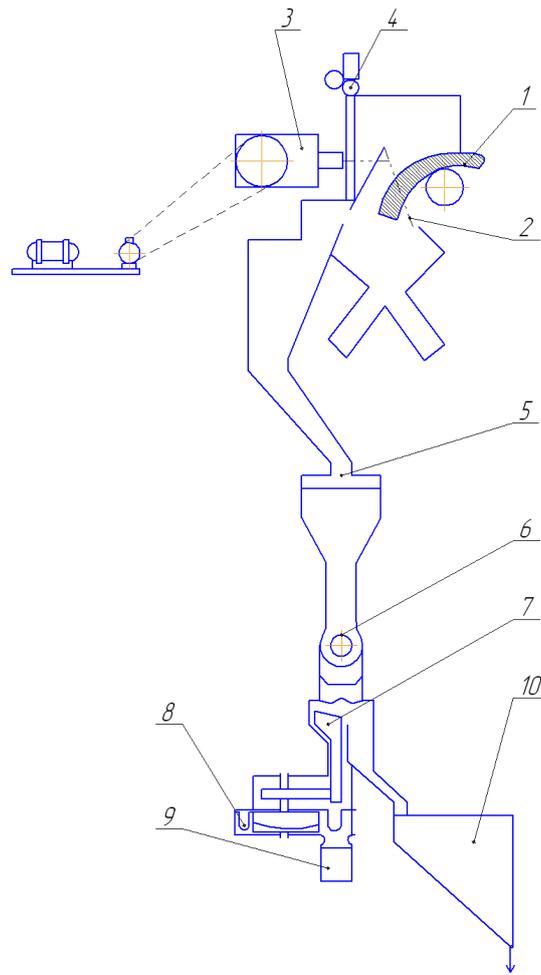


4. Загальні положення до лабораторних робіт 4-6

В перелік технічного аналізу твердого палива входить визначення слідуючих основних характеристик: теплоти згоряння, вологості, зольності, виходу летких речовин та спікливості нелеткого залишку. Для технічного аналізу беруть проби палива, підготовлені таким чином, щоб їх склад і властивості в достатній мірі (в межах $\pm 1\%$) відповідали середньому складу та властивостям тієї партії палива, з якої вони відібрані.

Проби палива відбираються спеціальними механізмами – пробовідбірниками (рисунок 4.1) чи вручну за правилами, що розроблені з урахуванням виду палива, ступеня його неоднорідності, стану шару та інших факторів. Проба складається з визначеної кількості порцій, число і маса котрих тим більша, чим крупніша партія палива і більша його неоднорідність.

Відібрана, так звана первинна, проба далі піддається спеціальній операції – обробленню, яка полягає в роздробленні до кусків з максимальним розміром 3мм, перемішуванні і скороченні до 2 – 3кг(маса первинної проби завжди складає декілька сотень кілограмів). В процесі оброблення повинні додержуватись умови, які забезпечують постійність всіх властивостей відібраної проби палива. Проба, отримана таким чином, називається лабораторною. Від первинної вона відрізняється окрім маси тільки розміром кусків. Лабораторну пробу використовують лише для визначення вологості робочого палива W^p . Решту показників технічного аналізу визначають по так званій аналітичній пробі палива, отриманій з лабораторної проби її підсушуванням при температурі 50°C на протязі 2...4 годин, подрібленням до розмірів частинок, що проходять крізь сито №200 (в окремих випадках подріблення проводять до проходу крізь сито №90), і витриманням на повітрі при кімнатній температурі до набуття повітряно-сухого стану (на протязі доби).



1-потік палива; 2-відбираючий елемент; 3-заводний механізм; 4-КДУ для відкриття течії; 5-бункер для збору палива, що відбирається; 6-дробарка; 7-розподілювач потоку палива; 8-стакан порціонера; 9-бідон; 10-проміжна ємність

Рисунок 4.1 – Схема механізованого відбору та оброблення проб вугілля на електростанціях

Отже, аналітична проба відрізняється від лабораторної не тільки розміром частинок, але і вмістом вологи. Вона достатньо стабільна і більш зручна для аналізу. Волога, що видаляється при підсушці лабораторної проби, називається зонішною $W_{зобн}$, а та що залишилася в аналітичній пробі – аналітичною W^a . При цьому :

$$W^p = W_{зобн} + W^a \frac{100 - W_{зобн}}{100} \quad (4.1)$$

Для перерахунку складу аналітичної проби X^a на робоче паливо використовують формулу

$$X^p = X^a \frac{100 - W^p}{100 - W^a} \quad (4.2)$$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4 ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛОГОСТІ В ПАЛИВІ

4.1 Основні положення

Волога присутня в усіх видах твердого палива і являє собою його баласт. Кількість вологи в паливі залежить в основному від ступеня його вуглефікації. Вміст вологи поступово зменшується при переході від торфу, в якому міститься до 90% вологи, до антрациту, вологість котрого складає 4...8% (вологість антрацитів часто перевищує вміст вологи у кам'яному вугіллі, що може пояснюватися збільшенням внутрішньої поверхні антрацитів порівняно з високометаморфозованим кам'яним вугіллем).

