**Лабораторна робота № 2**

**Тема: *Визначення змісту вологи в бурих і кам'яних вугіллях, антрациті і горючих сланцях***

**Ціль роботи:** вивчити і практично освоїти стандартні методи визначення вологи в кам'яних і бурих вугіллях, антрациті і горючих сланцях.

**2.1 Сутність методу визначення**

Всі методи визначення змісту вологи у твердому паливі розділяють на дві групи - прямого та непрямого визначення.

Методи прямого визначення засновані на висушуванні навіски палива при температурі ºС і визначенні маси або об’єму вологи, що виділена . У першому випадку навіску палива кладуть у скляну трубку, що установлена в трубчастій електричній печі. Вологу, що виділяється при нагріванні палива, транспортують потоком інертного газу (вуглекислота, азот) у поглинальні посудини. Збільшення маси посудини, віднесеної до маси навіски палива, вираженої у відсотках, і є вологість досліджуваної маси палива.

При визначенні вологи прямим об'ємним методом навіску палива пе- реносять у посудину з органічною рідиною, що не змішується з водою і киплячою при температурі, трохи вище 100 ºС (ксилол, толуол, бензин). Зміст посудини нагрівають до кипіння. Суміш пари води і легкокиплячої рідини , що утвориться, відводять у холодильник для конденсації. Конденсат суміші стікає у градуйований приймач і , оскільки рідини не змішуються, розділяється. Завдяки цьому легко визначається об’єм конденсату води, що раніше втримувалася в навісці досліджуваного палива. Об'ємну кількість вологи перераховують у масові одиниці, і, як й у першому випадку, відносять до маси взятої навіски палива.

Непрямі методи визначення вологи засновані або на видаленні вологи висушуванням і визначенні її кількості по зменшенню навіски, або на вимірі деяких фізичних властивостей палива, що перебувають у прямій залежності від вологості (діелектричні властивості, теплопровідність й інше).

У практиці виробничих і науково-дослідних лабораторій для визначення змісту вологи в бурих і кам'яних вугіллях, антрациті і горючих сланцях звичайно використовують метод висушування навіски палива в сушильній шафі до постійної маси. Методика визначення регламенти- рована ДСТУ 11014-81[2].

**2.2 Визначення вологи в лабораторних пробах бурих й**

**кам'яних вугіль, антрациту і горючих сланців (з розміром часток  мм) за ДСТУ 11014-81**

При визначенні змісту вологи в пробі палива з розміром часток  мм вологу вважають робочою (позначають ), якщо зміна первинної маси проби не перевищує 0,5% і з моменту приготування проби до її надходження в лабораторію пройшло не більше 12 год. У противному випадку вологу вважають лабораторною (позначають ).

Визначати вологу в лабораторній пробі висушуванням у сушильній шафі можна по основному або прискореному методу.

Для виконання кожного із цих методів необхідна наступна апаратура і посуд:

а) шафа сушильна з електричним обігрівом і терморегулятором, що забезпечує стійку температуру ºС або  ºС;

б) термометр ртутний з ціною розподілу ºС;

в) ваги аналітичні з важками;

г) ексікатор із гранульованим хлористим кальцієм;

д) стаканчики скляні СН 85/15 за ДСТУ 25336-82Е або алюмінієві

діаметром 80 мм і висотою 20 мм.

**2.2. 1** **Визначення вологи по основному стандартному методу**

Метод заснований на висушуванні навіски палива в сушильній шафі при температурі ºС і обчисленні втрати маси.

Лабораторну пробу палива, відібрану за ДСТУ 10742-71, не відчиняя банки, ретельно перемішують струшуванням. Після цього відкривають банку і на різній глибині із двох-трьох місць відбирають у попередньо зважені стаканчики дві навіски палива по  г кожна. Шар палива розрівнюють легким струшуванням стаканчика, закривають стаканчик кришкою і зважують на аналітичних вагах з точністю до 0,002 г.

Зважені стаканчики ставлять у попередньо нагріту до  ºС сушильну шафу при відкритих вентиляційних засувках. Одночасно встановлюють не більше шести стаканчиків. Після установки кришки стаканчиків повинні бути відкриті (або зняті).

