

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

УТВЕРЖДАЮ
Директор ЭНИН

_____ В.М. Завьялов
« ____ » _____ 2016 г.

**ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ТВЕРДОГО ТОПЛИВА
И ОЧАГОВЫХ ОСТАТКОВ**

Методические указания для выполнения лабораторных работ по дисциплинам «Методы анализа топлива», «Физико-химические свойства натуральных топлив», «Котельные установки промышленных предприятий», для студентов III–IV курсов, обучающихся по направлениям 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника» и 13.03.03 «Энергетическое машиностроение»

Составители **В.И. Николаева, А.Ю. Долгих, К.В. Буваков**

Издательство
Томского политехнического университета
2016

УДК 662.7.013(075.8)
ББК 35.31я73
Т38

Т38 Технический анализ твердого топлива и очаговых остатков : методические указания для выполнения лабораторных работ по дисциплинам «Методы анализа топлива», «Физико-химические свойства натуральных топлив», «Котельные установки промышленных предприятий», для студентов III–IV курсов, обучающихся по направлениям 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника» и 13.03.03 «Энергетическое машиностроение». / сост.: В.И. Николаева, А.Ю. Долгих, К.В. Буваков; Томский политехнический университет. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2016. – 41 с.

УДК 662.7.013(075.8)
ББК 35.31я73

Методические указания рассмотрены и рекомендованы
к изданию методическим семинаром кафедры
парогенераторостроения и парогенераторных установок ЭНИН
«25» мая 2016 г.

Зав. кафедрой ПГС и ПГУ
доктор технических наук,
профессор

_____ *А.С. Заворин*

Председатель
учебно-методической комиссии

_____ *Е.Б. Кадлубович*

Рецензент

Доктор физико-математических наук
заведующий кафедрой ТПТ ЭНИН ТПУ
Г.В. Кузнецов

© Составление. ФГАОУ ВО НИ ТПУ, 2016
© Николаева В.И., Долгих А.Ю., Буваков К.В., составление, 2016

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Основные термины, определения и формулы пересчета результатов анализа	5
Лабораторная работа №1. Отбор и обработка проб для лабораторных испытаний	6
Лабораторная работа №2. Влажность. Методы определения влажности.....	10
Лабораторная работа №3. Зольность. Методы определения зольности топлива, шлака и золы (уноса)	14
Лабораторная работа №4. Определение выхода летучих веществ и характеристика коксового остатка.....	18
Лабораторная работа №5. Определение теплоты сгорания топлива.....	22
Порядок проведения испытаний и составление отчета	37
Список литературы	39
Приложение А. Образец титульного листа отчета по лабораторной работе	40

Введение

В настоящее время, складывающаяся топливно-энергетическая ситуация не оставляет сомнений в том, что тепловые электростанции останутся основным источником тепло- и энергообеспечения и сохранят за собой ведущую роль в энергетике на далекую перспективу. В производстве электрической и тепловой энергии решающая роль остается за твердым топливом – в основном это каменные и бурые угли. Для обеспечения надежности и экономичности работы тепловых электростанций и промышленных котельных, необходимо проводить контроль качества сжигаемого топлива. В условиях электростанций к контролю качества топлива предъявляются особенно жесткие требования, как в части его точности, так и оперативности. Особенно сложно обеспечить эти требования в случае сжигания твердого топлива, так как оно из-за специфики своего состава подвержено весьма большим колебаниям качества. В этой связи используются современные методы опробования твердого топлива, включающие отбор проб топлива и их подготовку, проведение технического анализа по методикам, утвержденным соответствующими государственными стандартами – ГОСТ, в ряде случаев отраслевыми стандартами – ОСТ.

Целью технического анализа твердого топлива является определение его основных теплотехнических (рабочих) характеристик (влажность, зольность, выход летучих), которые в свою очередь служат критериями оценки качества данного вида топлива (для примера, его теплотворной способности), а также находят применение при проведении тепловых расчетов топливо сжигающих установок. Для вновь открываемых видов топлива основные характеристики играют важную роль при определении способов и методов их дальнейшего использования.

Основными целями данных методических указаний являются:

- освоение методов отбора проб топлива;
- проведение отбора проб топлива и его подготовка к анализу;
- освоение методик проведения технического анализа твердого топлива.
- определение основных теплотехнических характеристик энергетических топлив.
- пересчет результатов анализа топлива на различные его состояния.
- оценка качества исследуемого топлива.

Методические указания составлены на базе профильных первоисточников и применяемых государственных стандартов.

Основные термины, определения и формулы пересчета результатов анализа

Партия – количество топлива, отгруженное потребителю за определенный промежуток времени, среднее качество которого характеризуется одной объединенной пробой.

Объединенная проба – проба, состоящая из требуемого количества точечных проб, отобранных от партии топлива.

Точечная проба – количество топлива, отобранное из одного места однократным движением устройства для отбора проб.

Лабораторная проба – проба, полученная в результате обработки объединенной пробы до крупности 0–3 (0–10) мм и предназначенная для лабораторных исследований и для подготовки аналитических проб.

Аналитическая проба – проба, полученная в результате обработки лабораторной пробы и предназначенная для проведения анализов.

Рабочее состояние топлива (верхний индекс «r») – состояние топлива с таким содержанием влаги и зольностью, с которыми оно добывается, отгружается или используется.

Аналитическое состояние топлива (верхний индекс «a») – состояние топлива, характеризующееся подготовкой пробы, в которую включается размол до крупности зерен менее 0,2 мм и доведением влажности топлива до равновесного состояния с влажностью лабораторного помещения.

Сухое состояние топлива (верхний индекс «d») – состояние топлива, не содержащего общей влаги.

Сухое беззольное состояние топлива (верхний индекс «daf») – условное состояние топлива, не содержащего общей влаги и золы.

Формулы пересчета результатов анализа твердого топлива для различных его состояний [1]:

Состояние топлива	«r»	«a»	«d»	«daf»
«r»	1	$\frac{100 - W^a}{100 - W_t^r}$	$\frac{100}{100 - W_t^r}$	$\frac{100}{100 - (W_t^r + A^r)}$
«a»	$\frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}$	1	$\frac{100}{100 - W^a}$	$\frac{100}{100 - (W^a + A^a)}$
«d»	$\frac{100 - W_t^r}{100}$	$\frac{100 - W^a}{100}$	1	$\frac{100}{100 - A^d}$
«daf»	$\frac{100 - (W_t^r + A^r)}{100}$	$\frac{100 - (W^a + A^a)}{100}$	$\frac{100 - A^d}{100}$	1

Лабораторная работа №1.

Отбор и обработка проб для лабораторных испытаний

Отбор проб должен производиться очень тщательно в соответствии с [2] по ГОСТ 10742-71, так как самый точный анализ неправильно взятой пробы создает неверное представление о составе и свойствах анализируемого продукта.

Целью отбора проб является получение небольшой пробы, а после дальнейшей ее обработки небольшой навески, с достаточной точностью представляющей всю партию (массу) по исследуемым показателям.

1.1. Отбор проб

Отбор проб должен проводиться механизированным способом с применением пробоотборника. Если невозможен механизированный отбор, допускается отбор вручную.

Количество точечных проб, отбираемых в объединенную пробу от партии топлива массой до 1000 т (для каменных углей и антрацитов) или партии топлива массой до 2500 т (для бурых углей, горючих сланцев и брикетов) при определении зольности, рабочей влаги и удельной теплоты сгорания приведено в таблице 1.

Таблица 1

Количество точечных проб

Вид топлива	Количество точечных проб
Топливо, обогащенное и брикеты	16
Топливо необогащенное	32

*Примечания: 1. Обогащенным топливом считают концентрат и продукты сортировки.
2. От партии топлива массой до 500 т в объединенную пробу отбирают 16 точечных проб независимо от вида топлива.
3. От партии топлива, состоящей из одного железнодорожного вагона, в объединенную пробу отбирают 8 точечных проб независимо от вида топлива.*

На котельной пробы отбирают из мест складирования (буртов).

При отборе, доставке к месту проведения испытания и хранения проб принимают меры, предотвращающие их засорение, измельчение и потерю.

1.1.1. Проведение испытания (отбор проб угля в ручную)

- 1) Определить количество точечных проб;
- 2) Наметить расположение точек в соответствии схемам, изображенным на рисунке 1, по схеме (рис. 1а) при отборе проб из вагона, бурта, по схеме (рис. 1б) – из автомашин;
- 3) В точке отбора выкопать лунку на глубину не менее 0,4 м от поверхности топлива, для брикетов не менее 0,2 м;

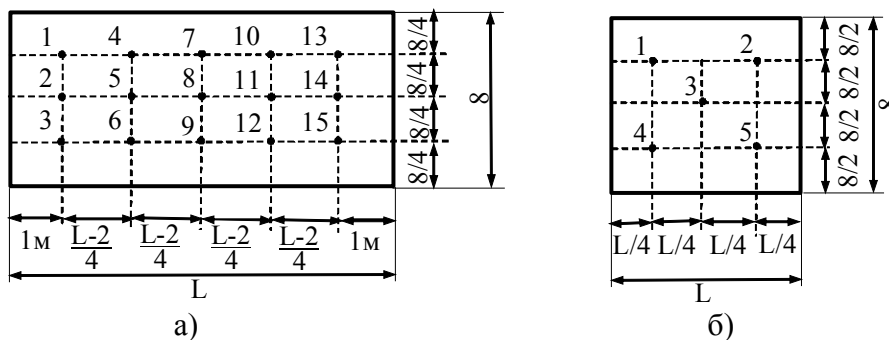


Рис. 1. Схемы расположения точек отбора точечных проб

4) Со дна лунки произвести отбор порции топлива. Размер отбирающего приспособления (совковая лопата) должен обеспечить возможность взятия порции необходимой массы без потерь отдельных кусков, находящихся в точке отбора.

5) Отбор точечных проб проводить по схеме в шахматном порядке. При отборе проб топлива крупностью до 100 мм топливо отбирают в один прием, а от топлива крупностью более 100 мм допускается проводить набор точечных проб в 2–3 приема. Топливо берут без выбора, включая в точечную пробу уголь, сростки и породу.

6) После окончания отбора всех точечных проб, составляющих объединенную пробу, пробу герметично упаковать и доставить в день отбора в лабораторию.

