is not known. It is based on Eq 11 and an empirical relation between Q_n and the percentage of hydrogen in aviation gasolines and turbine fuels, developed from data by Jessup and Crago.¹¹

11. *Report*

11.1 Net heat of combustion is the quantity required in practical applications. The net heat should be reported to the nearest 0.005 MJ/kg.

NOTE 9—Usually the gross heat of combustion is reported for fuel oils in preference to net heat of combustion to the nearest 0.005 MJ/kg.

11.2 To obtain the gross or net heat of combustion in cal (I.T.)/g or Btu/lb divide by the appropriate factor reporting to the nearest 0.5 cal/g or 1 Btu/lb.

$$Q_{cal}/g = (Q, MJ/kg)/0.002326 \quad (13)$$

$$Q_{Btu}/lb = (Q, MJ/kg)/0.0041868 \quad (14)$$

12. *Precision and Bias*¹²

12.1 *Precision*—The precision of this test method as obtained by statistical examination of interlaboratory test results is as follows:

12.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the values shown in the following table only in one case in twenty.

Repeatability	0.13 MJ/kg
---------------	------------

12.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results, obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the values shown in the following table only in one case in twenty.

¹¹ Jessup, R. S., and Crago, C. S., "Net Heat of Combustion of AN-F-28 Aviation Gasolines," Nat. Advisory Committee for Aeronautics, *Technical Note No. 996*, June 1945, and Joseph A. Cogliano and Ralph S. Jessup, "Relation Between Net Heat of Combustion and Aniline-Gravity Product of Aircraft Fuels," Nat. Institute of Standards Technology Report 2348, March 1953.

¹² The summary of cooperative test data from which these repeatability and reproducibility values were calculated was published for information as Appendix XII in the 1957 Report of Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants. The summary of test data was also published from 1958 to 1966, inclusive, in Appendix III to ASTM Test Method D 240. Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-38.

12.2 *Bias*—No general statement is made on bias for the standard since comparison with accepted reference materials (covering the range of values expected when the method is used) is not available.

13.1 bomb calorimeter methods; gross heat of combustion; heat of combustion; heating tests; net heat of combustion

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. APPARATUS FOR HEAT OF COMBUSTION TEST

A1.1 *Test Room*—The room in which the calorimeter is operated must be free from drafts and not subject to sudden temperature changes. The direct rays of the sun shall not strike the jacket or thermometers. Adequate facilities for lighting, heating, and ventilating shall be provided. Thermostatic control of room temperature and controlled relative humidity are desirable.

A1.2 *Oxygen Bomb*—The oxygen bomb is to have an internal volume of 350 ± 50 mL. All parts are to be constructed of materials which are not affected by the combustion process or products sufficiently to introduce measurable heat input or alteration of end products. If the bomb is lined with platinum or gold, all openings shall be sealed to prevent combustion products from reaching the base metal. The bomb must be designed so that all liquid combustion products can be completely recovered by washing the inner surfaces. There must be no gas leakage during a test. The bomb must be capable of withstanding a hydrostatic pressure test to a gage pressure of 3000 psi (20 MPa) at room temperature, without stressing any part beyond its elastic limit. (See Note 3.)

A1.3 *Calorimeter*—The calorimeter (Note A1.1) vessel shall be made of metal (preferably copper or brass) with a tarnish-resistant coating, and with all outer surfaces highly polished. Its size shall be such that the bomb will be completely immersed in water when the calorimeter is assembled. It shall have a device for stirring the water thoroughly and at a uniform rate, but with minimum heat input. Continuous stirring for 10 min shall not raise the calorimeter temperature more than 0.01°C starting with identical temperatures in the calorimeter, room, and jacket. The immersed portion of the stirrer shall be coupled to the outside through a material of low heat conductivity.

NOTE A1.1—As used in this test method, the term *calorimeter* designates the bomb, the vessel with stirrer, and the water in which the bomb is immersed.