Тривалість висушування навіски палива при заданій температурі повинна бути при аналізі, хв:

- кам'яних вугіль і горючих сланців - 60;

- бурих вугіль і продуктів мокрого збагачення - 90;

- антрацитів - 120.

Час висушування вважають із того моменту, коли температура в шафі, що понизилася при установці стаканчиків з навісками палива, знову досягне  ºС.

Після висушування стаканчики з навісками закривають кришками, виймають із сушильної шафи, охолоджують на повітрі протягом 2-3 хв, потім охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури. Тривалість охолодження не повинна перевищувати 20 хв. Охолоджені навіски зважують.

Проби палива нових і маловивчених родовищ, а також проби продуктів мокрого збагачення палива піддають контрольним просушуванням. Контрольні просушування роблять до моменту, коли різниця між попереднім і черговим зважуванням не стане менше 0,01г. Тривалість кожного контрольного просушування 30 хв. Якщо маса навіски після чергового контрольного просушування збільшиться, для розрахунку приймають масу, зафіксовану попереднім зважуванням.

Проводити контрольні просушування з первинним висушуваннням інших навісок палива в одній сушильній шафі не допускається.

**2.2. 2 Визначення вологи по прискореному стандартному методу**

Метод заснований на висушуванні навіски палива в сушильній шафі при температурі  **º**С і обчисленні втрати маси.

При визначенні використовується апаратура і посуд, зазначені в разділі 2.2.

Відбір навісок палива з лабораторних проб роблять так само, як й в основному методі. Маса палива, що відбирається в навіску, повинна бути також у межах г.

Сушильну шафу нагрівають до  **º**С при відкритих вентиляційних засувках. Стаканчики з навісками і кришки встановлюють на полку сушильної шафи так, щоб частина отворів полки залишалася відкритою. Полку зі стаканчиками встановлюють у сушильну шафу і зміст стаканчиков висушують при температурі  **º**С.

Тривалість висушування повинна бути при аналізі, хв:

- кам'яних вугіль, антрациту та горючих сланців - 20;

- продуктів мокрого збагачення - 30;

- бурих вугіль різних родовищ — 

Після висушування стаканчики з навісками палива закривають кришками, виймають із шафи разом з полкою, охолоджують на повітрі протягом 2-3 хв, а потім охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури, але не більше 20 хв. Охолоджені навіски зважують.

При визначенні вологи прискореним стандартним методом контрольних просушувань не роблять.

**2.3 Визначення вологи в аналітичних пробах бурих і кам'яних вугіль, антрациту і горючих сланців з розмірами часток  мм за ДСТУ 11014-81**

Визначають вологу в аналітичних пробах (аналітична волога) аналогічно визначенню вологи в лабораторних пробах, що мають розмір часток мм по основному або по прискореному методу.

Для аналізу необхідна наступна апаратура і посуд:

а) шафа сушильна з електричним обігрівом і терморегулятором, що забезпечує стійку температуру  **º**С або  **º**С;

б) термометр ртутний із ціною розподілу  **º**С;

в) ваги аналітичні з важками;

г) ексікатор з гранульованим хлористим кальцієм;

д) стаканчики скляні СН 34/12 за ДСТУ 25336-82Е або алюмінієві діаметром 80 мм і висотою 20 мм.

**2.3. 1 Визначення змісту аналітичної вологи основним стандартним методом**

Метод заснований на висушуванні навіски палива в сушильній шафі при температурі  **º**С і обчисленні втрати маси.

При визначенні змісту аналітичної вологи (позначають ) пробу палива з розмірами часток  мм, приготовлену за ДСТУ 10742-71, ретельно перемішують і на глибині із двох-трьох місць відбирають у попередньо зважені стаканчики дві навіски палива по  г кожна. Зважують на аналітичних вагах з точністю до 0,0002 г.

Сушильну шафу при відкритих вентиляційних засувках нагрівають до  **º**С. На полку встановлюють стаканчики з навісками палива, знімають або повертають кришки стаканчиков, після чого полку зі стаканчиками встановлюють у сушильній шафі. У сушильну шафу одночастно ставлять не більше двадцяти стаканчиків з навісками палива, розташовуючи їх на одній полці.