Примечание: При отборе проб вручную от топлива крупностью до 100 мм топливо отбирают в один прием, а от топлива крупностью более 100 мм допускается производить набор точечных проб в 2–3 приема, обеспечив при этом требуемую массу точечной пробы.

1.2. Обработка проб

В лаборатории проводится обработка объединенной пробы. Объединенную пробу измельчают в дробилке до лабораторной пробы крупностью от 0 до 3 мм или от 0 до 10 мм.

При этом должны соблюдаться меры, предотвращающие потери материала пробы и влаги, ее загрязнение, а также нарушение представительности проб.

Определение показателей качества топлива, кроме внешней влаги, проводится в аналитической пробе. Аналитическую пробу получают путем переработки лабораторной пробы. Лабораторная проба, если ее масса значительно больше 500 г, до переработки ее в аналитическую пробу сокращается. Ручное сокращение проводят последовательным квартованием. Схема ручного сокращения показана на рисунке 2. Проба после дробления может сокращаться до минимальных масс, указанных в таблице 2.

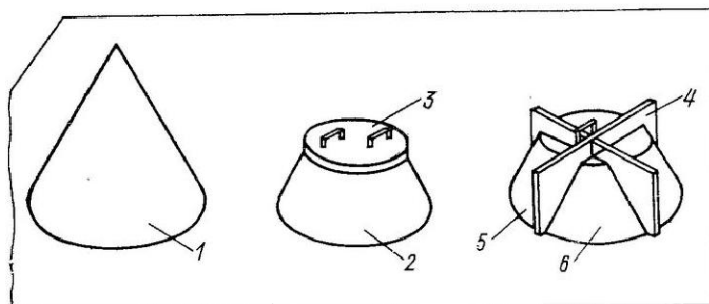


Рис. 2. Схема ручного сокращения пробы:

1 – топливо, насыпанное в виде конуса; 2 – сплюснутая проба; 3 – металлический диск; 4 – крестовина; 5 – удаляемые части пробы; 6 – остающиеся части пробы

Таблица 2

Размер кусков топлива после дробления и масса пробы после сокращения

Размер максимальных кусков после дробления пробы, мм	Минимальная масса пробы после сокращения, для углей, кг	
	обогащенных	необогащенных
20 (25)	5	30
10 (13)	1,5	10
3 (5)	0,6	2
1,0	0,15	0,6
0,2	0,085	0,085

Примечание: В скобках указаны допускаемые размеры кусков.

1.2.1. Проведение испытания

1) Лабораторную пробу небольшими порциями через воронку, перемещающуюся на штативе, высыпать на специальный разделочный стол в виде конуса 1 (см. рис. 2).

2) Металлическим диском 3 надавить вертикально на вершину конуса.

3) Металлической крестовиной 4 разрезать усеченный конус на четыре равных сектора.

4) Не снимая крестовины, два противоположных сектора 5 удалить в отход через отверстие в бортике стола.

5) Два оставшихся сектора 6 сокращают аналогичным способом до тех пор, пока масса каждого из оставшихся секторов не станет равной примерно 500 г.

6) Масса каждого экземпляра лабораторной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

7) Приготовленные пробы пересыпают в банки из не окисляющегося материала и плотно закрывают.

1.3. Приготовление аналитической пробы топлива

Аналитическую пробу топлива получают после определения внешней влаги лабораторной пробой с последующим измельчением ее в соответствующих машинах до крупности от 0 до 0,2 мм. Измельченную аналитическую пробу перемешивают и делителем сокращают (см. п. 1.2) до массы, указанной в таблице 2.

1.4. Упаковка и маркировка проб

Полученные лабораторные и аналитические пробы топлива помещают в банки, взвешивают и маркируют.

1.4.1. Проведение испытания

- 1) Взвесить банки вместе с крышками, материалом для опечатывания и этикетками. Взвешивание производят с погрешностью не более 1 г.
- 2) Записать на этикетках:
 - номер пробы, дату отбора и обработки пробы;
 - наименование пробы (товарная, контрольная, исследовательская);
 - массу тары и массу брутто лабораторной или аналитической пробы;
 - наименование предприятия, вид продукции, марку и сорт топлива;
 - масса партии, от которой отобрана проба.
- 3) Поставить подпись лица, ответственного за отбор и обработку пробы.
- 4) Вложить одну этикетку внутрь банки, а другую закрепить на банку снаружи. Банку герметично закрыть и опечатать.

Вопросы для самоконтроля

1. Что такое представительная проба?
2. Что такое объединенная проба топлива, и из какого количества точечных проб она должна состоять для каменного угля?
3. Начертите схему расположение точек отбора точечных проб, дать пояснение.
4. Опишите процесс отбора проб вручную.
5. Какие последовательные операции включает в себя обработка проб, дайте краткое пояснение каждой операции.
6. Как и с какой целью проводится квартование пробы?
7. Как проводится приготовление аналитической пробы топлива?
8. С какой целью проводится упаковка и маркировка проб?
9. Какая информация должна содержаться на этикетке?
10. Дайте определение понятиям «партия топлива», «объединенная проба», «точечная проба», «лабораторная и аналитическая пробы».

Лабораторная работа №2. Влажность. Методы определения влажности

Все виды твердого топлива содержат влагу, которая является важной теплотехнической характеристикой. Высокая влажность топлива вызывает много трудностей при сжигании. Снижается теплота сгорания, растут расходы топлива и объемы продуктов сгорания, увеличиваются потери теплоты с уходящими газами. Влажность влияет на процесс окисления топлив при хранении, является причиной смерзаемости углей. Основным технологическим показателем качества добытого товарного топлива является общая влага. Общей влаге топлива, соответствующей различным начальным состояниям анализируемой пробы, присвоены определенные названия:

- *рабочая влага* W_t^r – общая влага рабочей массы топлива, т. е. топлива, находящегося в таком состоянии, в каком оно прибывает потребителю;
- *влага воздушно-сухого топлива* W_h – часть общей влаги, оставшейся в топливе после доведения его до воздушно-сухого состояния;
- *аналитическая влага* W^a – общая влага аналитической пробы топлива.

2.1. Определение внешней влаги

Сущность метода согласно [3] по ГОСТ Р 52911-2013 заключается в высушивании топлива массой не менее 0,5 кг и крупностью кусков не более 20 мм до постоянной массы и вычислении потери массы. Внешнюю влагу определяют сушкой лабораторной пробы топлива при комнатной температуре или в сушильном шкафу. Температура сушильного шкафа должна быть не более $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ для бурых углей и не более $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ для каменных углей и горючих сланцев.

2.1.1. Проведение испытания

- 1) Взвесить противень.
- 2) Навеску топлива поместить на противень и разравнять так, чтобы толщина слоя была не более 1 см.
- 3) Противень с пробой взвесить с точностью до 0,05 г и поставить для свободной сушки в помещении с хорошей вентиляцией или в сушильный шкаф. Время сушки в сушильном шкафу не должно превышать 8 часов. Для бурых углей время сушки может быть продлено.
- 4) Во время сушки топливо периодически взвешивать и после взвешивания осторожно перемешивать, не допуская потерь.

5) Сушку считают законченной, когда расхождение в массе за последний час между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,3 % первичной навески для бурых углей и 0,1 % – для каменных.

6) Результаты взвешивания занести в таблицу 3.

Таблица 3

Определение внешней влаги топлива

№ противня	Масса противня, г	Масса противня с навеской		Масса навески до просушивания, г	Масса навески после просушивания, г	Потеря массы навески при просушивании, г
		до просушки	после просушки			
	g	G ₁	G ₂	G _T = G ₁ – g	G = G ₂ – g	G ₃ = G _T – G

Примечание: проба шлака, после доставки с места отбора высыпается на противень ровным слоем и сушится при комнатной температуре до воздушно-сухого состояния и измельчается в дальнейшем также как и топливо. Унос сушки и измельчению не подвергается.

7) Содержание внешней влаги в топливе вычислить по формуле:

$$W_{ex} = \frac{G_3}{G_T} \cdot 100, \% . \quad (1)$$

Примечание: при ускоренном методе контрольное просушивание не проводится. Определение внешней влаги производят в одной навеске.

2.2. Определение влаги аналитической пробы

Сущность метода заключается в высушивании навески аналитической пробы топлива (максимальный размер частиц не более 0,2 мм) в сушильном шкафу при температуре (105–110)°С или при температуре (160±5)°С (ускоренный метод) и вычислении массовой доли влаги по потере массы.

2.2.1. Проведение испытания

1) Установить температуру в сушильном шкафу (105–110)°С или (160±5)°С (ускоренный метод).

2) Включить сушильный шкаф.

3) Взвесить два пронумерованных бюкса (см. рис. 3) с точностью до 0,0002 г.

4) Пробу топлива тщательно перемешать в банке и на разной глубине отобрать в предварительно взвешенные бюксы две навески массой по 1±0,1 г каждая с точностью 0,0002 г.

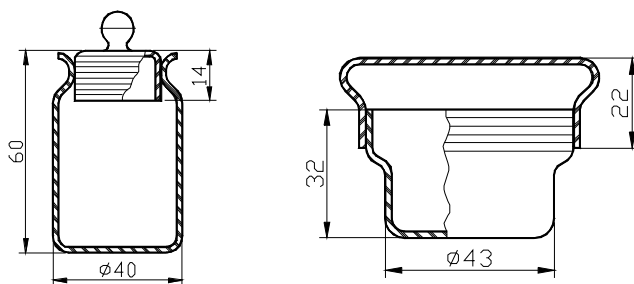


Рис. 3. Стаканчики (бюксы) для взвешивания пробы

5) Навеску равномерно распределить по дну бюксы, легким постукиванием.

6) Открытые бюксы с навесками поместить в предварительно нагретый сушильный шкаф и сушить по режиму, указанному в таблице 4.

Таблица 4

Продолжительность высушивания

Вид топлива	Продолжительность подсушивания, мин.	
	105–110°C	160±5°C
Каменные угли, антрацит и горючие сланцы	30	5
Бурые угли и лигниты	60	10

7) Отчет времени сушки ведут с момента установления (восстановления) требуемой температуры.

8) Бюксы вынуть из сушильного шкафа, закрыть крышками и охладить 5 минут на воздухе, затем в эксикаторе до комнатной температуры.

9) Бюксы взвесить.