За формою зв'язку вологи з паливом розрізняють наступні основні її види: вологу адсорбційну, капілярно-конденсовану, колоїдальну, механічно утримувану та кристалогідратну.

Адсорбційна волога міститься в субмікроскопічних порах палива, адсорбуючись на високорозвиненій поверхні і утворюючи стійко зв'язані з паливом тонкі плівки товщиною не більше декількох діаметрів молекули.

Капілярно-конденсована волога утримується капілярами палива. При тривалому знаходженні палива на повітрі практично вся вона звітрюється (при відносній вологості повітря нижче 100%).

Колоїдальна волога входить безпосередньо в структуру колоїдів у тим більшій кількості, чим менше вуглефіковане паливо.

Механічно утримувана волога залишається в паливі після його контакту з водою за рахунок змочення. Її кількість звичайно залежить від ступеня розмелу палива і його зольності.

Кристалогідратна волога входить в кристалічну структуру мінеральної частини палива.

Перші чотири види вологи практично повністю випаровуються з палива при температурі 102...105°C; кристалогідратна вода в таких умовах не виділяється. Міцно зв'язана з мінеральною частиною, вона може бути повністю видалена лише при більш високих температурах (400...700°C).

Однак кількість кристалогідратної вологи в паливі завжди дуже мала (декілька відсотків від загальної вологи), в зв'язку з чим при аналізах її, як правило, не враховують. Її слід враховувати лише для сланців і вугілля з достатньо високою зольністю.

При технічному аналізі палива найбільш широко використовується слідуюча класифікація видів вологи в твердому паливі:

а) загальна волога палива в робочому стані (робоча волога) $W_{заг}^p$

б) зовнішня волога палива в робочому стані $W_{зів}^{\delta}$

в) гігроскопічна волога в паливі $W_{згп}$

г) волога в лабораторній пробі палива $W^л$

д) волога в аналітичній пробі палива $W^а$

Під гігроскопічною (чи внутрішньою) вологою розуміють частину вологи, яка залишається в паливі після втрати паливом зовнішньої вологи в процесі природної сушки його на повітрі до набуття повітряно-сухого стану. Кажучи про гігроскопічну вологу як про вологу повітряно-сухого палива, необхідно мати на увазі те, що повітряно-сухий стан палива залежить не тільки від його природи і зрілості, але і від відносної вологості навколишнього повітря.

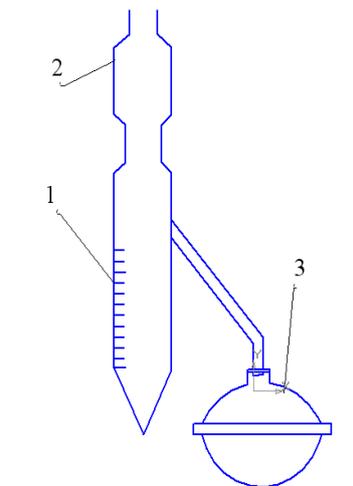
4.2 Методи визначення вологості в твердому паливі

Існують методи прямого і непрямого визначення вологи в твердому паливі.

За прямих вагових методів навіску палива висушують при температурах 106...110°C в середині скляної трубки, яка поміщена в електричну трубчасту піч. Виділену при цьому вологу течією інертного газу (CO₂ чи N₂) направляють в поглинаючі апарати, привіс котрих відносять у відсотках до маси палива.

За прямих об'ємних методів навіску палива поміщають в органічну рідину, яка не змішується з водою і котра кипить при температурі трохи

більшій за 100°C (ксилол, толуол, бензин), і нагрівають до кипіння в приладі Діна і Старка (рисунок 4.2). Утворена суміш парів і рідини конденсується в зворотньому холодильнику і стікає в з'єднаний градуйований приймач, де вода та органічна рідина розшаровуються із-за різниці густин. Замірний об'єм кількості води після її повної відгонки відносять у відсотках до маси палива. Обидва методи достатньо точні, хоча і трудомісткі.



