**Лабораторна робота № 3**

**Тема: *Визначення вмісту золи в бурому і кам'яному вугіллі, антрациті і горючих сланцях***

**Ціль роботи:** освоїти методику визначення зольності деяких видів твердого палива і придбати навички в практичному виконанні визначень.

Зольність палива є однією з основних характеристик його якості. Дані про зольність враховуються при плануванні поставок товарного палива, вони ж приймаються за вихідні дані при проектуванні установок, що використовують паливо.

**3.1 Сутність процесу. Зміст методики виконання аналізу**

У всіх видах твердого палива втримується деяка кількість мінеральних речовин. Більша їхня частина не пов'язана з органічною масою палива, будучи її механічною домішкою. Інша частина цих речовин входить до складу органічної маси палива, утворюючи з нею складні хімічні з'єднання. Такими, зокрема, є гумати - солі органічних (гуминових) кислот.

При згоранні палива мінеральні з'єднання піддаються перетворенням. Одні з них розкладаються, утворюючи нові з'єднання, інші вступають у взаємодію з компонентами палива або киснем повітря. У результаті цих взаємодій утворюється мінеральний залишок, склад якого відрізняється від складу вихідних мінеральних речовин палива. Цей залишок прийнято називати золою.

Кількість золи залежить від виду і якості палива та вихідного складу мінеральних домішок. Разом з тим вона в значній мірі залежить від умов озолення навісок досліджуваного палива. Для одержання відтворюваних результатів аналізу необхідно дотримувати певні умови виконання визначень. Найбільш важливими з них є:

а) озолення варто робити при температурі не вище 830 **º**С. Більш високу температуру озоления - 850 **º**С приймають лише при аналізі горючих сланців, щоб забезпечити повне розкладання карбонатів;

б) при озоленні неприпустима поява полум'я, оскільки при полум'яному горінні відбувається віднесення часток палива, що не догоріли та містять мінеральні речовини;

в) зола, що утворилася, повинна бути прожарена до постійної маси або до рівномірної її зміни. Рівномірне за часом зменшення маси зольного залишку відбувається за рахунок поступового вигорання вуглецю. Рівномірне збільшення маси пояснюється переходом закисних форм заліза в окисні. Рівномірність зміни маси зольного залишку встановлюється контрольними прожарюваннями.

Методика визначення зольності бурих і кам'яних вугіль, антрациту і горючих сланців регламентована ДСТУ 11022-75[3]. Стандартом передбачено три методи:

- повільного озолення в муфельній печі;

- швидкого озолення в муфельній печі із природною тягою;

- швидкого озолення з подачею кисню в муфельну піч.

**3.2 Апарати, прилади й матеріали що використовуються при визначенні зольності**

- Піч муфельна з електричним обігрівом, що забезпечує рівномірне нагрівання простору печі до температури 900 **º**С . Для проведення прискореного озолення із природною вентиляцією муфельна піч повинна мати витяжну трубу із зовнішнім діаметром 20-22 мм і товщиною стінки 1,5-2 мм, розташовану в задній стінці нижче отвору для термопари, і виступаючу над корпусом муфельної печі на 30 мм. Для проведення прискореного озолення з подачею кисню муфельна піч повинна мати отвір у нижній частині задньої стінки для розміщення в ньому трубки діаметром 10-12 мм.

- Трубка металева з жаротривкої сталі довжиною 350 мм із зовнішнім діаметром 10-12 мм і товщиною стінки 1,5-2 мм для подачі кисню в муфельну піч. Поверхня трубки повинна бути перфорована отворами діаметром 1,5 мм.

- Термопара за ДСТУ 6616-74 із вторинним вимірювальним приладом.

- Лодочки порцелянові прямокутні № 1, 2, 3 за ДСТУ 9147-80Е, про- нумеровані і попередньо прожарені при температурі не нижче 900 **º**С .

- Пластинка керамічна або з жаротривкого матеріалу товщиною не більше 5 мм, на 10 мм вужче і на 20 мм коротше поду муфельної печі.

- Терези аналітичні з важками.

- Ексікатор, завантажений хлористим кальцієм за ДСТУ 6317-73.

- Шпатель або ложечка для перемішування аналітичної проби в банці і узяття навіски.

- Щипці тигельні.

- Кисень газоподібний технічний за ДСТУ 5583-78.

- Редуктор кисневий.

- Реометр із поворотними діафрагмами, що забезпечує необхідну точність виміру кількості кисню, що подається в муфельну піч.