A1.4 *Jacket*—The calorimeter shall be completely enclosed within a stirred water jacket and supported so that its sides, top, and bottom are approximately 10 mm from the jacket wall. The jacket can be arranged so as to remain at substantially constant temperature, or with provision for rapidly adjusting the jacket temperature to equal that of the calorimeter for adiabatic operation. It must be constructed so that any water evaporating

from the jacket will not condense on the calorimeter.¹³

A1.4.1 A double-walled jacket with a dead-air insulation space may be substituted for the constant-temperature water jacket if the calorimeter is operated in a constant-temperature ($\pm 2^\circ\text{F}$) ($\pm 1^\circ\text{C}$) room. The same ambient conditions must be maintained for all experiments, including standardization.

A1.5 *Thermometers*—Temperatures in the calorimeter and jacket shall be measured with the following thermometers or combinations thereof:

A1.5.1 *Etched Stem, Mercury-in-Glass, ASTM Bomb Calorimeter Thermometer* having a range from 66 to 95°F or 19 to 35°C , 18.9 to 25.1°C , or 23.9 to 30.1°C , as specified, and conforming to the requirements for Thermometer 56F, 56C, 116C, or 117C, respectively, as prescribed in Specification E 1. Each of these thermometers shall have been tested for accuracy at intervals no larger than 2.5°F or 2.0°C over the entire graduated scale. Corrections shall be reported to 0.005°F or 0.002°C , respectively, for each test point.

A1.5.2 *Beckmann Differential Thermometer*, range 6°C reading upward as specified and conforming to the requirements for Thermometer 115C as prescribed in Specification E 1. Each of these thermometers shall be tested for accuracy at intervals no larger than 1°C over the entire graduated scale and corrections reported to 0.001°C for each test point.

A1.5.3 *Calorimetric Type Platinum Resistance Thermometer*, 25°C .

A1.6 *Thermometer Accessories*—A magnifier is required for reading mercury-in-glass thermometers to one tenth of the smallest scale division. This shall have a lens and holder designed so as not to introduce significant errors due to parallax.

A1.6.1 A Wheatstone bridge and galvanometer capable of measuring resistance of 0.0001Ω are necessary for use with resistance thermometers.

A1.7 *Timing Device*—A watch or other timing device capable of measuring time to 1 s is required for use with the isothermal jacket calorimeter.

¹³ The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is Parr Instrument Co., 211 Fifty-Third St., Moline, IL 61285. If you are aware of alternative supplies, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend.

ANEXO D - ASTM D6683

NOTICE: This standard has either been superseded and replaced by a new version or withdrawn. Contact ASTM International (www.astm.org) for the latest information



Designation: D 6683 – 01

Standard Test Method for Measuring Bulk Density Values of Powders and Other Bulk Solids¹

This standard is issued under the fixed designation D 6683; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers an apparatus and procedure for determining a range of bulk densities of powders and other bulk solids as a function of compaction pressure.

1.2 This test method should be performed in the laboratory under controlled conditions of temperature and humidity.

1.3 This test method is similar to those of B 212-89(1995) Test Method for Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders, D 29-86(1994) Test Methods for Sampling and Testing Lac Resins, D 2854-89(1993) Test Method for Apparent Density of Activated Carbon.

1.4 The values stated are in SI Units and are to be regarded as the standard.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 653 Terminology Relating to Soil, Rock, and Contained Fluids²

D 4753 Specification for Evaluating, Selecting, and Specifying Balances and Scales for Use in Testing Soil, Rock, and Related Construction Materials²

3. Terminology

3.1 Definitions of terms used in this test method shall be in accordance with Terminology D 653.

3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 *area of the lid (A_L)*—this is the area of the cover in m^2 .

3.2.2 *incremental height (h_m)*—the height due to the addition of weights in m.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D16 on Soil and Rock and is the direct responsibility of Subcommittee D16.24 on Characterization and Handling of Powders and Bulk Solids.

