

METODY BADAŃ WĘGLA	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Węgiel kamienny	0501-04
	Oznaczanie wydajności produktów odgazowania metodą Gray-Kinga	
		Grupa katalogowa I 19

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest oznaczanie wydajności gazu, koksu, smoły, wody reakcyjnej i amoniaku, uzyskanych przez odgazowanie węgla kamiennego metodą Gray-Kinga w warunkach ustalonych normą

1.2 Zakres stosowania normy Znormalizowana metoda ma zastosowanie dla celów badawczych i porównawczych w przemyśle gazowniczym

1.3 Normy związane

PN-54/C-04759 Paliwa gazowe Analiza chemiczna aparatem typu Orsata

PN-55/G-04504 Węgiel kamienny Przygotowanie próbek analitycznych

BN-65/0543-02 Paliwa gazowe Pomiar objętości gazu za pomocą gazomierza laboratoryjnego

2 METODA OZNACZANIA

2.1 Zasada metody Metoda oznaczania wydajności gazu, koksu, smoły, wody reakcyjnej i amoniaku polega na ogrzewaniu 20 g węgla w zakresie temperatur od 300—900°C, z szybkością 5°C na nim i przeprowadzeniu produktów destylacji przez warstwę szamotu ogrzaną do temperatury 850°C

2.2 Aparatura, przyrządy i materiały

a) Aparatura wg rys 1—4, w skład aparatury wchodzi:

— piec (1) ogrzewany elektrycznie, złożony z dwóch segmentów — wg rys 2,

— retorta kwarcowa (2) długości około 400 mm i średnicy 20 mm, rurka boczna długości około 50 mm o średnicy 8 mm znajduje się w odległości 20 mm od wylotu retorty zamykanej korkiem gumowym,

— kondensator (3) o wymiarach i kształcie podanym na rys 3 do zbierania kondensatów par

wody i smoły, kondensator podczas wykonywania oznaczenia chłodzony jest wodą z lodem,

— U-rurka (4) z watą szklaną do usuwania z gazu par smoły nie skondensowanych w kondensatorze (3),

— płuczka gazowa (5) o wymiarach podanych na rys 4 napełniona kulkami szklanymi oraz 0,1 n roztworem kwasu siarkowego do wiązania amoniaku,

— dziesięciolitrowy zbiornik gazu (6), napełniony mieszaniną 1 l gliceryny z wodą, połączony węzłem gumowym ze szklanym urządzeniem przelewowym (8),

— manometr (7),

— urządzenie przelewowe (8) zawieszone za pomocą sznurka na rolce i zrownowane przez naczynko (9),

— naczynko szklane (9) napełnione ciężarkami ołowianymi,

— zbiornik (10) na ciecz wypływającą z dziesięciolitrowego zbiornika gazu (6) Zbiornik (10) ma średnicę równą średnicy zbiornika (6)