**3.3 Підготовка до проведення досліду**

Однакова для всіх стандартних методів визначення зольності. Послідовність операцій наступна:

а) Попередньо прожарену лодочку, що зберігається в ексікаторі з речовиною, що осушує,зважують на аналітичних вагах з точністю

до 0,0002 г.

б) З аналітичної проби палива, приготовленої за ДСТУ 10742-71, беруть навіску масою  г і легким струшуванням розподіляють її рівним шаром по дну лодочки.

в) Лодочку з навіскою зважують на аналітичних вагах з точністю до 0,0002г. Масу лодочки до узяття навіски і масу лодочки з навіскою записують у журнал аналізу. Аналіз зольності кожної аналітичної проби виконується по двох навісках. Друга навіска береться в такій же послідовності вслід за першою.

Для подальшого перерахунку результатів зольності аналітичної проби на суху масу одночасно із цієї ж пробою беруть навіски для визначення вологи по ДСТУ 11014-81 . Методика визначення вологості викладена в лабораторній роботі №2 цих методичних вказівок.

**3.4 Проведення визначення зольності**

**3.4. 1** **Метод повільного озоления в муфельній печі**

Лодочки з навісками випробуваної проби встановлюють на керамічній пластинці і розміщують у холодну муфельну піч. Для озолення кам'яних вугіль і антрациту початкову температуру муфельної печі підвищують протягом 30 хв до 500 **º**С, протягом наступних хв — до ºС.

Для озолення бурих вугіль і сланців початкову температуру муфельної печі підвищують протягом 30 хв до 250 **º**С, протягом наступних 30 хв до 500 **º**С і потім протягом години — до ºС.

По досягненні зазначеної температури зольний залишок,що утворився, прожарюють у закритій муфельній печі: при озоленні кам'яних вугіль і антрацитів - 1,5 год, бурих вугіль і сланців - 1 год.

Відлік часу прожарювання починають із моменту досягнення необхідної температури в просторі печі ( ºС) .

 Після закінчення зазначеного часу прожарювання лодочки із зольним залишком виймають із муфельної печі, охолоджують на повітрі до кімнатної температури і зважують. Дані зважувань записують у журнал аналізу.

Роблять контрольне прожарювання лодочок із зольним залишком протягом 30 хв і підраховують зміну маси. Якщо значення зміниться (у бік зменшення або збільшення) менше, ніж на 1 мг, то випробування закінчують і для розрахунку приймають останнє значення маси.

При зміні маси на 1 мг (тобто при різниці 0,0010 результатів взважувань) і більше роблять додаткові контрольні прожарювання тривалістю 30 хв кожне доти, поки зміна маси по двох зважуваннях не стане менше 1 мг.

При визначенні зольності методом повільного озолення допускається встановлювати лодочки з навісками палива не в холодну піч, як зазначено на початку цього підрозділу, а в попередньо нагріту до 300 **º**С. Це скорочує тривалість аналізу.

**3.4. 2 Метод прискореного озолення в муфельній печі із природною вентиляцією робочого простору печі**

 При озоленні навісок палива по цьому методу муфельну піч нагрівають до температури  ºС. Далі визначають зольність у такій послідовності:

- Лодочки з навісками палива встановлюють на керамічну пластину (або металеву з жароміцного матеріалу);

- взявши пластинку тигельними щипцями, встановлюють її так, щоб передній край її опирався на край поду муфельної печі, і в такому положенні витримують при озоленні кам'яних вугіль і антрациту - 3 хв, горючих сланців - 5 хв;

— пластинку із лодочками пересувають у піч зі швидкістю не більше 2 см/хв і після розміщення пластинки в печі закривають дверцята.

Температура в робочому просторі печі й тривалість прожарювання зольного залишку повинні відповідати значенням, наведеним у табл. 3.1.

Таблиця 3.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Вид палива | Температура в печі, ºС | Тривалість озолення в лодочках, хв |
| № 2 | № 3 |
| Вугілля кам'яні і антрацит |  | 35 | 25 |
| Вугілля бурі |  | 25 | 20 |
| Сланці горючі |  | 25 | 20 |

Відлік часу прожарювання починають із моменту, коли після закриття дверцят в муфельній печі буде досягнута температура не нижче 800 **º**С (або 850 **º**С при озоленні сланців). По закінченні озолення пластинку з лодочками виймають із муфельної печі, охолоджують на повітрі до кімнатної температури й зважують лодочки з зольним залишком.

