



## Parametry fizyko-chemiczne paliw - obliczenia

### 1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z analizami fizyko-chemicznymi wykonywanymi na paliwach stałych. W ramach realizacji laboratorium wykonywane są pomiary prowadzące do oznaczenia parametrów analizy technicznej wybranego paliwa.

### METODYKA OZNACZANIA WIELKOŚCI ANALIZY TECHNICZNEJ

#### Oznaczanie wilgoci

**Wilgość przemijająca ( $W^{ex}$ )** oznacza się przez suszenie próbki o masie 1 kg rozdrobnionej do ziaren poniżej 10 mm, na płaskiej tacy w pomieszczeniu przeciętnie suchym (w temperaturze około 25°C). Suszenie prowadzi się do stałej masy, niezminiającej się w granicach 0,1-0,3% w dwugodzinnych odstępach suszenia. Łączny czas suszenia mieści się zwykle w granicach 24-28 godzin. W celu przyspieszenia suszenia próbkę można umieścić w suszarce o temperaturze 40-60°C, a następnie kondycjonować ją na powietrzu. Wynik oznaczania  $W^{ex}$  oblicza się z utraty masy próbki, wyrażonej w procentach, w stosunku do odważki paliwa niesuszonego (pierwotnego, roboczego).

**Wilgość analityczna ( $M^a$ )** oznacza się metodą suszarkową poprzez suszenie próbki paliwa powietrzno-suchego w atmosferze powietrza, w temperaturze 105-110°C, w suszarce elektrycznej z termostatyczną regulacją temperatury. Do oznaczania stosuje się paliwo rozdrobnione do ziaren poniżej 0,2 mm (próba analityczna) w ilości ok. 1g. Suszenie prowadzi się przez 60 minut dla węgla kamiennego i 90 minut dla węgla brunatnego i biomasy, po czym naczynko szklane z paliwem zamyka się pokrywką, wyjmuje z suszarki i umieszcza w ekcykatorze, a następnie po ochłodzeniu waży na wadze analitycznej. Suszenie ponawia się w odstępach 15 minutowych tak długo, jak długo masa nie ustali się z dokładnością  $\pm 0,0010$  g. Zawartość wilgoci w próbce oblicza się ze wzoru:

$$M^a = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100\%$$

gdzie:

$m_1$  - masa naczynka z odważką paliwa przed suszeniem, g,

$m_2$  - masa naczynka z odważką paliwa po suszeniu, g,

$m_3$  - masa naczynka pustego, g.

#### Oznaczanie zawartości popiołu

Oznaczanie zawartości popiołu polega na całkowitym spalaniu i wyżarzeniu w piecu muflowym ogrzonym do temperatury  $815 \pm 10^\circ\text{C}$ , próbki analitycznej paliwa o masie  $1\text{g} \pm 0,1$  rozdrobnionego do ziaren poniżej 0,2 mm. Rozróżnia się trzy metody oznaczania popiołu w paliwach stałych:

- **powolnego spopielenia**, stosowaną do wszystkich paliw stałych, a szczególnie do paliw nisko uwęglonych, jak biomasa, torf, węgiel brunatny i młody genetycznie węgiel kamienny,
- **szybkiego spopielenia** stosowaną do węgla kamiennego i karbonizatów,

# LABORATORIUM SPALANIA I PALIW

- **bardzo szybkiego spopielenia**, używaną do węgla kamiennego i karbonizatów.

W metodzie powolnego spopielenia odważone naczynko z próbką wstawia się do zimnego elektrycznego pieca muflowego i ogrzewa się go tak, aby po 30 minutach osiągnąć temperaturę 500°C, a po następnych 30-50 minutach 815 ± 10°C. W tej temperaturze pozostawia się próbkę przez **90 minut**. Następnie naczynko wyjmuje się z pieca, oziębia do temperatury otoczenia (eksykator) i waży na wadze analitycznej. Ilość popiołu w próbce analitycznej A<sup>a</sup> oblicza się w procentach:

$$A^a = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\%$$

gdzie:

m<sub>1</sub> - masa pustego naczynka, g,

m<sub>2</sub> - masa naczynka z próbką paliwa stałego, g,

m<sub>3</sub> - masa naczynka z pozostałością po spopieleniu próbki paliwa stałego, g.