b) Rurka ceramiczna długości 25 mm, średnicy wewnętrznej 3—4 mm — 2 sztuki

c) Autotransformator

d) Termopary Ni — NiCr — 2 sztuki

e) Wskazniki temperatur dla termoelementów — 2 sztuki

f) Waga laboratoryjna

g) Sekundomierz

h) Parownica ogniotrwała

i) Eksykator

j) Piec mufkowy

k) Lejek o średnicy 100 mm z długą nożką

l) Termometr o skali od 0—50°C

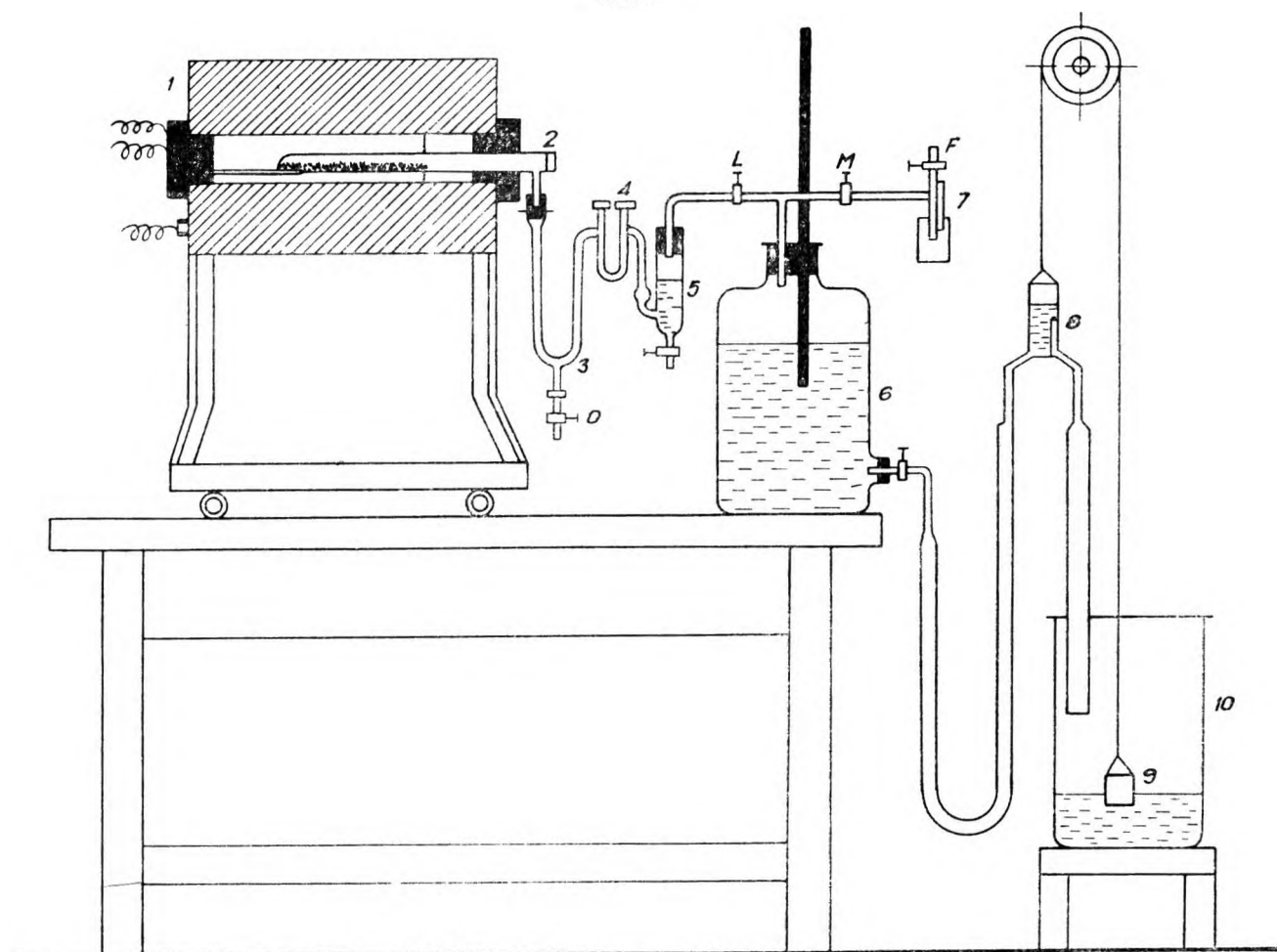
m) Szamot o wielkości ziarna 1,4 1,6 mm

n) Sznurek azbestowy

o) Wata szklana

Centralne Laboratorium Gazownictwa w Warszawie
Ustanowiona przez Ministerstwo Górnictwa i Energetyki dnia 23 kwietnia 1970 r
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1971 r
(Mon Pol nr 30 poz 252)