Контрольное просушивание при ускоренном методе определения влажности не проводят. Результаты взвешивания заносят в таблицу 5.

Таблица 5

Определение влаги аналитической пробы топлива

№ бюксы	Масса бюксы, г	Масса бюкса с пробой, г		Масса навески до просушивания, г	Масса пробы после просушивания	Потеря массы навески	Влага аналитической пробы, %
		до просушки	после просушки				
№		G_1	G_2	$G_T = G_1 - g$	$G = G_2 - g$	$\Delta G = G_T - G$	W^a

Определение влаги аналитической пробы производят параллельно в двух навесках.

Содержание влаги аналитической пробы W^a в % вычисляют по формуле:

$$W^a = \frac{\Delta G}{G_T} \cdot 100, \% \quad (2)$$

Общая влага рабочего топлива подсчитывается в % по формуле:

$$W_t^r = W_{ex} + W_{cp}^a \frac{100 - W_{ex}}{100}, \% \quad (3)$$

где: W_{ex} – внешняя влага топлива в %, определенная в соответствии с разделом 2.1.1 данного методического указания.

Примечание: аналитическую пробу шлака в количестве трех навесок по $1 \pm 0,1$ г сушат параллельно с топливом без определения потерь в весе для последующего определения механического недожога и зольности.

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице 6. В противном случае определения повторяют.

Таблица 6

Допускаемые расхождения

Содержание влаги, %	Вид влаги	Допустимые расхождения полученных результатов	
		в одной лаборатории	в разных лабораториях
До 10	W_t и W_h W^a	0,3% 0,2 абс. %	0,5%
Свыше 10	W_t и W_h W^a	3,0 отн. % 2,0 отн. %	5,0 отн. %

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух определений, если расхождения не превышают допускаемые.

Вопросы для самоконтроля

1. Что такое общая влага рабочей массы топлива? Напишите формулу расчета.
2. Что такое внешняя влага топлива, какие методы определения внешней влаги знаете?
3. В чем заключается сущность метода определения внешней влаги?
4. Что такое аналитическая влага топлива, какие существуют методы определения и в чем их различие?

5. Сколько навесок берут для определения внешней влаги топлива, влаги в аналитической пробе топлива?
6. В чем заключается сущность методов определения влаги в аналитической пробе топлива?
7. Как определяется влажность топлив новых и малоизученных месторождений?
8. Кратко опишите порядок проведения определения внешней влаги.
9. Как проводится подготовка навески топлива при определении влажности аналитической пробы топлива?
10. В чем различие методов определения влажности в торфе и в каменном угле для аналитической пробы топлива?

Лабораторная работа №3.

Зольность. Методы определения зольности топлива, шлака и золы (уноса)

Золой (А) называется твердый неорганический остаток, образующийся в результате полного сжигания топлива при свободном доступе кислорода, представляющий собой продукт полного окисления и термического превращения минеральных компонентов углей. Минеральные вещества при сжигании твердого топлива не только снижают теплоту сгорания топлива, но и вызывают необходимость расхода тепла на нагрев, разложение и ошлакование этих примесей.

Определяемым параметром является – зольность – это масса золы, полученной в стандартных условиях, отнесенная к единице массы угля и выраженная в процентах.

Определение зольности проб бурых и каменных углей, антрацита и горючих сланцев, продуктов их обогащения, породных прослоек в углях и сланцах производится согласно [4] по ГОСТ Р 55661-2013. Определение зольности шлака и уноса производится в соответствии с требованиями этого же стандарта [4].

Сущность метода заключается в сжигании пробы топлива в муфельной печи, нагреваемой с определенной скоростью до температуры $815 \pm 15^\circ\text{C}$ и выдерживанием при этой температуре до постоянной массы. Свойства каменного угля и кокса в отличие от бурого угля допускают более высокие скорости нагрева.

ГОСТ Р 55661-2013 устанавливает метод определения зольности при медленном и ускоренном озолении.

Ускоренное озоление производят с естественной вентиляцией или с подачей в муфельную электропечь кислорода.

Определение зольности топлива при возникновении разногласий по вопросу оценки его качества, а также определение зольности породных прослоек производят только медленным озолением.

3.1. Медленное озоление

3.1.1. Проведение испытания

Для определения зольности топлива следует применять лодочки № 1, 2, 3 (рис. 4) согласно [5, 6] по ГОСТ 9147-80 и ГОСТ 19908-90.

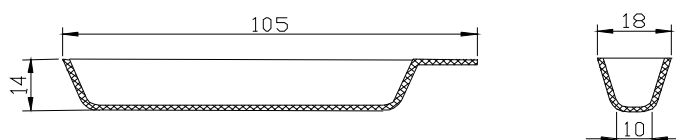


Рис. 4. Лодочки фарфоровые

- 1) Взвесить прокаленные и пронумерованные фарфоровые лодочки (см. рис. 4).
 - 2) Тщательно перемешать топливо в банке.
 - 3) В двух-трех местах по глубине отобрать шпателем анализируемую пробу (топливо, шлак, унос) в количестве $1 \pm 0,1$ г.
 - 4) Поместить пробу топлива равномерным слоем, не допуская насыпания на края, в лодочки.
 - 5) Лодочку с навеской поместить в муфельную печь при комнатной температуре.
 - 6) Для озоления каменных углей и антрацита температуру муфельной печи повысить в течение 30 мин до 500°C и в течение следующих 30–60 минут до $(815 \pm 15)^{\circ}\text{C}$ и выдержать 60 минут.
 - 7) Для озоления бурых углей и горючих сланцев температуру печи повысить в течение 30 мин до 250°C , в течение следующих 30 минут до 500°C , затем в течении 60 минут до $(815 \pm 15)^{\circ}\text{C}$. При достижении указанной температуры $(815 \pm 15)^{\circ}\text{C}$ выдержать в течении 60 минут.
 - 8) После прокаливания лодочки вынуть из печи и охладить на воздухе 10 минут, а затем в эксикаторе до комнатной температуры.
 - 9) После охлаждения лодочку с зольным остатком взвесить.
 - 10) Контрольные прокаливания при $(815 \pm 15)^{\circ}\text{C}$ по 15 минут проводить до тех пор, пока изменение массы станет не более 1 мг.
- Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,2 мг. Результаты определений представляют в виде таблицы 7.

Таблица 7

Определение зольности (топлива, шлака, уноса)

№ п/п	Масса лодочки с пробой, г				Масса пробы до прокаливания, г	Масса золотого остатка, г	Зольность аналитической пробы, %
	Масса лодочки, г	после прокаливания					
		до прокаливания	первого	второго			
g	G_1	G_2^1	G_2^2	G_2^i	$G_T = G_1 - g$	$G = G_2^i - g$	$A^a = (G/G_T) \cdot 100$

Примечание: G_2^i – масса лодочки с зольным остатком после последнего прокаливания, г.

Средняя зольность аналитической пробы в % равна:

$$A_{cp}^a = \frac{A_1^a + A_2^a}{2}, \% \quad (4)$$

Пересчёт зольности аналитической пробы на сухую и рабочую массу в % производят по формулам:

$$A^d = A_{cp}^a \frac{100}{100 - W^a}, \% \quad (5)$$

$$A^r = A_{cp}^a \frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}, \% \quad (6)$$

где: W^a и W_t^r – содержание в испытуемой пробе соответственно аналитической и рабочей влаги, %.

3.2. Ускоренное озоление с естественной вентиляцией

3.2.1. Проведение испытания

1) Муфельную печь разогреть до температуры $(815 \pm 15)^\circ\text{C}$ – для каменных бурых углей, лигнитов и антрацитов, $865 \pm 15^\circ\text{C}$ – для горючих сланцев.

2) Открыть дверцу муфельной печи и ввести в неё подставку с асбестовой пластинкой с установленными на ней в 1–2 ряда фарфоровыми лодочками с навесками топлива, шлака и уноса.

3) Первый ряд лодочек поместить у самого входа в печь и выдержать в таком положении в течение 5 минут; постепенное нагревание (продвижение) проб необходимо для того, чтобы предотвратить их воспламенение или растрескивание, при которых возможен выброс части топлива из лодочек и уменьшение веса пробы.

4) Затем пластинку с лодочками продвинуть в муфельную печь со скоростью 1–2 см/мин и закрыть дверцу; продолжительность озоления навесок испытуемого топлива и температура муфельной печи указана в таблице 8.

Таблица 8

Продолжительность озоления навесок и температура муфельной печи

Вид топлива	Температура печи, °С	Продолжительность озоления, мин
Каменные угли и антрацит	815±15	25
Угли бурые	815±15	20
Сланцы горючие	815±15	20

5) По истечении заданного времени подставку с лодочками вынуть из муфельной печи.

6) Охладить лодочки на подставке на воздухе до комнатной температуры.

7) Лодочки с зольным остатком взвесить.

8) Провести контрольное прокаливание при (815±15)°С по 15 минут до тех пор, пока изменение массы не станет не более 1 мг.

9) Показания испытаний занести в таблицу 9.

3.2.2. Обработка результатов

Вычисление результатов испытания аналитической пробы, а также пересчёт результатов на сухую и рабочую массу производят до сотых долей процента, а окончательный результат округляют до сотых долей процента.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице 9.

Таблица 9

Допускаемые расхождения между результатами

Зольность (A ^a , %)	Допускаемые расхождения полученных результатов	
	в одной лаборатории, %	в разных лабораториях, %
До 10	0,2 абс.	0,3 абс.
От 10 до 20	0,3 абс.	0,4 абс.
От 20 до 25	0,4 абс.	0,5 абс.
Свыше 25	0,5 абс.	0,7 абс.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает указанную величину, то производят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких определений в пределах допускаемых расхождений.

Вопросы для самоконтроля

1. Дайте определение зольности топлива, и напишите формулы пересчета на сухую и рабочую массы топлива.

2. Как влияет содержание золы в топливе на работу котлоагрегата?
3. От чего зависят количество и состав золы?
4. По какому ГОСТ проводится определение зольности, в чем заключается сущность определения?
5. Какие способы определения зольности Вы знаете, в чем их различие, и в каких случаях определение зольности можно проводить только одним из способов?
6. Какие условия необходимо соблюдать при определении зольности для получения достоверных результатов?
7. В чем заключается сущность определения зольности при медленном озолении, в каких случаях его проводят?
8. Что такое контрольное озоление? Как и с какой целью оно проводится?
9. Как влияет зольность различных видов топлива на производство теплоты сгорания?
10. Почему необходимо проводить определение зольности в двух навесках?