## Oznaczanie zawartości części lotnych

**Części lotne (V<sup>daf</sup>)** są to lotne produkty rozkładu paliwa stałego podczas jego ogrzewania bez dostępu powietrza w warunkach ustalonych normą PN-G-04516. Zasada metody oznaczania części lotnych polega na prażeniu w elektrycznym piecu odważki 1±0,1 g próbki analitycznej paliwa stałego, w zamkniętym tyglu porcelanowym o znormalizowanych wymiarach (bez dostępu powietrza) w temperaturze 850 ± 15 °C przez 7 minut, a następnie obliczeniu zawartości części lotnych, jako różnicy między całkowitym ubytkiem masy, a ubytkiem spowodowanym utratą wilgoci wg wzoru:

$$V^a = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_1 - m_3} - M^a$$

gdzie:

m<sub>1</sub> - masa tygla z pokrywką i próbką, g,

m<sub>2</sub> - masa tygla z pokrywką i nielotną pozostałością, g,

m<sub>3</sub> - masa tygla z pokrywką, g,

M<sup>a</sup> – zawartość wilgoci w próbce analitycznej, %.

## WYKONANIE ANALIZY TECHNICZNEJ

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny:

1. Suszarka elektryczna zapewniająca utrzymanie temperatury **105-110 ± 5°C**.
2. Elektryczny piec muflowy z termoregulatorem umożliwiającym utrzymanie temperatury **815 ± 10°C**.
3. Elektryczny piec muflowy z termoregulatorem o takiej pojemności cieplnej, aby ogrzany do temperatury **850 ± 10°C**, po włożeniu do niego chłodnych tygli, zapewnił ponowne osiągnięcie temperatury 850°C w ciągu 3-4 min.
4. Waga analityczna umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,0002 g.
5. Trzy naczynka wagowe ceramiczne o średnicy około 50 mm z doszlifowanymi pokrywkami, trzy naczynka porcelanowe prostokątne (o znormalizowanych wymiarach) wyprażone do stałej masy, trzy walcowe tygielki porcelanowe z pokrywkami o znormalizowanych wymiarach wyprażone do stałej masy.
6. Podstawka do tygli wykonana z materiału ogniotrwałego z rączką.
7. Szczypce laboratoryjne.
8. Płytki ceramiczne.

# LABORATORIUM SPALANIA I PALIW

## Procedura postępowania podczas wykonywania oznaczeń poszczególnych elementów analizy technicznej paliwa stałego

### Oznaczenie zawartości wilgoci analitycznej metodą suszarkową wg PN-80/G-04511

Puste trzy ponumerowane stalowe naczynka wagowe zważyć wraz z pokrywkami na wadze analitycznej. Do każdego naczynka wsypać  $1 \text{ g} \pm 0,1$  paliwa (przed ważeniem próbkę dokładnie wymieszać), rozprowadzić go równą warstwą na dnie naczynka, przykryć naczynko pokrywką i zważyć. Włożyć naczynka do suszarki ogrzanej do  $105\text{-}110^\circ\text{C}$ . Podczas suszenia pokrywka naczynka powinna być uchylona lub położona obok. Suszenie powinno trwać co najmniej **60** min dla węgla kamiennego, **90** minut dla biomasy i węgla brunatnego i **120** minut dla antracytów. Po upływie tego czasu naczynko przykryć pokrywką, wyjąć z suszarki i włożyć do ekсыkatora. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zważyć naczynko uchylając uprzednio na chwilę pokrywkę. Następnie wykonać suszenie kontrolne (30 min) i w razie potrzeby powtarzać je tak długo, aż różnica między dwoma ostatnimi ważeniami będzie nie większa niż 0,001 g. Wszystkie ważenia wykonywać z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość wilgoci w próbce analitycznej paliwa  $M^a$  obliczyć w %.