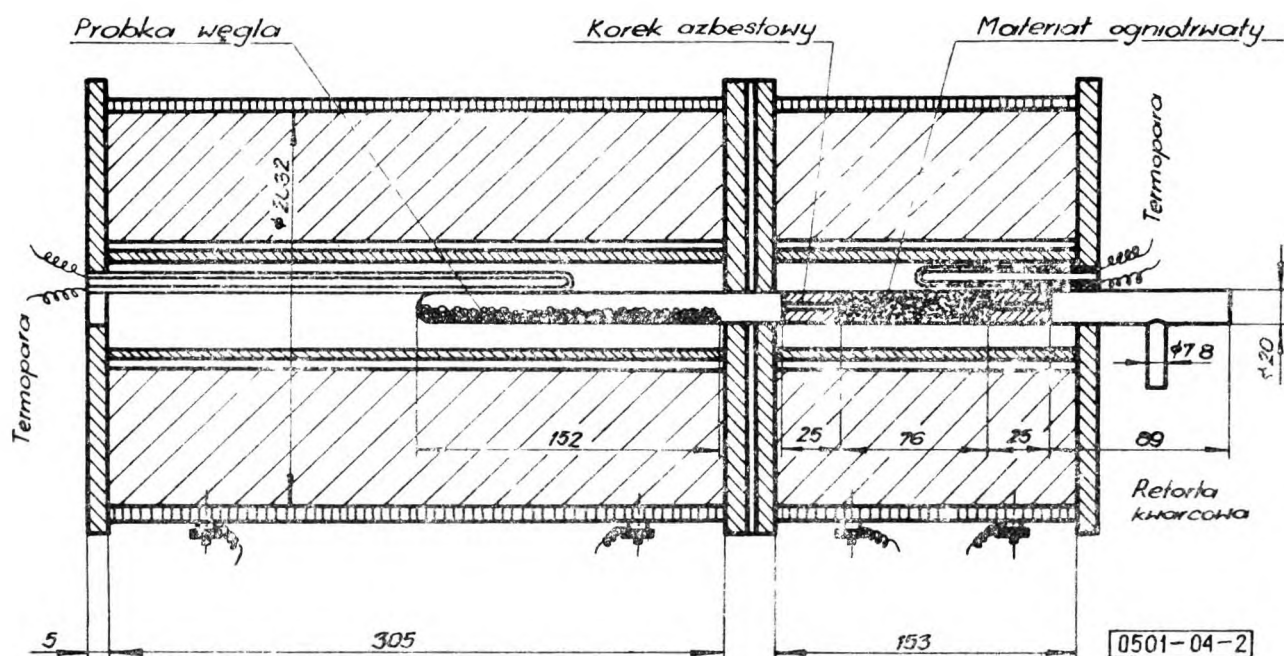
mm



Rys 1

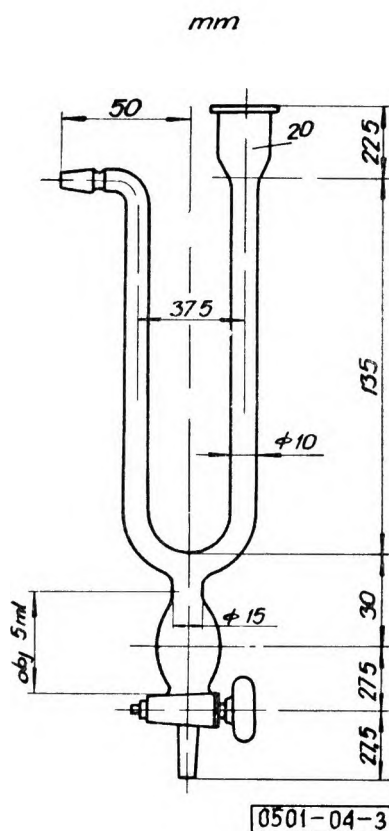
0501-04-1

mm

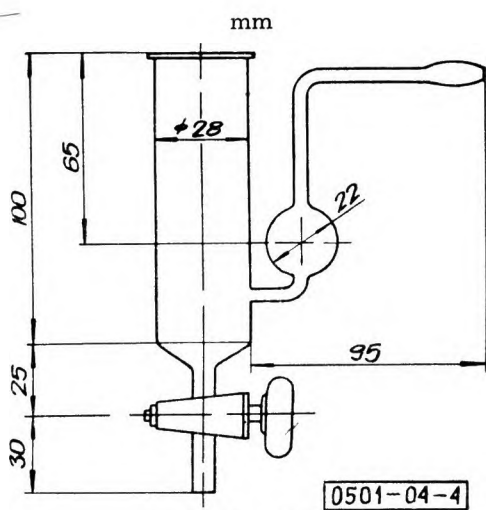


Rys 2

0501-04-2



Rys 3



Rys 4

2.3 Odczynniki

- Chloroform cz d a
- Gaz węglowy
- Gliceryna — 50% roztwor wodny cz
- Kwas siarkowy — 0,1n roztwor cz d a
- Oranz metylowy
- Wodorotlenek sodowy — 0,1n roztwor cz d a

2.4 Przygotowanie aparatury

a) Na całą długość rurki ceramicznej długości 25 mm i średnicy wewnętrznej 3 — 4 mm nawinąć taką warstwę sznurka azbestowego, by otrzymać korek o średnicy prawie równej średnicy wewnętrznej retorty kwarcowej. Przygotować dwa

korki, wstawić je do pieca mufowego i przenieść przez 3 h w temperaturze 850°C, a następnie przenieść do eksykatora

b) W parownicy ogniotrwałej odważyć około 30 g szamotu o ziarnie 1,4 1,6 mm, wstawić do pieca mufowego i przenieść ją przez 3 h w temperaturze 850°C, a następnie przenieść do eksykatora

c) Odważyć około 20 g węgla powietrzno-suchego o ziarnie poniżej 0,2 mm przygotowanego wg p 2 3 1 2 PN-55/G-04504

d) Na rurkę boczną retorty (2) nałożyć korek gumowy o takiej średnicy, by szczelnie pasował do otworu wlotowego kondensatora (3) i zważyć ją z dokładnością do 0,1 g