Current edition approved June 10, 2001. Published October 2001.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.06.

3.2.3 *initial bulk density (ρ)*—the initial density (Kg/m^3) when the cup is filled, prior to compressing the material with the weights.

3.2.4 *initial height (H_i)*—the initial height prior to compressing the specimen in m.

3.2.5 *maximum consolidation pressure (P_m)*—the maximum desired pressure at which a bulk density value is to be determined in kPa.

3.2.6 *maximum force (W_m)*—the weight that produces the maximum consolidation pressure (P_m) appropriate for the application: ($W_m = P_m \times A_L$). Units are in kN.

4. Summary of Test Method

4.1 Bulk density values are determined by measuring the volume change of a given mass of bulk solid under increasing compaction pressure conditions.

5. Significance and Use

5.1 The data from this test can be used to estimate the bulk density of materials in bins, hoppers and for material handling applications such as silos.

5.2 The test results can be greatly affected by the sample selected for testing. For meaningful results it is necessary to select a representative sample of the particulate solid with respect to moisture content, particle size distribution and temperature. For the tests an appropriate size sample should be available, and a fresh material should be used for each individual test specimen.

5.3 Initial bulk density may or may not be used as the minimum bulk density. This will depend on the material being tested.

5.4 Bulk density values may be dependent upon the magnitude of the load increments. Traditionally, the load is doubled for each increment resulting in a load-increment ratio of 1. Smaller than standard load increment ratios may be desirable for materials that are highly sensitive to the load increment ratio.

5.5 Bulk density values may be dependent upon the duration of each load increment. Traditionally, the load duration is the same for each increment and equal to 15 s. For some materials,

the rate of consolidation is such that complete consolidation (dissipation of excess pore pressure) will require significantly more than 15 s.

6. Apparatus

A schematic of the arrangement of the test apparatus of the system is shown in Fig. 1.

6.1 *Balance*, having a capacity to determine mass by using weight per class GP1 scale as per method ASTM document D 4753.

6.2 *Stand*, to support the density cup, and to mount the dial indicator. The stand must be level and securely mounted on a vibration free base to support the test apparatus.

6.3 *Density Cup*, with cover to contain the test specimen. Density cup cover has a ball mounted in the center. The density cup is to be a cylindrical cup with the minimum cell diameter of 64 mm and a minimum height of 21 mm or five times the diameter of the largest particle whichever results largest cell height. The ratio of diameter to height must be at least 3:1.

6.4 *Weights*, to be used with the weight hanger for consolidation purposes.

6.5 *Weight Hanger*, to support weights, and guide load onto the density cup cover.

6.6 *Dial or Digital Displacement Indicator*, to measure height. Dial indicator should be able to read in 0.02 mm increments.

6.7 *Plug*, or gage block is used to zero the dial indicator and should equal in length to the inside height of the density cup.

6.8 *Weight Support*, to support weights as they are added to compress the material.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Calibrate the balance and set it on a sturdy table or bench for accurate measurement.

7.2 Make sure that the density cup and cover are clean and free of foreign material prior to starting each new test.

7.3 Calibrate the weights and keep them clean of foreign material.

7.4 Select a minimum of five weights to be used according to the following procedure. Additional weights may be used if more data points are desired or required.

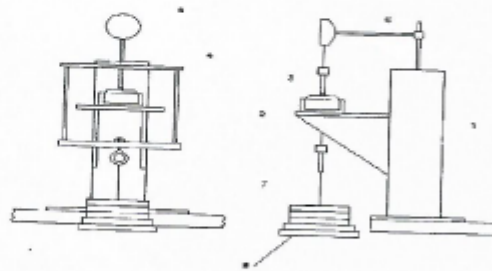
7.4.1 Calculate the maximum force W_m . (This will be one of the weights.)

7.4.2 Divide the maximum force W_m in half then in half again and continue until at least five weights have been identified.