1 - приймач рідини; 2 – холодильник; 3 – металева колба для нагріву проби палива в рідині

Рисунок 4.2 – Пристрій для визначення вологи в паливі прямим об'ємним методом

Непрямі методи визначення вологи побудовані на принципі видалення вологи з палива, при цьому вміст її визначається непрямо за зменшенням маси палива чи на принципі заміру певних властивостей палива, що знаходяться в однозначній залежності від його вологості, наприклад теплопровідності, діелектричних властивостей тощо.

Волога виводиться з палива різними способами: нагріванням в термостаті при температурі вище 100°C, витриманням над концентрованою сірчаною кислотою в ексикаторі при кімнатній температурі, сушкою інфрачервоними променями або в високочастотному електричному полі і т.д.

В виробничих та науково-дослідних лабораторіях для визначення вологості палив звичайно застосовують непрямий метод нагрівання палива до постійної маси в термостаті чи в сушильній шафі або прямий об'ємний метод. Метод вибирають з урахуванням властивостей аналізованих палив та загальних задач дослідження, що проводиться. При цьому слід мати на увазі два чинники, котрі можуть видозмінити результати аналізів:

- сушка палива низького ступеня вуглефікації, особливо торфу та бурого вугілля, супроводжується більш чи менш активним окисненням їх органічної маси в результаті взаємодії з киснем повітря;
- термічно нестійка органічна маса деяких видів твердих палив (торфу, бурого та сапропелевого вугілля) може підлягати термічному розкладу вже при температурі сушки, утворюючи CO_2 і H_2O .

Тому визначати вологу в торфі, бурому та сапропелевому вугіллі, особливо якщо необхідна висока точність аналізу, рекомендується об'ємним методом.

4.3 Визначення аналітичної вологи в паливі непрямим методом сушки

4.3.1 За ГОСТ 11014-81 визначення вологи проводиться в бурих і кам'яних вугіллях, антрацитах і горючих сланцях. Навіска палива у вигляді лабораторної чи аналітичної проби висушується в електросушильній шафі з природною тягою при температурах 106...110°C (нормальний метод) чи 140±5°C (прискорений метод) та з штучною тягою при температурі 130°C.

В даній роботі аналітична волога палива визначається висушуванням в сушильній шафі з природною тягою при температурі 105-110°C.

4.3.2. Апаратура і матеріали

Шафа сушильна з електронагрівачем типу СШ-2 чи СШ-3, з отворами для природної вентиляції.

Терморегулятор для регулювання температури в сушильній шафі.

Стаканчики скляні з кришками.

Термометр ртутний за ГОСТ 215-57 з ціною поділки 1-2°C.

Ваги технічні.

Ваги аналітичні з гирками.

Ексикатор з сірчаною кислотою чи гранульованим хлористим кальцієм.

Совки, ложечки чи шпателі для перемішування проб та взяття навіски, щипці тигельні.

Пластинка перфорована металічна.

4.3.3 Підготовка до досліду

1. Стаканчик з кришкою зважують грубо на технічних, а потім точно на аналітичних вагах.
2. Аналітичну пробу перемішують у відкритій банці шпателем чи ложечкою і беруть з неї в стаканчик навіску палива масою $1 \pm 0,1$ г.
3. Стаканчик з кришкою і навіскою зважують на аналітичних вагах. Точність зважування – 0,2мг.

4.3.4 Проведення досліду

Стаканчик з насипом палива поміщають в заздалегідь нагріту до 105...110°C сушильну шафу і сушать при цій температурі.

У відповідності до ГОСТу час сушки для кам'яного вугілля, антрацитів і горючих сланців складає 30хв, а для бурого вугілля, продуктів мокрого збагачення і породи – 40хв. При цьому для палив нових і маловивчених, а також продуктів мокрого збагачення потрібні контрольні просушування по 30хв до постійної маси.

В умовах навчальної лабораторії час висушування наступний (без контрольних просушувань):

- кам'яне вугілля, антрацити, горючі сланці – 1,0год;
- буре вугілля, продукти мокрого збагачення і порода – 1,5год.

Тривалість сушки визначають з моменту досягнення температури в шафі 105...110°C.

Під час сушки в шафі стаканчики з паливом повинні бути напіввідкриті, а решту часу досліду – закриті.

Під час сушки необхідно періодично контролювати температуру сушки за показаннями термометра.

По закінченні сушки стаканчики виймаються з шафи, їх переносять на пластину і закривають кришками. Стаканчики охолоджують на повітрі протягом 2-3хв, а потім в ексікаторі до кімнатної температури.