e) Do zwazonej retorty wsypać przez lejek odważony węgiel. Retortę z węglem zważyć z dokładnością do 0,02 g. Różnica masy retorty pustej i retorty z węglem wskaże masę węgla. Węgiel w retorce rozłożyć w sposób podany na rys 2 (węgiel zajmie około 152 mm długości retorty), następnie wprowadzić korek azbestowy umieszczając go w odległości około 20 mm od warstwy węgla, wsypać wyprzoną szamotę w takiej ilości, by zajęła w retorce przestrzeń na odcinku około 76 mm długości retorty, po czym umieścić drugi korek azbestowy. Tak przygotowaną retortę zważyć z dokładnością do 0,02 g, a następnie wylot retorty zamknąć korkiem

f) Przygotowanie pieca segment A pieca (1) ogrzać do temperatury 300°C, segment A₁ ogrzać do temperatury 850°C

g) Kondensator zważyć z dokładnością do 0,02 g

h) U-rurkę napełnioną watą szklaną zważyć z dokładnością do 0,02 g

i) Do płuczki odmierzyć 20 cm³ 0,1 n roztworu kwasu siarkowego, dodać 1 — 2 kropli wskaźnika oranżu metylowego

j) Zbiornik gazu (6) napełnić 50% roztworem wodnym gliceryny. Wewnątrz zbiornika umieścić termometr

k) Aparaturę zestawiać wg rys 1 łącząc jej elementy na styk przy pomocy węży gumowych. Nie wprowadzać do pieca przygotowanej retorty. Kurki L i M oraz kurek manometru (7) F ustawić przelotowo. Aparaturę przepłukać gazem węglowym. Płukanie prowadzić od kondensatora (3) do manometru (7)