8. Procedure

8.1 Determine the mass of the density cup and record this value to the nearest 0.1 g on a test data sheet as the tare weight.

8.2 Determine the weight of the cover and the weight hanger (this weight along with the spring force from the dial indicator, become the initial weight). Be sure this weight is less than the smallest weight to be used. These are to be recorded to the nearest 0.1 g on a test data sheet, and the total of these will be used as the first compression weight.



- | | |
|------------------|--------------------------|
| 1. Stand | 5. Dial indicator |
| 2. Density cup | 6. Dial indicator holder |
| 3. Cover | 7. Weights |
| 4. Weight hanger | 8. Mass support |

FIG. 1 Test Apparatus

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Feb 24 08:48:11 EST 2015 2
 Downloaded/printed by
 (Universidad Federico Santa Maria) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

8.3 Insert the plug, (or gage block) inside the density cup. Place the cover on the plug, next place the density cup on the test stand, and then place the weight hanger on the cover. Position the dial indicator on the top of the weight hanger, then set the dial indicator to zero. Now carefully lift the plunger of the dial indicator far enough to be able to slide the density cup out from under the dial indicator so when the material is put into the density cup, you won't accidentally bump the dial indicator.

8.4 Remove the weight hanger, then the cover and plug.

8.5 Place the test specimen into a mixing bowl, and stir the material with a spatula to be assured the material hasn't agglomerated from transit. Avoid segregation of material.

8.6 Carefully spoon the material into the density cup as loosely as possible to the point of overflowing. Scrape off all excess material using a straight flat scraper. The angle of the scraper as it is drawn across the density cup should be such that it does not compress the sample in the cup. Allow the sample to set for approximately one minute. If the sample has settled below the top of the density cup add additional material to bring the level above the cover and scrape again. Weigh the density cup again with the material in the cup. Be careful not to spill any material. Record this value to the nearest 0.1 g on the test data sheet.

8.7 Place the density cup back on the stand, then carefully place the cover so it is centered on the density cup. Place the centering rod of the weight hanger over the ball which is mounted to the center of the cover, and is used as a pivot for the weight hanger. Slowly lift the plunger of the dial indicator, and slide the cup, cover and hanger under the plunger. Allow the plunger to come down and rest on the weight hanger. Record the height indicated by the dial indicator due to the mass of the cover, the weight hanger, and the spring force to the nearest 0.02 mm on the test data sheet. This is the first height.

8.8 Hang the weight support on the bottom of the weight hanger. Record the height due to this additional weight to the nearest 0.02 mm on the test data sheet.

8.9 Record the height to the nearest 0.02 mm with each weight that is added. Record each weight added allowing 15 s between the change in loads as well as the change in height, as indicated by the dial indicator. Usually 5 weights will be sufficient to accomplish the maximum compaction. However, there may be times when more than 5 weights are required. If this is the case, continue to add weights until there is no further compaction indicated by additional height on the dial indicator. The number of points to establish the desired consolidation pressure is based on how the data will be used, and will dictate how many weights must be used.

Note 1—At the completion of the test, visually inspect the cover's position with respect to the density cup. If it is visibly tilted, the test is not valid and should be repeated, paying particular attention to procedure

steps 8.5 and 8.6. Tilting of the lid is most often caused by non-uniform initial bulk density in the density cup.

8.10 From the data recorded, calculate and plot the bulk density and consolidation pressure.

9. Calculation

9.1 To calculate the initial bulk density (V_{01}), subtract the mass of the density cup from the value obtained of the density cup with material in it. This mass is in kilograms. To calculate the volume of the density cup multiply the area of the inside diameter of the cup by the depth of the cup.

$$Vol_1 = \pi \times (D)^2/4 \times h_1 \text{ (m}^3\text{)}$$

where:

D = the inside diameter of the density cup, in m,

h_1 = the overall inside depth of the density cup, in m, and

$initial\ density = net\ mass/Vol_1$.