Після цього стаканчики зважують на аналітичних вагах. Результати зважувань заносять до таблиці.

Результати зважувань

Зважування	Маса стаканчика з кришкою	Маса стаканчика з навіскою	Маса навіски нетто
До сушки	G=	G ₁ =	g ₁ =
Після сушки		G ₂ =	

4.3.5 Обробка результатів аналізу

Вологість аналітичної проби обчислюють за формулою, %:

$$W^a = \frac{G_1 - G_2}{g_1} \cdot 100 \quad (4.1)$$

Потім визначають робочу вологість палива:

$$W^p = W_{зовн} + W_{гип} = W_{зовн} + W^a \frac{100 - W_{зовн}}{100} \quad (4.2)$$

де $W_{зовн}$ – зовнішня вологість палива, %.

4.3.6 Допустимі розходження

Для однієї і тієї ж лабораторії – 0,3%.

Для інших лабораторій – 0,5% (по робочій і лабораторній вологості).

Примітка. Необхідно врахувати, що результати дослідів залежать від точності зважування посуду, навісок на аналітичних вагах.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5

ВИЗНАЧЕННЯ ЗОЛЬНОСТІ ПАЛИВА

5.1 Основні положення

Утворення золи проходить в процесі перетворення мінеральних домішок палива при його згорянні. Вміст мінеральних домішок в твердому паливі коливається в дуже широких межах: 0,5...2% в деревині; 65...70% і вище в горючих сланцях. Мінеральні домішки, так як і вологість, є баластом палива, що знижує відносний вміст в ньому горючої частини і впливає на процес його переробки і використання.

За хімічним складом мінеральні домішки твердого палива – складні з'єднання різноманітних елементів. Основу мінеральних домішок завжди складають алюмосилікати (глини), карбонати ($\text{CaCO}_3, \text{MgCO}_3, \text{FeCO}_3$), сульфати ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}, \text{FeSO}_4$), сульфід заліза. Окрім цього, до них входять різноманітні оксиди, фосфати, хлориди, з'єднання лужних металів (останніх особливо багато в деревному паливі), а також з'єднання рідкісних елементів.

В процесі згоряння палива мінеральні домішки, що входять до нього, зазнають різноманітних перетворень. Вже при температурі близько 100°C гідратовані силікати, гідрати окису заліза і гіпс починають губити кристалогідратну воду, однак повна її втрата відбувається тільки при $700 - 800^\circ\text{C}$. При температурі близько 500°C починають розкладатися карбонати:



Для повного розкладу карбонатів, особливо карбонатів кальцію і магнію, потрібна більш висока температура і тривалий нагрів.

Сульфід заліза окислюється за реакцією:



Частина сірчистого ангідриду, утвореного при окисленні сульфідів, а також при згоранні органічної сірки, може захоплюватися золою, особливо, якщо в ній є окис кальцію, з утворенням CaSO_4 :



Солі лужних металів – хлориди і карбонати – починають звітрюватися при температурі вище 500°C.

Солі закису заліза перетворюються в окисні з'єднання:



Всі основні перетворення мінеральних домішок закінчуються при температурі близько 800°C, тому вона прийнята як стандартна при визначенні зольності всіх видів твердого викопного палива. Лише за великого вмісту в мінеральних домішках карбонатів (карбонатних сланців) температуру пропікання підвищують до 850°C. Для невикопних твердих палив (деревини і т.д.) пропікання при визначенні зольності необхідно вести при температурі нижче 800°C, тому що може бути вихід летких більшої частини з'єднань лужних металів, вміст яких у мінеральних домішках деревних палив сягає 20...30%. Для цих палив установлена температура пропікання 500°C.

Хоча всі основні реакції в мінеральних домішках закінчуються при 800...850°C, подальше підвищення температури приводить до протікання деяких інших реакцій, наприклад, починають розкладатися сульфати кальцію:



Сульфати заліза та алюмінію розкладаються вже при 800°C, однак вміст їх у мінеральній частині твердого палива дуже малий. Повністю сульфати розкладаються при 1300...1400°C.

В результаті зазначених перетворень кількість і склад золи, що утворюється ніколи не співпадають з кількістю і складом мінеральних домішок, що містяться в паливі. Звідси випливає, що самі поняття “зола”, “зольність палива” у певній мірі умовні, тому що зольність і склад золи залежать також від умов пропікання палива. Крім того, неправильно казати про “вміст золи в паливі”, тому що зола в паливі не міститься, а можна говорити тільки про вихід золи при спалювання палива.