### Oznaczenie popiołu metodą powolnego spielania wg PN-ISO 1171, październik 2002

Trzy prostokątne, puste i ponumerowane naczynka porcelanowe zważyć na wadze analitycznej. Do każdego naczynka wsypać  $1 \text{ g} \pm 0,1$  paliwa (przed ważeniem próbkę dokładnie wymieszać) i rozprowadzić po całej powierzchni dna naczynka i zważyć. Naczynka z paliwem umieścić w nieogrzanym piecu, w strefie właściwego żarzenia. Termoregulator pieca ustawić na temperaturę  $815 \pm 10^\circ\text{C}$  i włączyć ogrzewanie pieca. Po osiągnięciu temperatury  $815 \pm 10^\circ\text{C}$  pozostawić naczynka na czas **90 minut**. Po tym czasie naczynka wyjąć z pieca, pozostawić przez 5 minut na powietrzu, wstawić do ekсыkatora i po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zważyć. Następnie przeprowadzić przez 15 minut prażenie kontrolne i w razie potrzeby powtarzać je tak długo, aż różnica mas po dwóch kolejnych ważeniach będzie mniejsza niż 0,001 g. Wszystkie ważenia wykonywać z dokładnością do 0,0002 g. Popiół  $A^a$  w próbce analitycznej węgla obliczyć i wyrazić w procentach. Zwrócić uwagę na barwę popiołu i zanotować obserwacje.

### Oznaczenie zawartości części lotnych metodą wagową wg PN-G-04516, styczeń 1998

Puste trzy ponumerowane tygle porcelanowe z pokrywkami zważyć na wadze analitycznej. Do każdego tygla wsypać  $1 \text{ g} \pm 0,1$  badanego paliwa (przed ważeniem próbkę dokładnie wymieszać). Napełnione tygle zważyć z pokrywkami, po czym powierzchnię paliwa w tyglu wyrównać postukując lekko dnem tygla o twardą powierzchnię. Tygle przykryć pokrywkami, umieścić w żaroodpornej podstawce, a następnie podstawkę z tyglami wstawić szybko do pieca ogrzanego do temperatury  $850^\circ\text{C}$  (w strefę jednostajnego żarzenia) po czym natychmiast zamknąć piec i włączyć stoper. Po włożeniu podstawki z tyglami piec powinien osiągnąć temperaturę  $850 \pm 10^\circ\text{C}$  w ciągu **3-4 minut** i utrzymywać ją do końca prażenia. Jeżeli piec nie osiągnie wymaganej temperatury w ciągu 4 minut, oznaczenie powtórzyć. **Tygle prażyć przez 7 minut licząc od chwili zamknięcia pieca**. Następnie wyjąć z pieca podstawkę z tyglami, pozostawić na powietrzu przez 5 minut, po czym tygle przenieść do ekсыkatora i pozostawić do ochłodzenia do temperatury pokojowej, w miarę możliwości nie dłużej niż 30 minut od chwili wyjęcia z pieca. Po ochłodzeniu tygle z zawartością zważyć. Wszystkie ważenia wykonywać z dokładnością do 0,0002 g. Części lotne w próbce analitycznej węgla  $V^a$  obliczyć i wyrazić w %.

## LABORATORIUM SPALANIA I PALIW

Wyznacz na podstawie metody suszarkowej zawartość wilgoci w paliwie

	numer próbki	masa pustego naczynia, g	masa przed suszeniem, g	masa po suszeniu, g	zawartość wilgoci, %	średnia zawartość wilgoci, %
paliwo A						
paliwo B						

Wyznacz na podstawie metody znormalizowanej zawartość części lotnych w paliwie

	numer próbki	masa pustego naczynia, g	masa przed prażeniem, g	masa po prażeniu, g	zawartość części lotnych	średnia zawartość części lotnych
paliwo A						
paliwo B						

Wyznacz na podstawie metody znormalizowanej zawartość popiołu w paliwie

	numer próbki	masa pustego naczynia, g	masa przed prażeniem, g	masa po prażeniu, g	zawartość popiołu, %	średnia zawartość popiołu, %
paliwo A						
paliwo B						