9.2 Calculate the volume based on the original depth of the cup, minus the height indicated by the dial indicator [times $\pi \times (D)^2/4$]. With each additional weight added, a new density can be calculated. To calculate each consolidation pressure, add the mass of the cover, the mass of the weight hanger, the spring force of the dial indicator and any additional weights used then divide by the inside area of the density cup.

$$Vol_n = \pi \times (D)^2/4 \times h_n$$

where:

h_n = the new depth in m for each additional weight.

10. Report

10.1 A curve is then generated from the data obtained with this test. The heading of the curve would be, "Bulk density as a function of consolidation pressure," with the "x" axis being the consolidation pressure in kPa (1000 N/m²) and the "y" axis being the bulk density in kg/m³. The data is then plotted on a log-log graph. As an alternate, the data could be plotted on a log-log graph.

11. Precision and Bias

11.1 Data are being evaluated to determine the precision of this method. In addition, Subcommittee D18.24 is seeking pertinent data from users of this test method.

11.2 There is no accepted reference value for this test method, therefore, bias cannot be determined.

11.3 In almost all cases there is not a reference value for test methods under the jurisdiction of D18. Therefore, the statement as given above should be used.

12. Keywords

12.1 bulk density; bulk solids; compaction pressure; powder

 **D 6683 – 01**

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2858, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 810-832-9585 (phone), 810-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

ANEXO E : Análisis elemental



INFORME DE ANÁLISIS N° QUI-055-20

Fecha emisión:
28.01.2021

Información del cliente	
Nombre de la empresa	Universidad Técnica Federico Santa María. Casa Central
Solicitante	Fabián Guerrero
Dirección	Departamento de Ingeniería Mecánica

Información del análisis y muestra			
Análisis solicitado	Carbono, Hidrógeno, Nitrógeno, Oxígeno, Azufre		
Tipo de muestra	Muestra sólida		
Identificación muestra	Corteza molida de eucalipto	CI 090	
Fecha de recepción	21 de diciembre de 2020	Fecha Inicio Análisis	12 de enero de 2021
Método utilizado	Análisis elemental: Thermo Finnigan. Modelo Flash EA. Serie 1112.		
Responsable muestreo	Fabián Guerrero		

RESULTADOS:

Análisis	Unidad de medición	Resultados en base recibida (1)
		CI 090
Carbono	[g C/100 g de muestra]	44,7 ± 0,2
Hidrógeno	[g H/100 g de muestra]	6,0 ± 0,1
Nitrógeno	[g N/100 g de muestra]	0,715 ± 0,007
Oxígeno	[g O/100 g de muestra]	33,5 ± 0,1
Azufre	[g S/ 100 g de muestra]	< 0,44

(1): Los resultados se expresan con el siguiente formato: X ± s; donde X corresponde al valor promedio entre las porciones de muestra analizadas y s es la desviación estándar de los valores obtenidos.

Observaciones:

Fin del documento


Gisela Bruhn
Químico analista




María Elena Ortiz
Jefe de Laboratorio

Av. España 1680, Valparaíso
www.labqi.cl

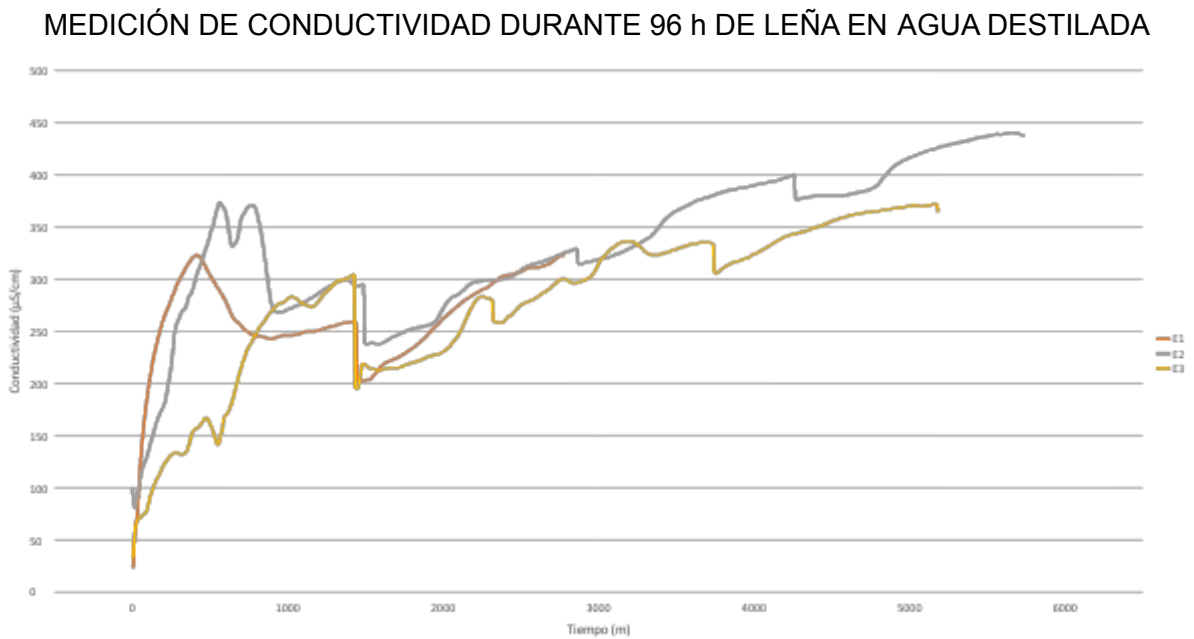
servicios.analiticos@usm.cl
32 2 654219

QUI-055-20
Versión 01

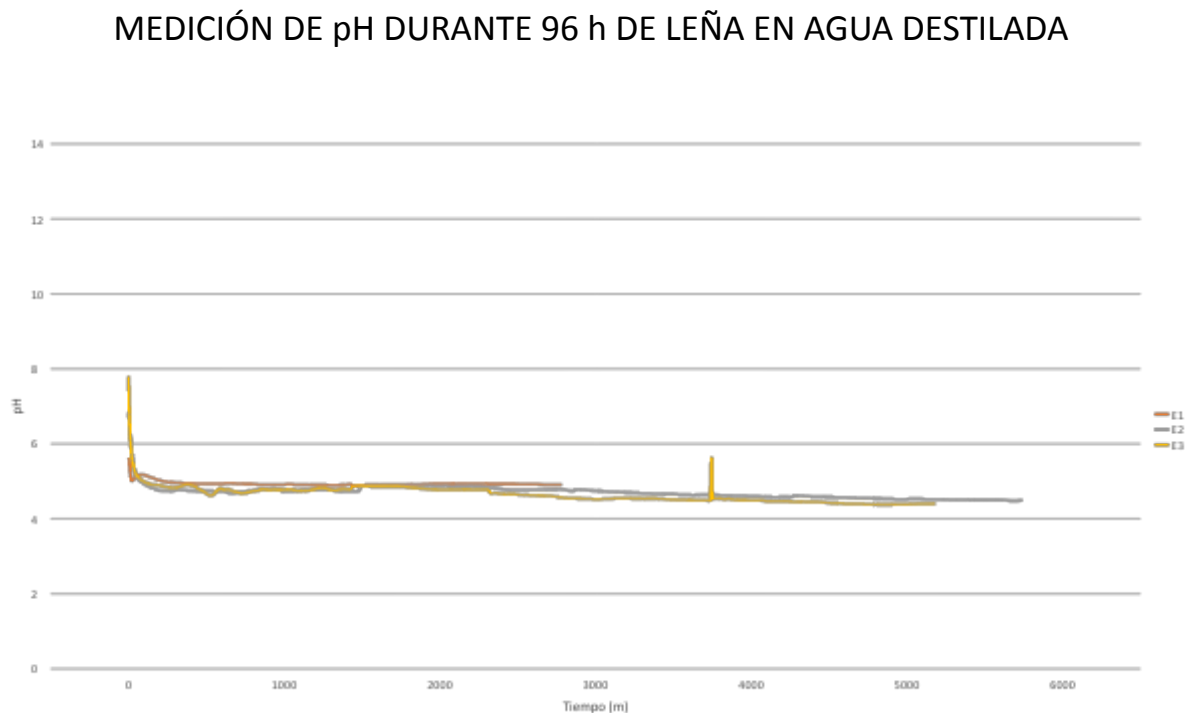
Los resultados entregados en este informe solo se refieren a los ítemes ensayados.
Este informe no debe ser reproducido parcial o totalmente sin la aprobación escrita de este Laboratorio.