Золою називається суміш негорючих речовин, що залишаються після повного згоряння всіх горючих компонентів палива і після завершення всіх перетворень, котрі відбуваються в мінеральній масі палива при вільному доступі повітря і заданій температурі.

Звичайно подібні умови при озолуванні палива мають місце лише при лабораторному визначенні зольності палива, і зола, утворена таким чином, називається лабораторною золою.

У промислових топкових пристроях паливо спалюється в умовах, суттєво відмінних від лабораторних, наприклад, при малому надлишку повітря, при більш високій температурі і т.д. Це впливає на характер і повноту протікання процесів в мінеральній масі палива. Наприклад, в топці із-за недостатчі кисню можуть не протікати чи протікати у відносно слабкому ступені реакції окислення солей закисного заліза та утворення сульфатів. Сповільнює окислення заліза наявність незгорівшого вуглецю в золі (недопал). Висока температура в топці (1500°C і вище) сприяє деяким реакціям розкладу, наприклад, розкладу сульфатів; відносно малий час перебування палива в топці може не забезпечити протікання деяких реакцій до кінця. Все це приводить до того, що залишки згоряння: шлак, провал, винесення відрізняються за своїм складом і масі від лабораторної золи, а також від мінеральної маси палива.

5.2 Методи визначення зольності палива

В зв'язку з відомою умовністю визначення виходу золи при спалюванні палива для отримання по можливості відтворюваних результатів необхідно дотримуватися ряду умов аналізу.

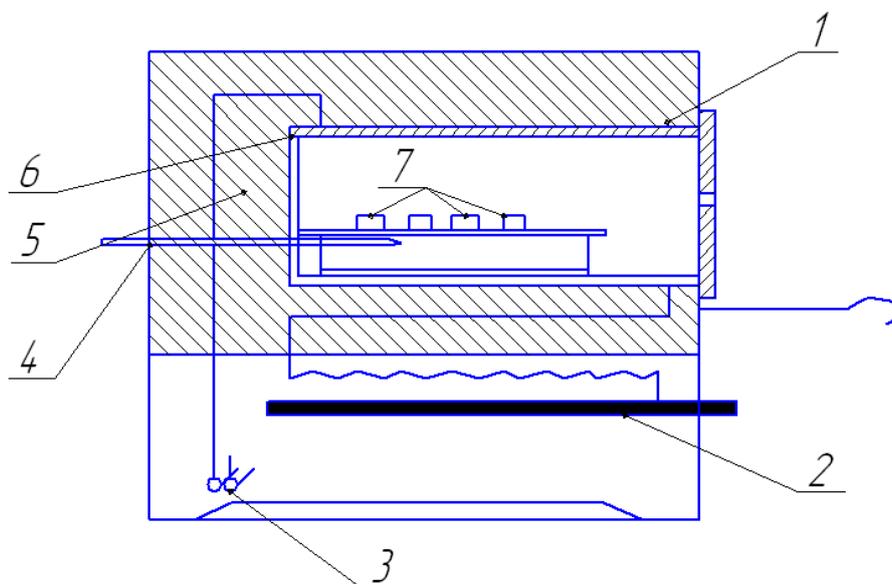
Озолування слід проводити при якомога низькій температурі і вільному доступі кисню. Звичайно це робиться при температурі $800\pm 25^{\circ}\text{C}$ і тільки в окремих випадках температуру піднімають до 850°C (наприклад, для розкладу карбонату кальцію).

При недостатньому доступі повітря до палива у тиглі може відбутися коксування палива; отриманий при цьому кокс важко випалити до кінця, тому що він для повного спалювання потребує більш високих температур.

Озолювання необхідно проводити по якомога повільніше, особливо палива з великим виходом летких, без появи вогнища, для уникнення винесення твердих частинок. Навіска повинна тліти, а не горіти; вогнище, що з'явилося, повинне бути погашене прикриттям тигля на декілька секунд кришкою.

Контрольні пропікання повинні проводитись до постійної маси золи чи поки зміна маси за час останнього закалювання буде не менше 0,1% взятої навіски (тобто в навісці в 1г менше 0,001г). Маса при цьому може як зменшуватися (продовжується вигорання коксу), так і збільшуватися (за рахунок окислення з'єднань заліза). Для підрахунку результатів беруть останню масу, незалежно від того, мало місце при останньому пропіканні її збільшення чи зменшення.

Зольність палива бурих та кам'яних вугіль, антрацитів і горючих сланців визначається згідно ГОСТ 11022-75 за методом повільного чи прискореного озолювання (рисунок 5.1).



1 – електронагрівач; 2 – реостат; 3 – клеми; 4 – термопара; 5 – теплова ізоляція;

6 – корпус муфеля; 7 – тиглі.