2.5 Wykonanie oznaczania

a) Do pieca ogrzanego wg 2.4 f) wprowadzić szybko retortę przygotowaną wg 2.4 e) Retortę w piecu tak umieścić, aby przestrzeń między węglem i korkiem azbestowym w retorce znajdowała się w miejscu połączenia dwóch segmentów pieca. Boczną rurkę retorty połączyć z kondensatorem (3), szczelnie docisnąć korek, otworzyć kurek O. Wymienione czynności wykonywać

szybko Poziom cieczy w naczynku przelewowym (8) utrzymywać o 10 mm wyżej niż poziom cieczy w zbiorniku (6) Segment pieca A podgrzać do temperatury 900°C z szybkością 5°C na minutę Ogrzewanie retorty w temperaturze 900°C utrzymywać jeszcze przez 1 h Cisnienie wykazywane w manometrze (7) sprowadzić do zera, zamknąć kurek L, odłączyć retortę od kondensatora i wyjąć ją z pieca Wyłączyć grzanie pieca

b) Na podziałce zbiornika odczytać objętość gazu, jego temperaturę, a także ciśnienie barometryczne Objętość gazu przeliczyć na warunki normalne wg BN-65/0543-02

c) Kondensator (3) osuszyć zewnątrz i zważyć z dokładnością do 0,02 g Wszystkie ważenia wykonywać z tą dokładnością Następnie wprowadzić do kondensatora 5 cm³ chloroformu w celu rozpuszczenia smoły Oddzieloną od wody warstwę chloroformu z rozpuszczoną smolą usunąć z kondensatora otwierając dolny kurek Dodawanie po 5 cm³ chloroformu i oddzielanie go wraz ze smolą od wody przeprowadzić tyle razy, aż woda pozostała w kondensatorze będzie bezbarwna Watą osuszyć wewnątrz końcówkę kurka Kondensator z wodą ponownie zważyć

d) Zważyć U-rurkę (4)

e) Zważyć retortę wraz z wodą ochłodzone do temperatury otoczenia Następnie z wylotu retorty usunąć ślady smoły używając do tego celu tampon z waty zwilżonej chloroformem Retortę ponownie zważyć

f) Nadmiar 0,1n roztworu kwasu siarkowego w płuczce (5) odmiareczkować 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego w obecności oranżu metylowego

g) Ze zbiornika (6) pobrać usrednioną przez kilkakrotne wstrząsanie próbkę gazu i oznaczyć jego skład wg PN-54/C-04759

2 6 Obliczanie wyników

2 6 1 Obliczanie wydajności koksu Od masy retorty z węglem wg 2 4 e) odjąć masę retorty pustej Następnie od masy retorty z szamotą i korkami wg 2 4 e) odjąć masę retorty wg 2 5 e) po usunięciu z niej smoły

Uzyskane różnice zsumować i podzielić przez masę użytego węgla Wydajność koksu obliczyć w procentach wagowych

2 6 2 Obliczanie wydajności gazu Na podstawie analizy gazu obliczyć jego masę, pomnożyć ją przez objętość gazu wg 2 5 b) i podzielić przez masę użytego węgla, obliczyć wydajność gazu w procentach wagowych

2 6 3 Obliczanie wydajności smoły

a) Od masy kondensatora zawierającego wodę i smolę wg 2 5 c), odjąć po usunięciu smoły masę kondensatora z wodą

b) Od masy U-rurki (4) wg 2 5 d) odjąć masę U-rurki wg 2 4 h)

c) Od masy retorty wg 2 5 e) odjąć masę retorty po usunięciu smoły

d) Wydajność smoły w procentach wagowych oblicza się z sumy różnic uzyskanych z a), b), c) oraz masy węgla użytego do oznaczania

2 6 4 Obliczanie wydajności wody reakcyjnej

Od masy kondensatora (3) z wodą wg 2 5 c) po usunięciu smoły odjąć masę kondensatora wg 2 4 g) Różnicę mas podzielić przez masę użytego węgla Obliczyć wydajność wody w procentach wagowych

2 6 5 Obliczanie wydajności amoniaku Wydajność amoniaku (X) obliczyć w procentach wagowo wg wzoru

$$X = \frac{0,001703(V_1 - V_2)}{m} \cdot 100$$

w którym

V_1 — ilość 0,1n roztworu kwasu siarkowego, wprowadzona do płuczki, cm³,

V_2 — ilość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego użyta do odmiareczkowania nadmiaru kwasu siarkowego, cm³,

m — masa węgla użytego do odgazowania, g,

0,001703 — ilość amoniaku odpowiadająca 1 cm³ 0,1n roztworu kwasu siarkowego, g

2 7 Różnice między wynikami Różnice między wynikami oznaczan nie powinny przekraczać

dla koksu	1%
dla gazu	3%
dla smoły	5%
dla wody	3%
dla amoniaku	10%

2 9 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczan dających wyniki zgodne z 2 7