Лабораторная работа №4. Определение выхода летучих веществ и характеристика коксового остатка

Важнейшей характеристикой всех видов твердых топлив является способность их претерпевать термические превращения при нагреве без доступа воздуха. Термическая неустойчивость веществ, входящих в состав органической массы твердых топлив, является основным и наиболее общим их свойством, на котором основано их практическое использование для энергетических целей. Под летучими веществами принято понимать смесь газообразных и парообразных продуктов, образующихся при нагревании их без доступа воздуха. Получаемый при этом твердый остаток представляет собой продукт термических превращений органических и минеральных веществ топлива, который в случае спекшегося продукта называется тигельным коксом или корольком [7].

4.1. Определение выхода летучих веществ

Определение выхода летучих веществ проводится согласно [8] по ГОСТ Р 55660-2013, который распространяется на бурые и каменные угли, антрацит и продукты их обогащения.

Сущность метода заключается в нагревании навески испытуемого топлива без доступа воздуха при температуре $900 \pm 10^\circ\text{C}$ для каменных углей и при температуре $850 \pm 10^\circ\text{C}$ для бурых в течение 7 минут и определении выхода летучих по разности общей потери массы пробы и потери за счёт испарения влаги.

При определении выхода летучих веществ в каменных углях и антрацитах с целью их классификации зольность исследуемых проб не должна превышать 10%.

При испытании бурых углей и лигнитов возможно бурное выделение летучих веществ, которое сопровождается выбросом твердого вещества из тигля, это может исказить результат определения. Стандартом устанавливается два альтернативных метода, снижающих до минимума вероятность выброса твердого вещества из тигля: с предварительным брикетированием навески и нагрев в двух печах.

Определение выхода летучих веществ в значительной степени зависит от условий проведения анализа, поэтому для достижения воспроизводимости необходимо соблюдать следующие требования:

- применяемые тигли должны соответствовать требованиям стандарта [5], фарфоровые тигли (см. рис.°5) высокой формы №3;
- новые тигли и крышки должны быть пронумерованы и прокалены до постоянной массы, и должны храниться в эксикаторе с осушающим веществом;
- при проведении анализа важно, чтобы крышка плотно прилегала к тиглю, для этого каждый раз перед началом проведения опыта, механически вращать крышку до образования желобка на ее внутренней поверхности, это ограничивает доступ кислорода к пробе и уменьшает окисление навески топлива при нагревании;
- температуру 900°С в печи следует поддерживать как можно точнее, допустимое отклонение $\pm 50^{\circ}\text{C}$ включает возможные ошибки измерения температуры и неоднородность ее распределения;
- подставку с тиглями следует помещать в зону устойчивой температуры печи.

4.1.1. Проведение испытания

- 1) Взвесить тигель с крышкой.
- 2) Аналитическую пробу топлива перемешать в открытой банке шпателем на полную глубину и на разной глубине из двух-трех мест взять в тигли навески массой до $1 \pm 0,1$ г.
- 3) Пробу легким постукиванием равномерно распределить по дну тигля.
- 4) Навески бурых углей перед испытанием брикетируют. Для этого навеску угля помещают в матрицу лабораторного пресса (см. рис. 6), поворотом рукоятки опускают пуансон, нажимая на уголь до получения из него брикета. Полученный брикет вынимают из пресса и помещают в предварительно взвешенный тигель, закрывают крышкой и снова взвешивают.

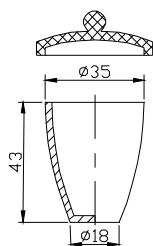


Рис. 5. Фарфоровый тигель с крышкой (форма №3)

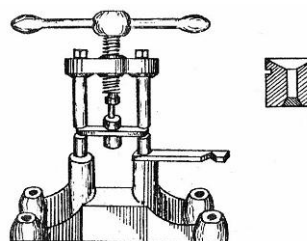


Рис. 6. Пресс и матрица для изготовления угольных брикетов

5) Тигли установить на подставку (см рис. 7) и поместить в зону устойчивой температуры муфельной печи (см. рис. 8).

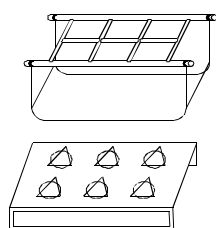


Рис. 7. Подставки для тиглей

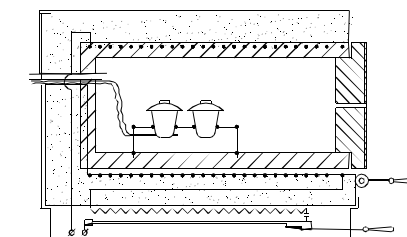


Рис. 8. Печь муфельная

- 6) Тигли выдерживают в закрытой печи в течение 7 мин.
 - 7) Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, должна достичь $900 \pm 10^\circ\text{C}$ для каменных углей и $850 \pm 10^\circ\text{C}$ для бурых в течение 3–4 минут. В противном случае испытания повторить.
 - 8) По истечении 7 минут подставку с тиглями вынуть из печи, охладить на воздухе в течение 5 минут.
 - 9) Перенести тигли щипцами, не снимая крышек в эксикатор, где охладить до комнатной температуры.
 - 10) Взвесить тигли.
 - 11) Дать характеристику коксовому остатку.
- Результаты определения представляются в виде таблицы 10.

Таблица 10

Определение выхода летучих веществ

№ навески	Масса тигля, г	Масса тигля с пробой, г		Потеря массы пробы, г	Масса пробы до прокаливания, г	Выход летучих веществ в аналитической пробе, %
		до определения	после определения			
8	G_1	G_2	$\Delta G = G_1 - G_2$	$G_T = G_1 - g$	$V^a = \frac{\Delta G}{G_T} 100 - W_{cp}^a$	

Среднее значение выхода летучих веществ в аналитической пробе в % вычисляется по формуле:

$$V_{\text{cp}}^a = \frac{V_1^a + V_2^a}{2}, \% \quad (7)$$

Выход летучих веществ в пересчёте на горючую массу в % вычисляется по формуле:

$$V^{\text{daf}} = V_{\text{cp}}^a \frac{100}{100 - W^a - A^a}, \% \quad (8)$$

где: W^a , A^a – соответственно влажность и зольность аналитической пробы исследуемого топлива.

Определение выхода летучих веществ в каждой пробе производят параллельно по двум навескам. За окончательный результат принимают среднее арифметическое в пределах допустимых расхождений. В противном случае производят третье определение.

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений выхода летучих веществ по одной аналитической пробе не должно превышать величин указанных в таблице 11.

Таблица 11

Допускаемые расхождения между результатами

Выход летучих (V^a , %)	Допускаемые расхождения полученных результатов	
	в одной лаборатории, %	в разных лабораториях, %
До 10	0,3 абс.	0,5 абс.
Свыше 10	3,0 от среднего результата	4,0 от среднего результата

4.2. Классификация нелетучего остатка

Нелетучий остаток, полученный в тигле после определения выхода летучих веществ, характеризуют в зависимости от его внешнего вида и прочности:

- порошкообразный;
- слипшийся – при легком нажиме пальцем рассыпается в порошок;
- слабоспекшийся – при легком нажиме рассыпается на отдельные кусочки;
- спекшийся, не сплавленный – для раскалывания в отдельные кусочки необходимо приложить усилие;
- сплавленный, не вспученный – плоская лепешка с серебристым металлическим блеском поверхности;
- сплавленный, вспученный – остаток с серебристым металлическим блеском поверхности, высотой менее 15 мм;
- сплавленный сильно вспученный – остаток с серебристым металлическим блеском поверхности, высотой более 15 мм.

Если в результате испытания каменного угля с выходом летучих более 20% получен порошкообразный или слипшийся нелетучий остаток, то испытания повторяют с брикетированными навесками этого угля и выход летучих веществ вычисляют по результатам второго испытания. Нелетучий остаток характеризуют по результатам не брикетированной навески.

Вопросы для самоконтроля

1. Что называется летучими веществами, и какие соединения входят в их состав?
2. По какому ГОСТ проводится определение выхода летучих и в чем заключается сущность определения?
3. Перечислите факторы, влияющие на получение достоверных результатов при определении летучих веществ, дайте каждому краткое пояснение.
4. Приведите классификацию нелетучего остатка.
5. В каких случаях при определении выхода летучих веществ навеску необходимо брикетировать?
6. Какие из природных энергетических топлив характеризуются наибольшим выходом летучих веществ и почему?
7. Проклассифицируйте летучий остаток, и поясните его влияние на технологию сжигания.
8. Как зависит реакционная способность топлива от выхода летучих веществ?
9. В каких случаях необходимо проводить брикетирование навески и как проводится вычисление результатов и характеристика коксового остатка?
10. С какой целью проводят определение выхода летучих веществ и определяют спекаемость топлива? Где используются эти показатели?

Лабораторная работа №5. Определение теплоты сгорания топлива

Важнейшим показателем качества топлива является его теплотворная способность или калорийность, которая определяет его энергетическую ценность и представляет собой количество теплоты, выделяющейся в ходе химических реакций окисления горючих компонентов топлива газообразным кислородом.

К горючим элементам в топливе относятся углерод С, водород Н, и летучая горючая сера S.

Теплота сгорания зависит от влажности, зольности, элементного состава органической массы топлива.

Теплота сгорания твердых топлив тем выше, чем меньше в своем составе оно содержит количество балласта – влаги и золы.

По элементному составу: теплота сгорания топлива тем выше, чем больше в нем содержится горючего элемента – углерода.

Количество выделяемой при сжигании топлива теплоты зависит также от степени углефикации, чем моложе топливо, тем больше внутренний балласт и тем меньше теплота сгорания.

В зависимости от вида массы топлива различают теплоту сгорания:

- Q^r – теплота сгорания топлива в рабочем состоянии;
- Q^d – теплота сгорания сухой массы топлива;
- Q^{daf} – теплота сгорания сухой беззольной массы.

Величины Q^r и Q^d зависят от химического состава горючей и минеральной части топлива и от количества балласта в нем.

Различают высшую и низшую теплотворную способность топлива.