Рисунок 5.1 – Електричний муфель для визначення зольності та виходу летких речовин

5.3 Визначення зольності палива за методом прискореного озолювання

5.3.1 Апаратура і матеріали

Електрична муфельна піч з автоматичним регулюванням температури і нагрівом до 1000°C.

Термопара з гальванометром.

Фарфорові човники.

Ваги технічні.

Ваги аналітичні з гирками.

Ексикатор з гранульованим хлористим кальцієм.

Совки, ложечки чи шпателі для перемішування проб і взяття навіски, щипці тигельні.

Пластинка перфорована.

5.3.2 Підготовка до досліду

Зважують грубо на технічних вагах, а потім точно на аналітичних вагах човник.

Аналітичну пробу перемішують у відкритій банці шпателем і беруть з неї в човник навіску палива масою $1 \pm 0,1$ г. Навіски в човниках розміщують рівномірним шаром, не допускаючи насипання палива на вінця тари.

Човник з навіскою зважують на аналітичних вагах. Точність зважування – 0,2мг.

5.3.3 Проведення досліду

Муфель нагрівають до температури 850...875°C і човники з навісками на керамічній пластині поміщають на краю поду муфелю. В такому стані при відкритій дверці муфелю пластинку витримують 3 хв при озолюванні вугілля і антрацитів і 5 хв при озолюванні сланців.

Після вказаної витримки пластинку з човниками рухають до центру муфеля з швидкістю 2 см/хв і при досягненні нею центру закривають його дверці муфелю. Пропікання навіски ведуть при температурі 800...825°C. В залежності від палива і типу човників для кам'яного вугілля і антрацитів тривалість пропікання 25-35 хв, для бурого вугілля 20-25 хв (горючі сланці пропікають при температурі 850-875°C на протязі 15 хв). Відлік часу пропікання починається при температурі муфелю не нижче 800°C.

По закінченні пропікання пластинку з човниками виймають з муфелю, охолоджують спочатку на повітрі на протязі 5 хв, а потім в ексикаторі до кімнатної температури і зважують. Контрольних пропікань не проводять.

Результати зважування заносять до таблиці. 5.1

Таблиця 5.1 Результати зважувань

Зважування	Маса човника, г	Маса човника з навіскою, г	Маса навіски нетто, г
До нагрівання	G=	G ₁ =	g ₁ =
Після нагрівання		G ₂ =	g ₂ =

5.3.4 Обробка результатів налізу

Зольність аналітичної проби палива розраховують за формулою, %:

$$A^a = \frac{g_2}{g_1} \cdot 100 \quad (5.6)$$

Зольність абсолютно сухого палива розраховують за формулою, %:

$$A^c = A^a \frac{100}{100 - W^a} \quad (5.7)$$

де, W^a – вміст вологи у досліджуваній пробі, %.

Зольність робочого палива розраховують за формулою, %:

$$A^p = A^a \frac{100 - W^p}{100 - W^a} \quad (5.8)$$

де, W^p – вміст вологи у робочому паливі, %.

Розрахунок результатів аналізу, а також перерахунок результатів на сухе і робоче паливо виконують з точністю до 0,01%. Остаточні результати аналізу округлюють до десятих долей відсотка.

5.3.5 Допустимі розбіжності

Допустимі розбіжності між результатами двох паралельних визначень зольності однієї аналітичної проби не повинні перевищувати 0,2% для палива зольністю до 12%; 0,3% для палива зольністю від 12 до 25%; 0,5% для палива зольністю не більше 25%.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6

ВИЗНАЧЕННЯ ВИХОДУ ЛЕТКИХ РЕЧОВИН І СПІКЛИВОСТІ

6.1 Основні положення

При нагріванні без доступу повітря органічна і мінеральна частини всіх видів твердого палива зазнають складних термічних перетворень (деструкцію), і ступінь та глибина цих перетворень при інших рівних умовах залежать тільки від складу і властивостей даного виду палива. Глибина термічного розкладу органічної маси палива характеризує його так звану термічну стійкість – одну з найважливіших характеристик всіх твердих горючих викопних. Загальну оцінку ступеня термічної стійкості твердих палив визначають по виходу летких речовин. Леткими речовинами твердого палива називається суміш газоподібних і пароподібних продуктів, що утворюються при нагріванні його без доступу повітря.