Przykładowe obliczenia wydajności koksu, gazu, smoły, wody reakcyjnej i amoniaku podano w załączniku

KONIEC

Przykłady obliczeń

Retorta + węgiel	115,99 g (a)
Retorta	— 96,04 g (b)
Węgiel ($c = a - b$)	19,95 g (c)
Retorta napełniona przed procesem	142,78 g (d)
Retorta po procesie i usunięciu smół	— 136,73 g (e)
Lotne produkty rozkładu ($f = d - e$)	6,05 g (f)

1 Obliczanie wydajności koksu

Węgiel	19,95 g (c)
Lotne produkty rozkładu	— 6,05 g (f)
Koks ($g = c - f$)	13,90 g (g)

Wydajność koksu wynosi

$$\frac{13,90}{19,95} 100 = 69,66\%$$

2 Obliczanie wydajności wody

Kondensator po procesie z wodą i smołą	73,23 g (j)
Kondensator przed procesem	— 70,65 g (k)
Smoła i woda	2,58 g (l)
Kondensator z wodą (po usunięciu smół)	72,92 g (m)
Kondensator przed procesem	— 70,65 g (k)
Woda ($n = m - k$)	2,27 g (n)

Wydajność wody wynosi

$$\frac{2,27}{19,95} 100 = 11,37\%$$

3 Obliczanie wydajności smół

Smoła i woda	2,58 g (l)
Woda	— 2,27 g (n)
Zawartość smół w kondensatorze ($s = l - n$)	0,31 g (s)
Retorta po procesie	136,81 g (h)
Retorta po procesie i usunięciu smół	— 136,73 g (e)
Smoła w retorcie ($i = h - e$)	0,08 g (i)
U-rurka po procesie	74,78 g (o)
U-rurka przed procesem	— 74,53 g (p)
Zawartość smół w U-rurce ($r = o - p$)	0,25 g (r)

Smoła w retorcie, w kondensatorze i w U-rurce wynosi łącznie

$$0,08 \text{ g} + 0,31 \text{ g} + 0,25 \text{ g} = 0,64 \text{ g}$$

Wydajność smół wynosi

$$\frac{0,64}{19,95} 100 = 2,20\%$$

4 Obliczanie wydajności gazu Otrzymano, w przeliczeniu na warunki normalne, 5,5182 l gazu o następującym składzie (wg PN-54/C-04769)

CO ₂	— 3,7% obj
C _n H _m	— 3,9% obj
C ₂	— 0,4% obj
CO	— 10,0% obj
CH ₄	— 29,3% obj
H ₂	— 48,8% obj
N ₂	— 3,9% obj

Obliczona masa 1 l tego gazu wynosi 0,5648 g
Masa otrzymanego gazu

$$0,5648 \text{ g} \times 5,5182 = 3,117 \text{ g}$$

Wydajność gazu wynosi

$$\frac{3,117}{19,95} 100 = 15,62\%$$

5 Obliczanie wydajności amoniaku Do płuczki wprowadzono 10 cm³ 0,1n roztworu H₂SO₄. Po procesie na odmiareczkowanie nadmiaru kwasu zużyto 6,7 cm³ 0,1n roztworu NaOH. Stosując wzor podany w 2.6.5 obliczono wydajność amoniaku

Wydajność amoniaku

$$X = \frac{0,001703 (10 - 6,7)}{19,95} 100 = 0,028\%$$

6 Zestawienie wyników

Koks	— 69,66 %
Woda	— 11,37 %
Smoła	— 3,20 %
Gaz	— 15,62 %
Amoniak	— 0,028 %
	<u>99,278 %</u>