Навіски палива при температурі  **º**С висушують:

- 30 хв - при аналізі кам'яних вугіль і горючих сланців;

- 60 хв - при аналізі бурих вугіль і продуктів мокрого збагачення палива.

Час висушування вважають із того моменту, коли температура в сушильній шафі, що понизилася при установці стаканчиків з навісками палива, знову досягне  **º**С.

Після закінчення часу висушування стаканчики з навісками палива закривають кришками, виймають із сушильної шафи разом з полкою, охолоджують на повітрі протягом 2-3 хв, а потім охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури, але не більше 20 хв і зважують.

Проби палива нових і маловивчених родовищ, а також проби продуктів мокрого збагачення палива піддають контрольним просушуванням. Контрольні просушування роблять до моменту, коли різниця між попереднім і черговим зважуванням не стане менше 0,001 г або не буде відзначено збільшення маси навіски палива. Тривалість кожного контрольного просушування - 30 хв.

Якщо зменшення маси навіски палива після чергового контрольного просушування не перевишує 0,001 г, аналіз закінчують і для підрахунку приймають результати останнього зважування. При збільшенні маси навіски палива для підрахунку приймають результати попереднього зважування.

Проводити контрольні просушування з первинним висушуванням інших навісок палива в одній сушильній шафі не допускається.

**2.3. 2 Визначення змісту аналітичної вологи прискореним стандартним методом**

Метод заснований на висушуванні навіски палива в сушильній шафі при температурі  **º**С і обчисленні втрати маси. При визначенні використовуються апаратура і посуд, перераховані в підрозділі 2.3.

Відбір навісок палива з аналітичної проби роблять так само, як й в основному методі визначення, тобто із двох-трьох місць ретельно перемішаної аналітичної проби. Маса палива, що відбирається в навіску, повинна бути також  г.

Сушильну шафу нагрівають до  **º**С при відкритих вентиляційних засувках. Стаканчики з навісками встановлюють на полку шафи з таким розрахунком, щоб частина отворів полки залишалася відкритою. Кришки зі стаканчиків знімають і розміщують поруч або встановлюють у повернутому положенні. Полку зі стаканчиками встановлюють у сушильну шафу і зміст стаканчиків висушують при температурі  **º**С.

Тривалість просушування при аналізі, хв:

- кам'яних вугіль, антрациту й продуктів мокрого збагачення - 5;

- бурих вугіль - 20.

При закінченні часу висушування стаканчики з навісками палива закривають кришками, разом з полкою виймають з сушильної шафи, охолоджують на повітрі протягом 2-3 хв, а потім охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури, але не більше 20 хв, і зважують.

При визначенні аналітичної вологи прискореним стандартним методом контрольних просушувань не проводять.

**2.4 Підрахунок результатів аналізу**

Зміст робочої , лабораторної  й аналітичної  вологи вираховують по формулі, %



де — маса навіски палива до висушування, г; — маса навіски палива після висушування, г.

Максимальне розходження між результатами паралельних визначень, а також між результатами аналізів, виконаних різними лабораторіями з однієї і тієї ж проби , не повинні перевищувати розмірів допустимих розходжень, що указані в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Зміст вологи в паливі, % | Вид вологи | Допустимі розходження, % | |
| По визначенням в одній лабораторії, абс. | По  визначенням в різних лабораторіях абс. |
| До 10 | Робоча , лабораторна , аналітична | 0,3 | 0,4 |
| Більше 10 | Робоча , лабораторна , аналітична | 0,3 |  |

При полученні результатів з розходженням більше вказаних роблять третє визначення. За результат приймають середнє арифметичне двох найбільш близьких визначень. Якщо результат третього визначення знаходиться в межах допустимих розходжень по відношенню до кожного з двох попередніх, то за результат аналізу приймають середнє з трьох визначень.

Підрахунок результатів роблять з точністю до 0,01 %. Остаточні результати округляють до десятих часток процента.

**2.5 Обробка результатів дослідів**

Результати вимірів, проведених у ході лабораторної роботи, наступні: маса тари без навіски палива г; маса тари з навіскою до висушування г; те ж після висушування г.

Тоді г; г.

 %.

**Висновок**: у ході лабораторної роботи визначили вологість палива. Результат трохи відрізняється від табличного через погрішність вимірювань.