Газоподібна частина летких речовин в основному складається з вуглеводних газів граничного і неграничного ряду, водню, окису і двоокису вуглецю. Пароподібна частина летких речовин складається з маслянистих та смолистих продуктів, що конденсуються при кімнатній температурі, а також вологи (що міститься в паливі, а також і утвореній при його деструкції). Так як леткі речовини не містяться у паливі в готовому вигляді, а утворюються при його розкладі в результаті нагріву, при їх кількісній оцінці говорять про вихід летких речовин, а не про їх вміст в паливі.

Вихід летких речовин пов'язаний зі ступенем вуглефікації палива, знижуючись по мірі обвуглецювання палива. У торфа вихід летких в розрахунку на горючу масу сягає 70%, у бурого вугілля він складає 60-40%, у кам'яних знижується до 45-10%, у антрацитів до 8-3%.

Утворений в процесі термічного розкладу нелеткий (коковий) залишок різний у різних палив. У всіх твердих викопних палив, окрім деяких кам'яних вугіль, коковий залишок порошкоподібний. Кам'яні

вугілля в залежності від їх спікливості утворюють коксовий залишок від порошкоподібного до сплавленого. Якщо коксовий залишок має вид цілісного шматка, його називають в залежності від міцності сплавленим чи спікшимся; якщо ж він складається з чітко помітних окремих зерен, порівняно слабо пов'язаних один з одним, він носить назву злипшогося. Найбільш молоді кам'яні вугілля, наприклад довгополуменеві, дають порошкоподібний чи злипшийся коксовий залишок. Жирні і коксові вугілля дають відносно міцний сплавлений чи спікшийся коксовий залишок. По мірі переходу до пісних вугілля і антрацитів ступінь спікливості знову знижується (вугілля марки Т і А дають порошкоподібний коксовий залишок).

Здатність до спікливості кам'яних вугілля зумовлена специфікою їх органічної маси, яка переходить при нагріванні без доступу повітря через пластичний стан. Ця здатність властива викопним паливам лише на визначеній стадії їх вуглефікації. Поява пластичного стану – результат процесу пептизації, коли одна частина вугілля розплавляється і просочує його неплавку частину, яка в свою чергу набухає і переходить в напіврідкий стан. Температура, при якій вугілля стає пластичним, називається температурою розм'якшення вугілля. При подальшому підвищенні температури в результаті утворення і виділення летких речовин пластичний стан вугілля знову змінюється твердим і вугілля зазнає усадки. Міцність утвореного коксового залишку залежить від співвідношення плавких і неплавких компонентів у вугіллі і властивостей цих компонентів, а також від умов, за яких проводиться нагрівання вугілля.

Показники виходу летких речовин і спікливості палива – одні з основних при визначенні раціональних шляхів його використання. В енергетиці ці показники необхідні для вибору способу підготовки і спалювання палива (їх враховують при розрахунку і конструюванні топкових пристроїв, при виборі тонкості розмелу палива). Вихід летких

речовин – також одна з головних характеристик палив, яка покладена в основу їх промислової класифікації.

6.2 Методика визначення виходу летких речовин

Стандартний метод визначення виходу летких речовин за ГОСТ 6382-80 полягає в нагріванні аналітичної проби палива, покладеної в тигель з притертою кришкою, до температури $850 \pm 10^\circ\text{C}$ і витримуванні її при цій температурі на протязі 7 хв. Нагрівання проводиться в електричному муфелі (рисунок 5.1), обладнаному пристроєм для регулювання температури і термопарою для її контролю. Для запобігання можливого винесення частинок при бурному виділенні летких речовин у випадку аналізу бурих і кам'яних вугіль марки Д рекомендується спочатку брикетувати навіски.

ГОСТом передбачається використання в аналізі фарфорових тиглів визначеного розміру з кришкою. Кришка тигля повинна, з однієї сторони, не заважати виходу летких речовин з тигля, з другої сторони – по зможі заважати проникненню повітря до тигля.

Хоча основна маса летких речовин утворюється при температурі 850°C , при подальшому підвищенні температури також проходять деякі утворення летких речовин. Наприклад, при 1200°C їх вихід в середньому на 2-2,5% вище, ніж при 850°C . Тому відхилення від заданої температури аналізу більше 10°C не допустиме.

Витримка навіски при 850°C більше 7 хв також трохи збільшує вихід летких, так як у цьому випадку знижується тиск газів в середині тигля і можливе проникнення в тигель повітря і окислення навіски, що знижує точність аналізу.

6.3 Апаратура і матеріали

Електрична муфельна піч з автоматичним регулюванням температури і нагрівом до 1000°C , що має отвір для виходу летких речовин.

Термопара з гальванометром.

Тиглі фарфорові високої форми з притертими кришками для запобігання доступу повітря під час досліду.