Página 1 de 1

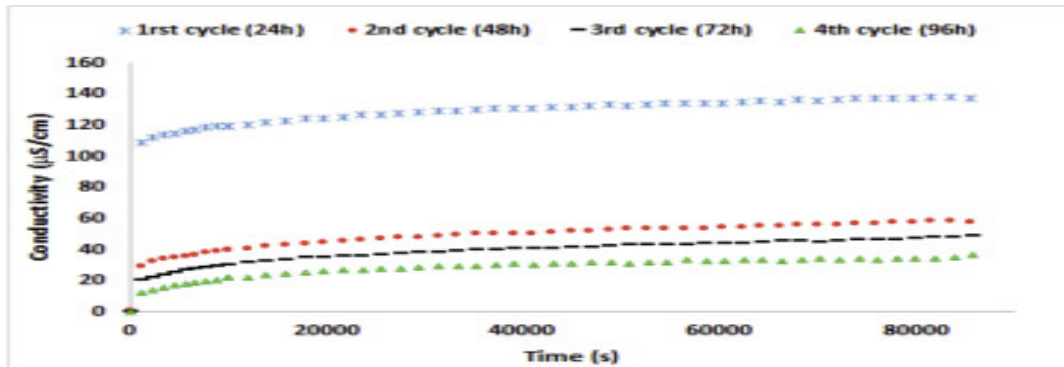
ANEXO F - RESULTADOS PRELIMINARES DE CONDUCTIVIDAD DEL LAVADO DE *EUCALYPTUS GLOBULUS*



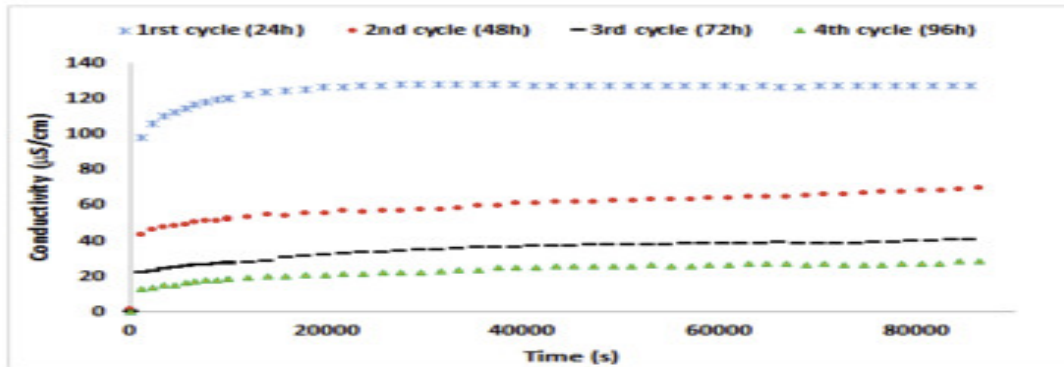
ANEXO G -RESULTADOS PRELIMINARES DE pH DEL LAVADO DE *EUCALYPTUS GLOBULUS*.



(a)



(b)



(c)