Высшей теплотой сгорания Q_s^r топлива называют все количество тепла, выделенное 1 кг топлива при его полном сгорании, если образующиеся при этом водяные пары конденсируются в воду. Но при сжигании топлива в топке образовавшаяся вода уходит в виде пара с продуктами горения, не отдав скрытой теплоты конденсации. Поэтому различают еще полезную, или другими словами низшую, теплоту сгорания топлива.

Низшей теплотой сгорания Q_i^r топлива называют тепло, выделенное 1 кг топлива при его полном сгорании за исключением тепла, затраченного на испарение воды, содержащейся в топливе и образующейся при его сгорании. В энергетических установках влага в продуктах сгорания остается в парообразном состоянии и теплота, затраченная на ее испарение, теряется. Чем больше влажность топлива, тем меньше Q_i^r .

Низшую теплоту сгорания топлива в рабочем состоянии принято использовать в качестве основного показателя энергетической ценности топлива.

При проектировании котельных установок и для проведения испытаний наиболее точно теплота сгорания должна быть определена только экспериментально сжигание некоторого его количества в строго определенных условиях и измерением выделившегося при этом тепла. В данной работе изложен метод экспериментального определения удельной теплоты сгорания твердых топлив согласно [9] по ГОСТ 147-2013.

Сущность метода определения высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания бурых и каменных углей, антрацита, а

также продуктов их обогащения и термической обработки, брикетов и торфа заключается в полном сжигании навески массы испытуемого топлива в калориметрической бомбе в изотермическом режиме в среде сжатого кислорода под давлением $29,4 \cdot 10^5$ Па (30 кгс/см^2) и измерении подъема температуры воды в калориметрическом сосуде, а также в определении поправок на теплоту, выделяемую при сжигании запальной проволоки и теплоту образования и растворения в воде серной и азотной кислот.

Лабораторная работа №5 состоит из двух частей:

1. Изучение оборудования и работы калориметрической системы.
2. Определение теплоты сгорания топлива.

5.1. Описание устройства и работы калориметрической установки

Определение удельной теплоты сгорания энергетического топлива проводят на калориметре сжигания АБК-1 с бомбой [10].

Калориметр АБК-1 предназначен для измерения теплоты сгорания энергетического топлива (твердого, жидкого и газообразного) в соответствии со следующими нормативными документами:

- твердого согласно [9] по ГОСТ 147-2013,
- жидкого согласно [11] по ГОСТ 21261-91,
- газообразного согласно [12] по ГОСТ 10062-75.

Принцип действия калориметра заключается в измерении изменения температуры калориметрической системы с заранее известной эффективной теплоемкостью при сжигании строго определенного количества исследуемого топлива.

Схематично калориметр изображен на рисунке 9.

В корпусе 4 калориметра закреплена адиабатическая оболочка 2, выполненная в виде стакана. Пространство между ними заполнено воздухом. В полости адиабатической оболочки жестко закреплен калориметрический сосуд, выполненный в виде стакана с двойными стенками 6 и 7.

Калориметрический сосуд выполнен герметичным и заполнен теплоносителем – дистиллированной водой 1. Сосуд стационарно закреплен внутри адиабатической оболочки, исключаящей теплообмен калориметрического сосуда с окружающей средой.

В герметично закрытом пространстве между стенками сосуда 6 и 7 для циркуляции теплоносителя (воды) размещен делитель потока 8, а также магнитная мешалка 9 и нагреватель для подогрева сосуда 5 из проволоки, намотанной по внутренней стенке калориметрического сосуда 6.

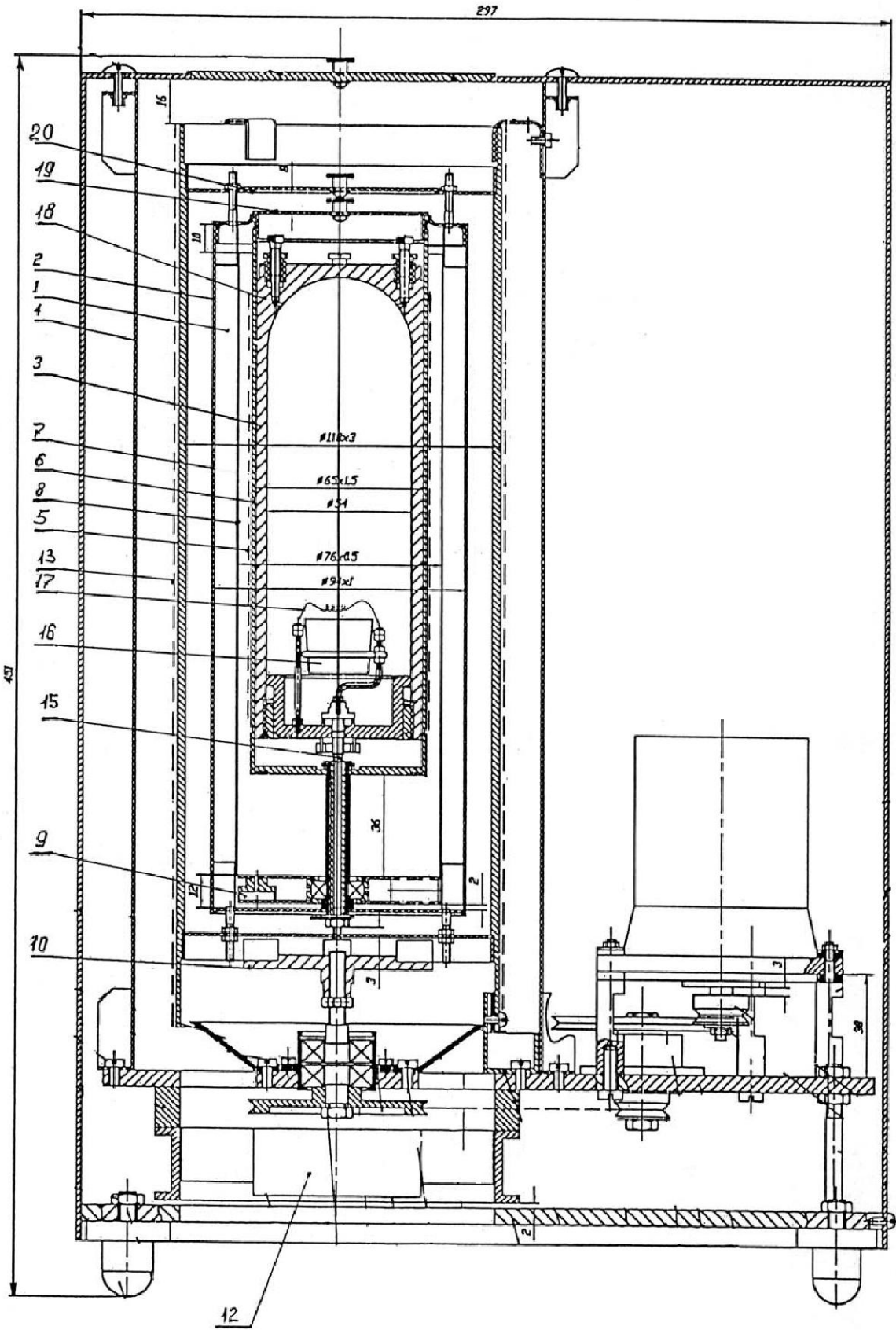


Рис. 9. Схема калориметра АБК-1

Внутренняя полость сосуда закрыта тонкостенной крышкой 19, имеющей тепловой контакт с внутренней стенкой калориметрического сосуда. Крышка теплоизолирована от внешней среды воздушным зазором, полированным отражающим экраном 20 и теплоизоляцией.

Конструкция калориметрического сосуда позволяет исключить из процесса измерения теплоты сгорания его заполнение водой и взвешивание.

В полость калориметрического сосуда вставляется гладкостенная калориметрическая бомба 18, имеющая тепловой контакт с внутренней стенкой сосуда. Калориметрическая бомба самоуплотняющаяся представляет собой перевернутый стальной толстостенный стакан, на котором расположены два клапана, любой из которых служит для заполнения бомбы кислородом и сбросом давления из бомбы после сжигания топлива. В верхней части бомбы по бокам расположены два отверстия, служащие для присоединения кислородо-проводной трубки (присоединение трубки допускается к любому из отверстий). Заполнение калориметрической бомбы кислородом осуществляется при помощи устройства заправки кислородом (УЗК).

Кислородный баллон высокого давления через редуктор подсоединяется медной соединительной трубкой к входному штуцеру УЗК. К выходному штуцеру устройства подсоединяется медной трубкой (с голубым покрытием) калориметрическая бомба. Манометр М1 показывает входное давление. С помощью манометра М2 задается требуемое давление в бомбе. Подача кислорода в бомбу осуществляется электромагнитным клапаном. Отключение клапана производится контактами манометра М2.

Внутри калориметрической бомбы установлена чашечка (тигель) 16, выполненная из нержавеющей огнеупорной стали, с исследуемым образцом. Поджиг вещества осуществляется проволочной спиралью 17, напряжение на которую подается через контакт 15 и корпус бомбы 18.

На внешней поверхности калориметрического сосуда 7 для измерения его температуры размещен медный термометр сопротивления, который несет информацию о температуре сосуда T_c .

Калориметрический сосуд и адиабатическая оболочка имеют датчики температуры, которые находятся на наружной поверхности сосуда и на внутренней поверхности оболочки, теплообмен между которыми необходимо устранить. Адиабатическая оболочка снабжена нагревателем 13. На корпусе калориметра также расположен термометр сопротивления, измеряющий температуру T_k .

При сгорании навески топлива происходит выделение тепла, в результате чего температура калориметрического сосуда T_c растет. Одновременно изменяется температура адиабатической оболочки, T_a таким образом, что разность температур сосуда и адиабатической оболочки ($T_c - T_a$) сохраняется минимальной, т. е. в идеальном случае между сосудом и оболочкой теплообмен отсутствует, а в начальном и конечном периодах ($T_c - T_a$).

Вентилятор 12 служит для продувания воздуха между корпусом и оболочкой и охлаждения оболочки до температуры, близкой к комнатной. Калориметр АБК-1 рассчитывает подъем температуры калориметрического сосуда с учетом поправки на теплообмен калориметрического сосуда с оболочкой.