При використанні описаного методу озолення ДСТУ 11022-75 не передбачає проведення контрольних прожарювань. Однак , щоб уникнути можливих помилок у визначенні, зольний залишок після основного прожарювання необхідно піддавати контрольним прожарюванням. Тривалість прожарювання 15 хв.

**3.4.3 Метод прискореного озолення з подачею кисню у робочий простір муфельної печі**

Для озолення проб палива по цьому методу збирають установку по схемі, показаної на рис. 3.1.

Розмір зольного залишку визначають у такій послідовності:

- нагрівають муфельну піч до температури 

- лодочки з навісками встановлюють на керамічній або металевій жароміцній пластинці;

- взявши пластинку тигельними щипцями, встановлюють її з краю рабочого простору муфельної печі й витримують при озоленні вугіль й антрациту - 3 хв, сланців - 5 хв.

- пластинку із лодочками пересувають у муфельну піч зі швидкістю

2 см/хв, закривають дверцята й подають кисень зі швидкістю, що відповідає об'ємній витраті 3 л/хв.

Рис. 3.1 - Підведення кисню в муфельну піч:

1 - кисневий балон; 2 - редуктор кисневий; 3 - реометр; 4 - манометр;

5 - термопара; 6 - перфорована трубка для уведення кисню в піч.

Температура й тривалість озолення повинні відповідати значенням табл. 3.2.

Таблиця 3.2

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Вид палива | Температура в печі, ºС | Тривалість озолення в лодочках, хв |
| № 2 | № 3 |
| Вугілля кам'яні й антрацит |  | 25 | 20 |
| Вугілля бурі |  | 15 | 10 |
| Сланці горючі |  | 20 | 15 |

По закінченні озолення подачу кисню припиняють, пластинку з лодочками виймають із муфельної печі, охолоджують на повітрі до кімнатної температури й зважують лодочки з зольним залишком.

Контрольні прожарювання при озоленні навісок окисним методом ДСТУ 11022-75 не передбачає. Однак, якщо при аналізі виникнуть сумніви в повноті озолення, варто виконати контрольні визначення тривалістю 10 хв кожне.

Стандартом передбачуване охолодження зольного залишку до кімнатної температури перед зважуванням треба проводити на повітрі. Переважніше цю частину аналізу виконувати так: лодочки з зольним залишком на повітрі охолоджувати до температури  ºС, а потім переносити їх в ексікатор для остаточного охолодження. Це виключить збільшення маси зольного залишку за рахунок вологи, що поглинається з повітря.

**3.5 Обробка результатів визначень**

При підрахунку зольності палива за вихідне приймають результати зважувань, виконаних у період проведення визначення.

Зольність аналітичної проби випробуваного палива обчислюють по формулі, %



де   — маса лодочки відповідно прожареної, з навіскою випробуваного палива, із зольним залишком після прожарювання, г.

г; г; г, тоді



Зольність по кожній пробі визначають паралельно у двох навісках. За остаточний результат приймають середнє арифметичне двох таких паралельних визначень, якщо розходження результатів не перевищує допущених величин. Допущене розходження між результатами двох визначень не повинне перевищувати значень , вказаних у таблиці 3.3

Таблиця 3.3

|  |  |
| --- | --- |
| Зольність | Допущене розходження між результатами, % |
| двох паралельних визначень в одній лабораторії  | двох визначень по дублікатам однієї лабораторної проби в різних лабораторіях |
| До 10 | 0,2 | 0,3 |
| 10…20 | 0,3 | 0,4 |
| 20…25 | 0,4 | 0,5 |
| 25 | 0,5 | 0,7 |

Якщо розходження між результатами двох паралельних визначень перевищує приведене в таблиці, роблять третє визначення і за остаточний результат приймають середнє арифметичне результатів двох визначень, що має менше розходження і не перевищує допущене розходження.

Якщо результат третього визначення знаходиться в межах допущених розходжень по відношенню к результатам кожного з двох попередніх визначень, то за остаточний результат приймають середнє арифметичне результатів трьох визначень.

Перерахування зольності аналітичної проби на суху масу проводять по формулі



Перерахування зольності аналітичної проби на робочу масу палива здійснюється аналогічно:



де  — зміст вологи, що визначене за ДСТУ 11014-81, відповідно в робочій масі випробуваного палива і в аналітичній пробі, %.

**Висновок:** у ході лабораторної роботи стандартним методом визначили зольність аналітичної проби палива й зробили перерахування аналітичної зольності на суху й робочу масу палива. Результати трохи розходяться з очікуваними (табличними) через погрішність вимірів.