Ваги технічні.

Ваги аналітичні з гирками.

Совки, ложечки чи шпателі для перемішування проб і взяття навіски, щипці тигельні.

Пластинка перфорована.

6.4 Підготовка до досліду

Зважують грубо на технічних вагах, а потім точно на аналітичних тигель з кришкою.

Аналітичну пробу перемішують в відкритій банці шпателем чи ложечкою і беруть з неї в тигель навіску палива масою $1 \pm 0,1$ г.

Тигель з кришкою і навіскою зважують на аналітичних вагах. Точність зважування – 0,2 мг.

6.5 Проведення досліду

Аналіз виконується паралельно на двох пробах. Тиглі, закриті кришками, встановлюють на підставку і поміщають разом з підставкою якомога швидше в зону стійкої температури муфеля, нагрітого до 850°C , і витримують в ньому точно 7 хв, слідкуючи за температурою. Температура, яка знизилася при установці тиглів у муфель, повинна знову досягти $850 \pm 10^{\circ}\text{C}$ не більше ніж за 3 хв. В іншому випадку випробування повторюють.

По закінченні 7 хв тиглі разом з підставками виймають з муфеля, охолоджують не знімаючи кришки – спочатку на повітрі майже 5 хв, а потім в ексікаторі до кімнатної температури, після чого зважують.

Результати зважувань заносять до таблиці. 6.1

Таблиця 6.1 Результати зважувань

Зважування	Маса тигля з кришкою, г	Маса навіски з тиглем і кришкою, г	Маса навіски нетто, г
До нагрівання	G=	G ₁ =	g=
Після нагрівання		G ₂ =	

6.6 Обробка результатів аналізу

Вихід летких речовин в аналітичній пробі палива розраховують за формулами, %:

при вмісті вуглекислоти карбонатів в аналітичній пробі $(CO_2)_k^a$ менше 2%:

$$V^a = \frac{G_1 - G_2}{g} \cdot 100 - W^a \quad (6.1)$$

при вмісті вуглекислоти карбонатів в аналітичній пробі більш 2% :

$$V^a = \frac{G_1 - G_2}{g} \cdot 100 - W^a - (CO_2)_k^a \quad (6.2)$$

де, W^a – вміст води в аналітичній пробі, %; $(CO_2)_k^a$ - кількість вуглекислоти карбонатів, що перейшла в газоподібну фазу (по різниці між вмістом CO_2 в початковій пробі і в нелеткому залишку після визначення виходу летких речовин), %.

Вихід летких речовин на умовну горючу масу перераховують за формулами, %:

при вмісті вуглекислоти карбонатів в аналітичній пробі менше 2%

$$V^z = V^a \frac{100}{100 - W^a - A^a} \quad (6.3)$$

при вмісті вуглекислоти карбонатів більше 2%

$$V^z = V^a \frac{100}{100 - W^a - A^a - (CO_2)_k^a} \quad (6.4)$$

де A^a – зольність аналітичної проби, %.

Результати розраховують з точністю до 0,01% і з тією ж точністю перераховують їх на умовну горючу масу.

Кінцеві результати округляють до десятих долей відсотка.

6.7 Допустимі розбіжності

Розбіжність між результатами двох паралельних визначень виходу летких речовин V^a по одній аналітичній пробі не повинна перевищувати:

для вугілля з виходом летких речовин менше 9% - 0,3%;

для вугілля з виходом летких речовин від 9 до 45% - 0,5%;

для вугілля з виходом летких речовин 45% і більше – 1,0%.

При отриманні результатів з розбіжністю більше вищесказаних проводять третє визначення і за результат приймають середнє арифметичне двох найбільш близьких визначень (в межах допустимих розбіжностей).

6.8 Класифікація нелеткого залишку

По закінченні зважування тиглі відкривають, оглядають і класифікують утворившийся нелеткий залишок за наступними ознаками.

Класифікація нелеткого залишку

Характеристика нелеткого залишку	Ознаки
Порошкоподібний Злипшийся	Мілкий порошок на дні тигля. При легкому нажимі пальцем розсипається в порошок
Слабо спікшийся	При легкому нажимі пальцем розколюється на окремі шматочки
Спікшийся, не сплавлений	Для розколювання на окремі шматочки необхідно прикласти силу
Сплавлений, не випнутий	Пласка таблетка з сріблястим металічним блиском поверхні
Сплавлений, випнутий	Залишок з сріблястим металічним блиском поверхні з висотою менше 15мм
Сплавлений сильно випнутий	Те саме, але з висотою більше 15мм