Управление работой калориметра и расчет результатов измерения осуществляется системой управления, на базе персонального компьютера. Программа расчета результата измерения теплоты сгорания топлива проводит коррекцию результата по данным анализа на образование кислот, содержание серы, водорода, влаги и вычисляет низшую теплоту сгорания в соответствии с требованиями [9].

5.1.1. Работа калориметра (Окно на мониторе)

Калориметр работает в трех режимах, включаемых с экрана монитора: «Настройка», «Калибровка», «Измерение».

Режим «Настройка» служит для настройки калориметра в процессе его эксплуатации.

Раздел «Параметры бомбы» содержит значения величины энергетического эквивалента и среднюю величину количества тепла, при котором это значение было определено.

Раздел «Параметры расчета» содержит информацию об удельной теплоте сгорания вспомогательных материалов, используемых в опыте (запальной проволочки).

В режиме «Калибровка» выполняется калориметрический опыт по сжиганию навески стандартного вещества – бензойной кислоты с точно известной теплотой сгорания и определяется энергетический эквивалент. В «Рабочем режиме» энергетический эквивалент задан. Результаты калибровочных измерений хранятся в архиве «Архив измер.».

В режиме «Измерение» – в «Рабочем режиме» сжигается исследуемое вещество и определяется его теплота сгорания. Результаты измерения теплоты сгорания топлив, выполненных в режиме «измерение» хранятся в архиве «Архив измер.».

5.2. Определение теплоты сгорания

Подготовка к проведению калориметрического опыта складывается из подготовки навески топлива и бомбы.

5.2.1. Подготовка навески топлива

1) Аналитическую пробу топлива, подготовленную согласно [2] по ГОСТ 10742-71, перемешивают в банке и берут навеску топлива массой:

- для бурых и каменных углей – 0,8–1,0 г;
- для торфа и топлива с низкой теплотой сгорания – 1 г и более.

Навеску взвешивают с погрешностью не более 0,2 мг.

2) Сжигание испытуемого образца производят в виде порошка или брикета. Торф, бурые угли и каменные с зольностью до 35% сжигают в виде брикета. Топливо с зольностью более 35% или топливо, из которого не представляется возможным изготовить брикет (антрацит, горючие сланцы и др.), сжигают в виде порошка. При сжигании низкокалорийных топлив, не полностью сгорающих при давлении при давлении кислорода 25–30 кгс/см², применяют давление до 35 кгс/см².

5.2.2 Подготовка брикета

Для изготовления брикетов твердого топлива применяется специальный пресс, общий вид которого представлен на рисунке 10.

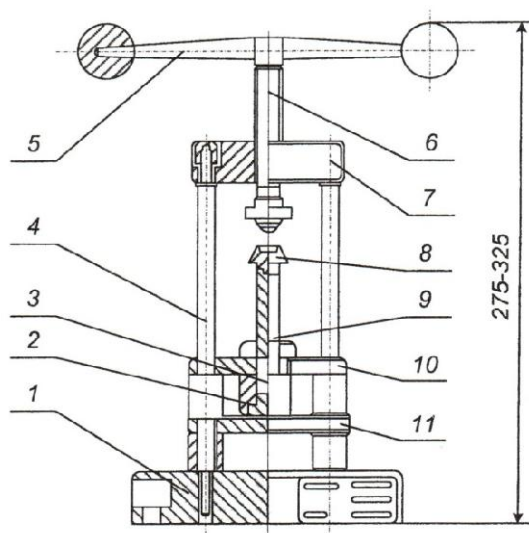


Рис. 10. Пресс для брикетирования:

1 – основания; 2 – матрица; 3 – игла; 4 – стойка; 5 – ручка; 6 – винт; 7 – направляющая; 8 – толкатель; 9 – пуассон; 10 – планка с пазом; 11 – планка откидная

На основании 1 закреплены две стойки 4. Сверху на стойках крепится направляющая 7, в которой вращается винт 6 ручкой 5.

1) В матрицу 2 вставить основание с иглой 3.

- 2) Заполнить матрицу 2 навеской топлива.
- 3) Установить матрицу 2 на откидную планку 11 в паз планки 10.
- 4) Установить толкатель 8 в пуассон 9, завести пуассон в матрицу.
- 5) Ручкой 5 довести винт 6 до соприкосновения с толкателем 8 и приложить усилия на ручку 5, выдержать 30 секунд.

6) Ослабить ручку 5, отодвинуть откидную планку 11, и выдавить пуассоном основание с иглой 3, на которой находится спрессованный плотный брикет.

7) Взявшись за брикет без ворсовой салфеткой, осторожно вращая, снять его с иглы.

8) Дно тигля выстелить прокаленным при 800°C волокнистым асбестом, необходимым для предотвращения взаимодействия материала тигля с топливом, асбест также способствует полноте выгорания навески, особенно в случае топлива с зольностью более 35%, сжигаемого в виде порошка.

9) Тигель с асбестом взвесить.

10) Во взвешенный тигель, на слой асбеста положить полученный брикет или насыпать топливо и вновь взвесить. Массу взятого для сжигания топлива вычислить по разности численных значений результатов взвешиваний.

11) Для запала навески нарезать с помощью шаблона 10–15 отрезков металлической проволоки равной длины (60–120 мм) и взвесить вместе.

12) Вычислить среднюю массу одного отрезка. Все взвешивания производятся с погрешностью не более $\pm 0,2$ мг.

Удельную теплоту сгорания проволоки для запала в зависимости от материала, из которого она изготовлена, принимают по таблице 11.

Таблица 11

Удельная теплота сгорания

Наименование материала	Удельная теплота сгорания проволоки, МДж/кг
Железо	6,69
Никелин	3,24
Медь	2,51

13) Тигель с брикетом поместить в кольцо держателя бомбы.

14) Запальную проволочку продеть через отверстие в брикете, затем один конец проволочки продеть через отверстие в электроде и зажать подвижной трубкой. Другой конец проволоки продеть через отверстие на

втором электроде и также прижать трубкой. Брикет должен провисать в тигле, проволока не должна касаться стенок чашечки и электродов.

15) При испытании навески топлива в виде порошка проволока должна быть несколько углублена в порошок, но так, чтобы не свернулась в петлю и не касалась стенок чашечки.

5.2.3. Подготовка калориметрической бомбы к испытанию

1) Налить с помощью пипетки 1 мл дистиллированной воды в крышку бомбы. Вода предназначена для насыщения внутреннего пространства бомбы водяными парами и для растворения в ней образующихся окислов азота и серы при сжигании навески топлива.

2) Установить крышку бомбы в подставку и сначала рукой завинтить стакан бомбы, а затем более плотно затянуть ключом.

3) Закрывать оба клапана у бомбы. Усилия не прилагать!

4) Заполнить бомбу кислородом. Для этого присоединить кислородоподводящую трубку УЗК к любому из боковых отверстий бомбы.

5) Открыть любой впускной клапан бомбы (второй клапан должен быть закрыт).

6) Открыть вентиль баллона и через устройство УЗК подать кислород в бомбу. Бомбу наполнять кислородом медленно в течение 1–2 минут до давления 2,94 МПа (30 атм).

7) После заполнения бомбы кислородом сработает электромагнитный клапан УЗК и прекратит подачу кислорода, при этом синий светодиод гаснет.

8) Перекрыть впускной клапан бомбы. Не прилагать больших усилий при закручивании винта клапана!

9) Бомбу с кислородом с помощью винта установить в калориметрический сосуд, закрыть гнезда сосуда и оболочки последовательно крышками (три крышки).

5.2.4. Проведение испытания (отображается на мониторе)

1) Включить калориметр не менее чем за 15 мин до проведения измерения для того, чтобы установился внутренний тепловой режим прибора.

2) Калориметрический опыт проходит по стадиям, которые отображаются в окне «Калориметрический Опыт. Рабочий Режим» (см. рис. 11) и условно называются:

- подготовка;
- пауза;
- начальный период;
- главный период;
- конечный период.

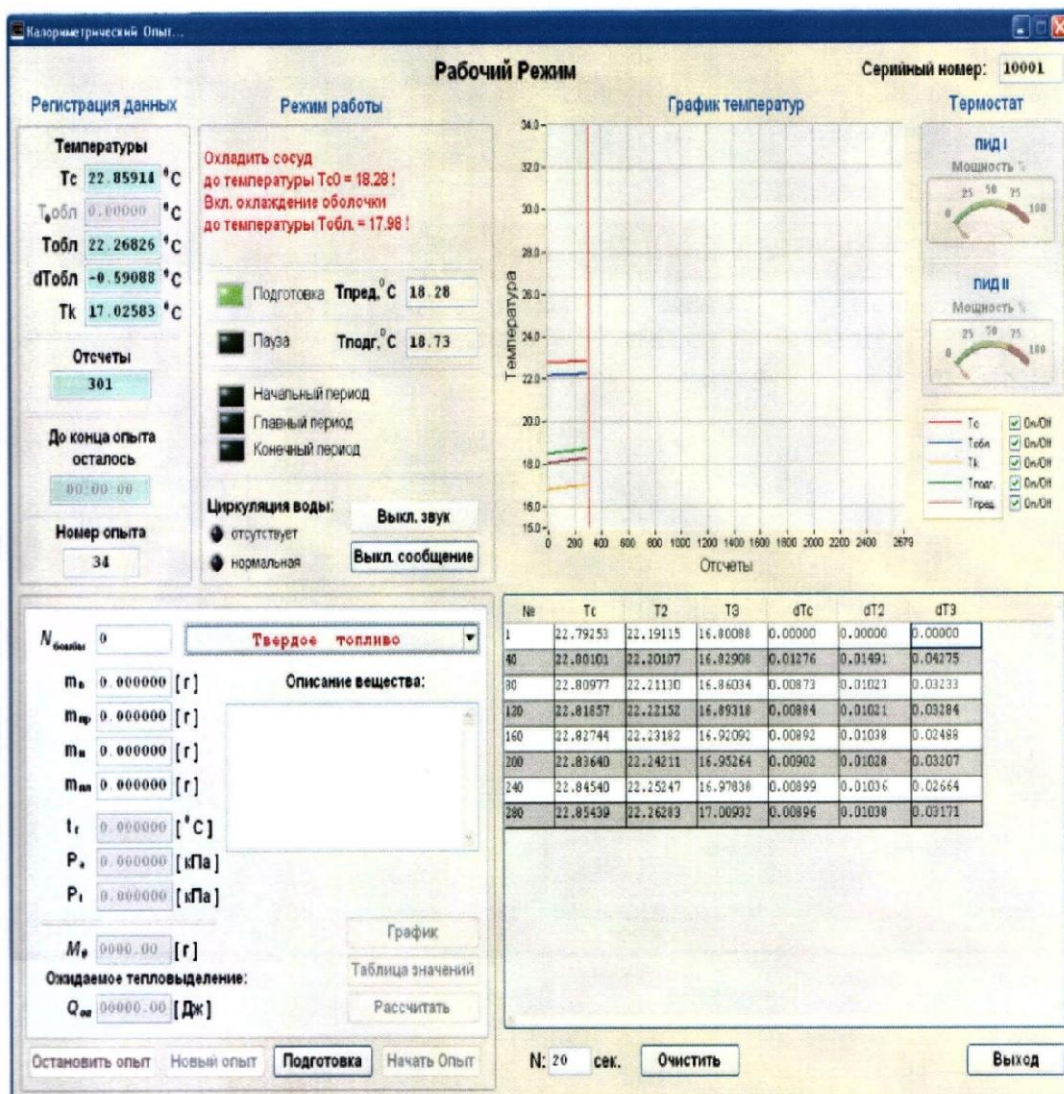


Рис. 11. Окно «Калориметрический опыт. Рабочий режим»

В нижней части экрана монитора расположены кнопки с названием их функций.

Кнопка «Остановить опыт» – останавливает опыт.

Кнопка «Новый опыт» стирает записи в разделах «Описание вещества», массы навесок, номер бомбы предыдущего опыта, устанавливает порядковый номер опыта, позволяет ввести с клавиатуры данные для нового опыта.

Кнопка «Подготовка» информирует о необходимости охладить сосуд до начальной температуры опыта с помощью холодной болванки. Болванку следует хранить в холодильнике.

Охлаждение адиабатической оболочки происходит автоматически включаемым вентилятором, а на экран монитора выводится сообщение «Сосуд охлажден».

- 3) Установите бомбу в сосуд и нажмите кнопку «Начать опыт».
- 4) Когда температура сосуда и адиабатической оболочки достигнут заданных пределов, открывается кнопка «Начать опыт».
- 5) Проверяется цепь поджига и выдается сообщение «Цепь поджига проверена. Подогрев сосуда включен». В окне выдается сообщение «До конца опыта осталось XXX отчетов», указывается время окончания опыта.

В правой части экрана расположен график, показывающий изменение температур сосуда и оболочки во времени (число отчетов). С началом нового опыта экран графика очищается от предыдущей информации.

Под графиком расположена таблица температур сосуда T_c , оболочки T_2 и корпуса T_3 , а также изменения температур сосуда dT_c , оболочки dT_2 и корпуса dT_3 за заданный период времени.

Монотонный характер изменения величины dT_c и минимальная величина dT_2 позволяют контролировать нормальную работу калориметра.

- 6) С клавиатуры ввести параметры опыта:
 - № – номер бомбы;
 - m_b – массу вещества;
 - $m_{пр}$ – массу сгоревшей проволоки.
- 7) Нажать кнопку «Подготовка», на экране монитора загорается индикатор «Подготовка».
- 8) Нажать кнопку «Начать опыт», на мониторе загорается надпись «Цепь поджига проверена. Подогрев сосуда включен» и загорается индикатор «Пауза».

Калориметрическое испытание делят на три периода и в ходе опыта световыми сигналами отмечается прохождение соответствующих периодов: «Начальный», «Главный» и «Конечный».

– **Начальный период** предшествует сжиганию навески, и служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях начальной температуры опыта;

– **Главный** – в течение этого периода происходит сгорание навески вещества, передача выделившейся теплоты калориметрической системе и выравнивание температуры всех ее частей;

– **Конечный** – служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях конечной температуры испытания.

Калориметр в течение начального периода отслеживает изменение температуры в сосуде и оболочке.

Начальный период заканчивается сигналом «Внимание! До поджига осталось 10 сек.».

Начало Главного периода отмечается сообщением «Внимание, поджиг», производится поджиг исследуемого вещества. После поджига в течение 30 сек. звучит тревожный сигнал. С момента начала тревожного сигнала до его окончания нельзя подходить к калориметру ближе, чем на 3 м. После зажигания образца на мониторе загорается «Условие поджига выполнено. Внимание! Идет опыт!».

Если поджиг прошел успешно, то на мониторе загорается надпись: «Главный период. Условие поджига выполнено! До конца периода осталось XXX отчетов».

При отсутствии поджига работа калориметра останавливается. На мониторе загорается «Поджиг не выполнен. Условие поджига не выполнено. Удалите бомбу».

Окончание опыта отмечается звуковым сигналом, на экране монитора загорается «Опыт завершен!».

9) После окончания измерения снять крышки с калориметра и вынуть бомбу из сосуда с помощью держателя.

10) Открыть оба клапана, выпустить продукты сгорания и разобрать бомбу.

11) Тщательно осмотреть внутреннюю поверхность бомбы, тигля. При наличии сажистого налета на внутренней поверхности бомбы данное определение удельной теплоты сгорания считают недействительным и его повторяют заново.

Если навеска торфа или угля при сгорании разбрасывается и частицы, попадая на дно бомбы, остаются не сгоревшими, то сжигание таких проб производят без введения воды.

12) При отсутствии сажистого налета внутри бомбы или несгоревшего топлива смывают содержимое крышки, корпуса и тигля в стакан дистиллированной водой.

Содержимое стакана (смыв бомбы) подвергают анализу для определения массы серы, перешедшей при сжигании топлива в бомбе в серную кислоту. Допускается определение содержания общей серы в промывных водах весовым методом согласно [13] по ГОСТ 8606-93.

В малосернистом торфе массовую долю общей серы принимают равной 0,3%.

13) Для продолжения работы на калориметре нажать кнопки «Новый опыт» и затем «Подготовка», загорается индикатор «Подготовка» на мониторе и «Охладить сосуд до температуры T_{co} . Включить охлаждение оболочки до температуры T_{obl} !» Охлаждение адиабатической оболочки происходит автоматически включаемым вентилятором.

Охлаждение сосуда производится с помощью холодной болванки, хранящейся в холодильнике, помещаемой в калориметрический сосуд на 3–7 минут вместо бомбы. После охлаждения сосуда и оболочки до температуры $T_{\text{пред}}$ звучит сигнал и загорается сообщение «Сосуд охлажден. Установите бомбу в сосуд и нажмите кнопку «Начать опыт». Испытания продолжают.

5.2.5. Расчет опыта

1) Для получения результатов нажать кнопку «Расчитать».

На экране откроется окно «Расчет опыта» и закладка «Основные результаты», соответствующая опыту по сжиганию твердого топлива (см. рис. 12).

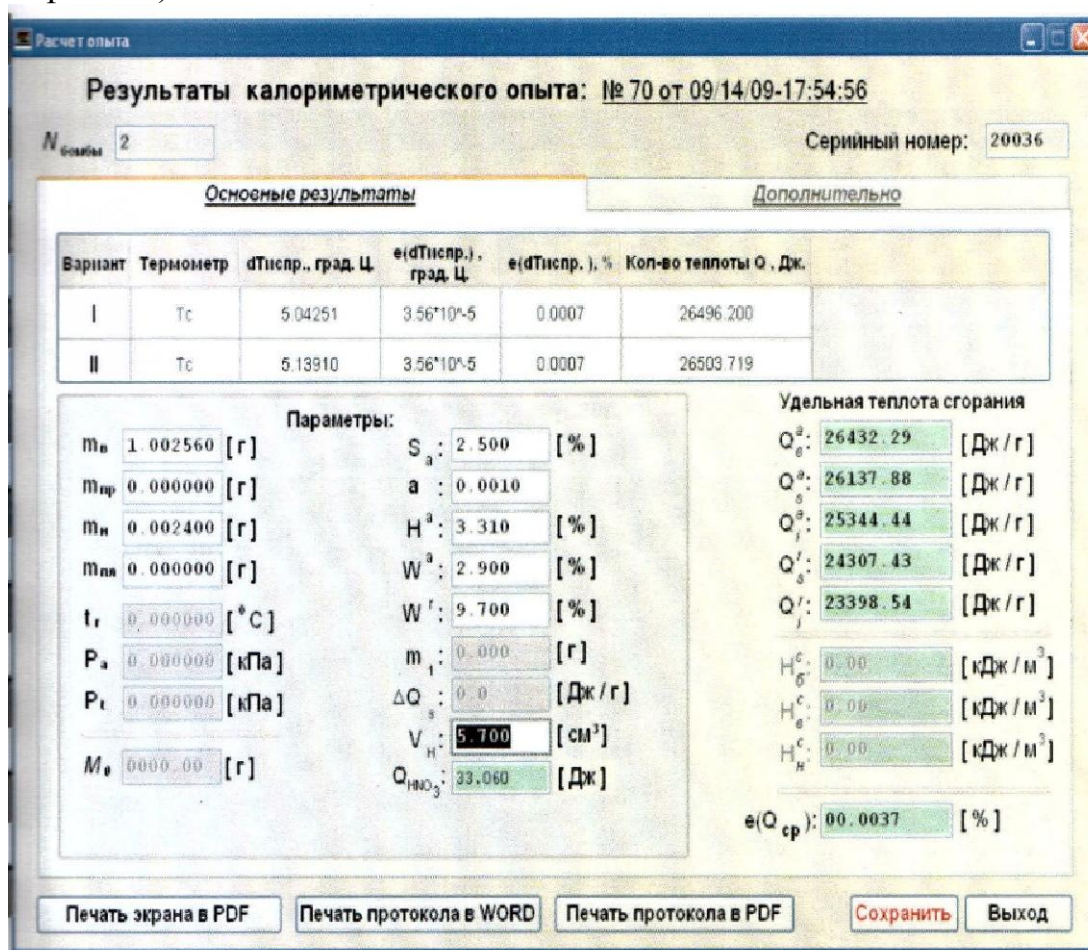


Рис. 12. Окно «Расчет опыта». Основные результаты

Значения параметров ввести с клавиатуры:

- W^a – влажность аналитической массы топлива, %;
- W_t^r – влажность рабочей массы топлива, %;
- S^a – содержание серы в аналитической массе топлива, %;
- H^a – содержание водорода в аналитической массе топлива, %;

– α – коэффициент, учитывающий теплоту образования и растворения в воде азотной кислоты, равный 0,001 – при испытании тощих углей и антрацитов; 0,0015 – для испытания других углей, горючих сланцев и торфа.

2) Нажать кнопку «Сохранить» и на мониторе появляются значения теплоты сгорания.

3) Расчет удельной теплоты сгорания энергетических топлив по бомбе и низшей теплоты сгорания происходит автоматически. Результаты измерений выводятся на монитор, а затем заносятся в память прибора. Результаты испытания можно распечатать на принтере.

Определив удельную теплоту сгорания аналитической пробы топлива Q_b^d экспериментально, можно вычислить ее для абсолютно сухого топлива по формуле:

$$Q_b^d = Q_b^a \frac{100}{100 - W^a}, \text{кДж/кг}, \quad (9)$$

а также рассчитать высшую и низшую теплоту сгорания на рабочую массу.

4) Высшую теплоту сгорания рабочего топлива Q_s^r определяют по формуле:

$$Q_s^r = Q_s^a \frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}, \text{кДж/кг}, \quad (10)$$

где W^a – содержание влаги в испытываемой аналитической пробе, %; W_t^r – содержание влаги в рабочем топливе по испытываемой пробе, %; Q_s^a – высшая теплота сгорания испытываемой пробы топлива, кДж/кг, определяют по формуле:

$$Q_s^a = Q_b^a - (\beta S_b^a + \alpha Q_b^a), \text{кДж/кг}, \quad (11)$$

где β – коэффициент, учитывающий теплоту образования серной кислоты из двуокиси серы и растворения этой кислоты в воде, численно равный 94 ± 103 кДж (22,5 ккал на 1% серы, перешедшей при сжигании топлива в калориметрической бомбе в серную кислоту); S_b^a – сера, перешедшая при сжигании топлива в бомбе в серную кислоту, в весовых процентах. Если неизвестно содержание общей серы в испытываемом топливе, то ее определяют в смыве бомбы согласно [13] по ГОСТ 8606-93; α – коэффициент, учитывающий теплоту образования и растворения в воде азотной кислоты.

5) Низшую теплоту сгорания пробы топлива Q_i^r вычисляют по формуле:

$$Q_i^r = Q_s^r - 24,42 \cdot (W_t^r + 8,94H^r), \text{кДж/кг}, \quad (12)$$

где 24,42 – теплота парообразования и охлаждения воды, выделившейся при сгорании топлива в калориметрической бомбе, соответствующей 1 % воды при температуре измерения 25°C, кДж/кг; W_t^r – содержание

влаги в рабочем топливе в испытываемой пробе, %; 8,94 – коэффициент пересчета массовой доли водорода на воду; H^r – содержание водорода в рабочем топливе, определенное по формуле:

$$H^r = H^a \cdot \frac{100 - W_t^r}{100 - W^a}, \%, \quad (13)$$

где H^a – массовая доля водорода в аналитической пробе топлива, %.

Для торфа массовую долю водорода на сухую беззольную массу H^{daf} принимают равным 6,0%.

б) Условную горючую массу Q_b^{daf} углей и торфа рассчитывают по формуле:

$$Q_b^{daf} = Q_b^a \cdot \frac{100}{100 - W^a - A^a}, \text{кДж/кг}. \quad (14)$$

Результаты анализа вычисляют до третьего десятичного знака, а окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

Определение теплоты сгорания проводят параллельно в двух навесках. Результаты двух определений, выполненных в разное время в одной и той же лаборатории одним лаборантом при использовании одной и той же аппаратуры, не должны отличаться более чем на значение, указанное в таблице 12.

Таблица 12

Допускаемые расхождения

Высшая теплота сгорания	Максимально допустимое расхождение, кДж/кг	
	Сходимости по Q_s^d	Воспроизводимости по Q_s^d
Твердое топливо	85	170
Топливо с (Q_s^d) менее 14300 кДж/кг и S^d более 4%	120	330

Среднее значение результатов двух определений, выполненных в двух лабораториях на представительных навесках, взятых от одной пробы, не должно отличаться более чем на значение, указанное в таблице 12.

Если расхождения между результатами двух определений превышает допускаемое, проводят третье определение из той же пробы и за результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

Вопросы для самоконтроля

1. Перечислите теплотехнические характеристики топлива, какая из них является основной?
2. Что понимают под удельной теплотой сгорания?
3. Какой показатель энергетической ценности топлива принято использовать при расчетах расхода топлива? Привести формулу этого показателя.
4. В чем заключается сущность метода определения теплоты сгорания топлива?
5. Дайте определение и напишите формулу расчета высшей теплоты сгорания на рабочую массу.
6. На какие периоды делится калориметрическое испытание? Что происходит в каждом из них?
7. Опишите порядок сборки калориметрической бомбы.
8. С какой целью на дно бомбы наливают дистиллированную воду?
9. В каких случаях топливо сжигают в виде брикета, порошка?
10. Что такое запальная проволока и с какой целью она используется при сжигании топлива?
11. Дайте определение и напишите формулу расчета низшей теплоты сгорания.
12. Какие расхождения допускаются при определении теплоты сгорания? Какая должна быть воспроизводимость результатов?
13. С какой целью на дно тигля укладывается слой асбеста? Какие условия необходимо соблюдать при проведении калориметрического эксперимента?

Порядок проведения испытаний и составление отчета

Все студенты обязаны ознакомиться с правилами безопасности при работе с электрооборудованием (внутренняя инструкция №14.13-110), правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (внутренняя инструкция №14.13-106), и строго их выполнять.

Прежде чем приступить к работе, студенты обязаны ознакомиться с ее содержанием, изучить теоретический материал, выяснить цели и задачи работы, подготовить таблицы для записей результатов измерений, ознакомиться с оборудованием.

Перед началом работы преподаватель проводит предварительную беседу со студентами, по результатам которой студенты допускаются к работе.

Студенты, не подготовившиеся к занятию, к работе не допускаются.

В ходе лабораторной работы необходимо соблюдение всех рекомендаций по ее выполнению. Результаты опытов предоставляются преподавателю для предварительного согласования.

После выполнения всех экспериментов и обработки их результатов, проводится оформление отчета согласно [14].

Отчет должен содержать:

– Титульный лист (Приложение А);

Примечания: 1. Наименование Института/Направления/Кафедры печатаются строчными буквами кроме первой прописной.
2. Наименование лабораторной работы печатается прописными буквами.
3. В расшифровке подписи инициалы располагаются перед фамилией.

– Введение;

– Цель и задачу работы;

– Краткое описание методик проведения экспериментов;

– Формулы и расчеты;

– Таблицы с основными данными и результаты анализов;

– Выводы на основании полученных результатов;

– Список использованных источников.

Список литературы

1. ГОСТ Р 54245-2010. Топливо твердое минеральное. Пересчет результатов анализа на различные состояния топлива. – М.: Изд. Стандартиформ, 2013. – 13 с.
2. ГОСТ 10742-71. Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. – 19 с.
3. ГОСТ Р 52911-2013. Топливо твердое минеральное. Определение общей влаги. – М.: Стандартиформ, 2014. – 10 с.
4. ГОСТ Р 55661-2013. Топливо твердое минеральное. Определение зольности. – М.: Изд. Стандартиформ, 2014. – 11 с.
5. ГОСТ 9147-80. Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия. – М.: Изд. Стандартиформ, 2011. – 22 с.
6. ГОСТ 19908-90. Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия. – М.: Изд. Стандартиформ, 2011. – 16 с.
7. Белосельский Б.С., Вдовченко В.С. Контроль твердого топлива на электростанциях. – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 121 с.
8. ГОСТ Р 55660-2013. Топливо твердое минеральное. Определение выхода летучих веществ. – М.: Стандартиформ, 2014. – 14 с.
9. ГОСТ 147-2013. Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания. – М.: Стандартиформ, 2014. – 43 с.
10. Техническое описание и руководство по эксплуатации. Калориметр бомбовый АБК-1. – М.: Изд. Стандартов, 2009. – 38 с.
11. ГОСТ 21261-91. Нефтепродукты. Метод определения высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания. – М.: Стандартиформ, 2011. – 15 с.
12. ГОСТ 10062-75. Газы природные горючие. Метод определения удельной теплоты сгорания. – М.: Стандартиформ, 2006. – 19 с.
13. ГОСТ 8606-93. Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка. – М.: Стандартиформ, 2006. – 11 с.
14. Система образовательных стандартов. Занятия лабораторные. Общие требования к организации и проведению. СТО ТПУ 2.3.05-2006 / Томский политехнический университет (ТПУ). – Томск: Изд-во ТПУ, 2006. – 15 с.

Приложение А.
Образец титульного листа отчета по лабораторной работе

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт _____
Направление подготовки _____
Кафедра _____

НАИМЕНОВАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

Отчет по лабораторной работе № ____
по дисциплине « _____ »
(Наименование учебной дисциплины)

Вариант № ____

Выполнил студент гр. _____ _____ _____ И.О. Фамилия
(Подпись) (Дата)

Проверил _____ _____ _____ И.О. Фамилия
(Должность) (Подпись) (Дата)

Томск – 201_

Учебное издание

ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ТВЕРДОГО ТОПЛИВА И ОЧАГОВЫХ ОСТАТКОВ

Методические указания для выполнения лабораторных работ по дисциплинам «Методы анализа топлива», «Физико-химические свойства натуральных топлив», «Котельные установки промышленных предприятий», для студентов III–IV курсов, обучающихся по направлениям 13.03.01 «Тепло-энергетика и теплотехника» и 13.03.03 «Энергетическое машиностроение»

Составители

НИКОЛАЕВА Валентина Ивановна
ДОЛГИХ Александр Юрьевич
БУВАКОВ Константин Владимирович


**Отпечатано в Издательстве ТПУ в полном соответствии
с качеством предоставленного оригинал-макета**

Подписано к печати 01.06.2016. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».
Печать XEROX. Усл. печ. л. 2,38. Уч.-изд. л. 2,52.
Заказ 1126-15. Тираж 100 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Издательства Томского политехнического университета
сертифицирована в соответствии с требованиями ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  **ТПУ**. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru