

KRUSZYWA I WYPEŁNIACZE	NORMA BRANŻOWA	BN-83
	Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym Badania chemiczne Oznaczanie zawartości węgla	6722-10.04
		Grupa katalogowa 0717

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości węgla niezwiązanego w węglany, zwanego dalej węglem, znajdującego się w popiole lotnym i żużlu z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na ilościowym spalaniu odważki próbki analitycznej popiołu lotnego lub żużla w strumieniu tlenu, absorpcji dwutlenku węgla powstającego w procesie spalania, oznaczaniu zaabsorbowanego dwutlenku węgla i obliczeniu zawartości węgla niezwiązanego w węglany $/C^a/$ z różnicy zawartości węgla całkowitego i węgla w węglanach. Zawartość dwutlenku węgla należy oznaczyć równocześnie wg ark. 06 niniejszej normy.

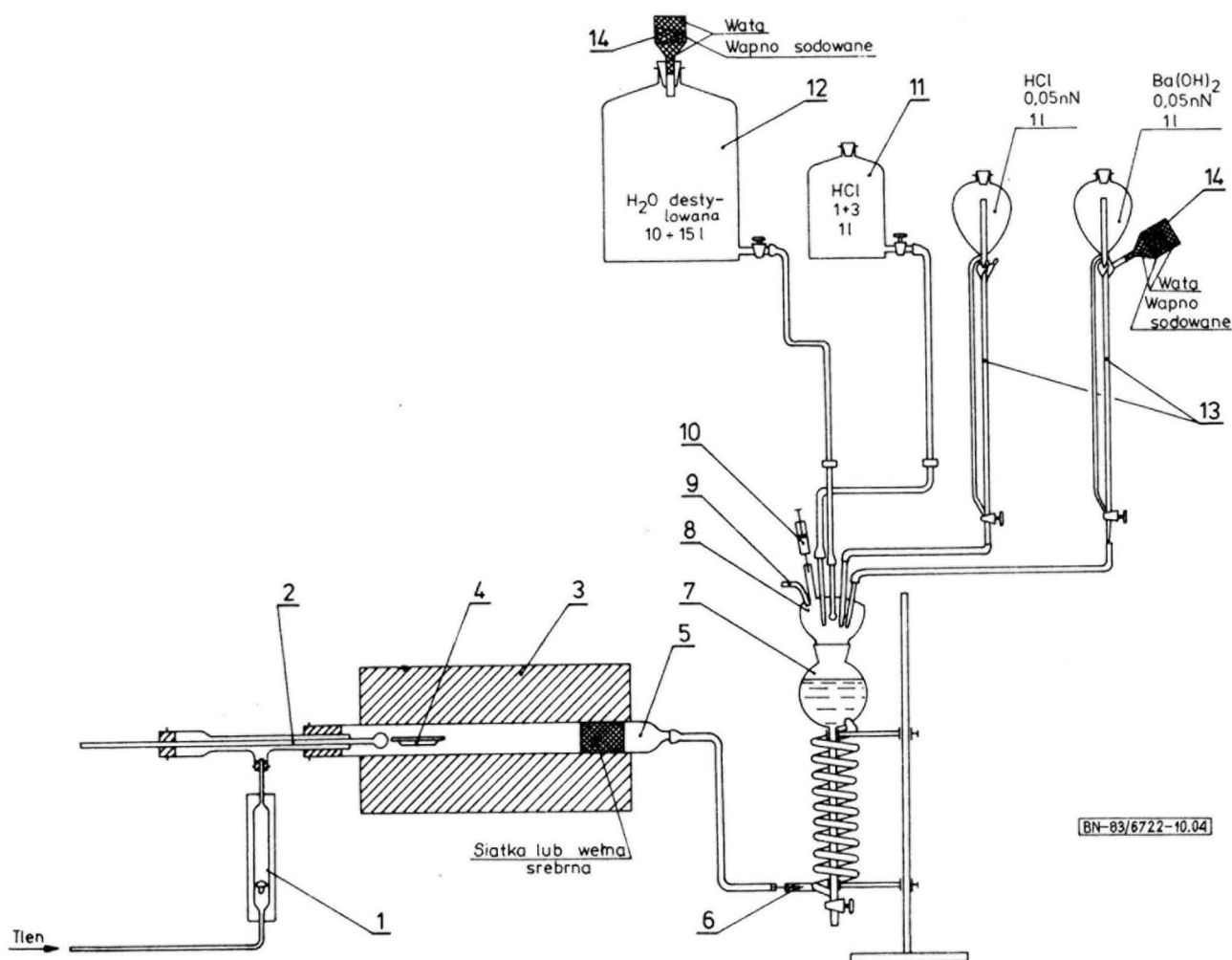
2.2. Aparatura i przyrządy. Zestaw wg rysunku.

2.3. Odczynniki

- Czerwień metylowa - wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.
- Fenoloftaleina - wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.
- Kwas solny (1, 19) cz. d. a., roztwór 0,05N i 1+3.
- Nadtlenek wodoru cz. d. a., roztwór 1-procentowy obojętny wobec czerwieni metylowej.
- Srebro cz. - siatka z drutu o średnicy około 0,2 mm, 400 oczek na 1 cm^2 lub wełna z czystego srebra.
- Tlenek glinu cz. d. a., wielkości ziarna poniżej 0,1 mm wyprażony w temperaturze 1350°C .
- Wapno sodowane lub azbest sodowany.
- Wodorotlenek barowy cz. d. a., roztwór 0,05N.
- Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 0,05N.

2.4. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę analityczną popiołu lotnego lub żużla należy przygotować wg BN-82/6722-10.00 p. 2, 1.

Zgłoszona przez Instytut Energetyki
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 21 października 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1983 poz. 32)



BN-83/6722-10.04

1 - rotometr do mierzenia natężenia przepływu tlenu z szybkością $300 \text{ cm}^3/\text{min}$, 2 - pręt kantrowy długości około 450 mm, wycechowany od strony spłaszczonego końca, wykonany z materiału odpornego na temperaturę 1350°C i osadzony w korku zamykającym rurę od strony wlotu tlenu, 3 - piec elektryczny rurowy jedno- lub dwuczęściowy o takiej konstrukcji, aby umieszczona w nim rura do spalania mogła osiągnąć na długości około 125 mm temperaturę od 1250°C do 1350°C , dopuszcza się także piec nawojowy (z nawojem molibdenowym, wolframowym, platynowym lub platynowo-rodowym) lub silnikowy, 4 - łódeczka do spalań, porcelanowa nieszkliwiona lub kwarcowa długości około 60 mm, szerokości 12,5 mm i głębokości około 10 mm, odporna na temperaturę 1350°C , 5 - rura do spalań o średnicy wewnętrznej około 20 mm, długości około 700 mm, z przezroczystego kwarcu lub z ogniotrwałej porcelany, nieprzepuszczalnej dla gazów w temperaturze 1350°C ; zaleca się stosowanie rury zbieżnej u wylotu, umożliwiającej bezpośrednie połączenie z zestawem absorpcyjnym, 6 - igła do strzykawki lekarskiej o wymiarach $1 \times 50 \text{ mm}$ łącząca rurę do spalań ze spiralą absorpcyjną, 7 - spiralą absorpcyjną mającą 9 zwojów o średnicy 11,5 mm, 8 - głowica spirali, 9 - rurka wylotowa głowicy, umożliwiająca ujście tlenu przepływającego przez spiralę, 10 - strzykawka lekarska pojemności 5 cm^3 z igłą o wymiarach $0,63 \times 50 \text{ mm}$ do roztworu fenoloftaleiny, 11 - butla laboratoryjna z tubusem na roztwór kwasu solnego 1+3, 12 - butla laboratoryjna z tubusem na wodę destylowaną o pojemności $10 \pm 15 \text{ dm}^3$, 13 - biurety automatyczne pojemności 500 cm^3 ze zbiornikiem o pojemności 1 dm^3 , 14 - pochłaniacze szklane w kształcie lejka cylindrycznego (napelnione watą i wapnem sodowanym), 15 - absorber (płuczka Drechsla) nr 3151 wg katalogu szkła,

2.5. Przygotowanie aparatury do oznaczania

2.5.1. Przygotowanie rury do spalań. Rurę do spalań

(5) umieścić w piecu w ten sposób, aby część wylotowa wystawała z pieca do około 75 mm. Do wlotu rury włożyć korek z prętem kantrowym (2), a ramię T-rurki połączyć z przewodem doprowadzającym tlen.

2.5.2. Przygotowanie zwoju siatki (wełny srebrnej)

i umieszczenie go w rurze do spalań. Przygotować zwoj siatki (wełny) długości 75 mm i o takiej średnicy, aby do-

brze przylegał do ścianek rury. Zwoj ten umieścić w rurze do spalań w odległości 75 mm od jej wylotu. W celu sprawdzenia prawidłowego umieszczenia zwoju spalić w temperaturze 1350°C , postępując zgodnie z p. 2.6, około 0,5 g popiołu zawierającego $1 \pm 2\%$ siarki, w łódeczce do spalań.

Oznaczyć ilość powstałych tlenków siarki w oddzielnym absorberze wg 2.2b) podłączonym do zestawu w miejsce spirali absorpcyjnej, zawierającym 90 cm^3 1-procentowego roztworu nadtlenu wodoru wg 2.2d) i odmierzać

utworzony kwas siarkowy 0,05N roztworem wodorotlenku sodowego wg 2. 3i) wobec czerwieni metylowej wg 2. 3a). Przy prawidłowym umieszczeniu zwoju siatki lub wełny srebrnej do zobojętnienia 90 cm^3 roztworu nadtlenu wodoru użytego do absorpcji potrzeba nie więcej niż $0,2 \text{ cm}^3$ 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego. W przypadku zużycia do zobojętnienia większej ilości roztworu wodorotlenku sodowego, należy przesuwając w rurze zwoj siatki lub wełny srebrnej po 5 mm tak, aby uzyskać odpowiedni wynik miareczkowania. Właściwe położenie zaznaczyć na rurze. Zwoj siatki lub wełny srebrnej może zaabsorbować najwyżej 0,035 g siatki całkowitej, zawartej w badanej odważce popiołu lub żużla. W przypadku przekroczenia tej wartości należy zwoj wymienić lub oczyścić przez wygotowanie w wodzie destylowanej przez 5 min, a następnie w stężonym roztworze amoniaku przez 2 min i ponownie w wodzie przez 5 min. Po oczyszczeniu zwoj należy wysuszyć. Oczyszczanie zwoju siatki lub wełny srebrnej można przeprowadzać tylko wtedy, gdy nie wykazują one oznak nadtopnienia.

2.5.3. Sprawdzanie szczelności zestawu aparatury. Zestaw aparatury przygotować wg rysunku. Sprawdzić szczelność zestawu aparatury w następujący sposób: przez zestaw przepuszczać tlen z natężeniem przyprływu objętości $300 \text{ cm}^3/\text{min}$. Zamknąć rurkę wylotową głowicy (9) węzłem gumowym ze ściskaczem śrubowym oraz zamknąć wlot rury do spalań korkiem gumowym i zamknąć dopływ tlenu. Utrzymanie się grzybka rotametu (1) na ustawionym uprzednio poziomie w ciągu 1-2 min dowodzi szczelności zestawu aparatury. W przypadku nieutrzymania się grzybka rotametu na ustawionym poziomie uszczelnić wylot rury do spalań i połączenie ze spiralą absorpcyjną i ponownie sprawdzić szczelność zestawu aparatury jw.

2.6. Wykonanie oznaczania. Z próbki analitycznej popiołu lub żużla, przygotowanej wg 2. 4, odważyć w łódeczce do spalań z dokładnością do 0,0002 g:

- 0,1 g przy spodziewanej zawartości węgla całkowitego nie większej niż 5,5%,

- 0,05 g przy spodziewanej zawartości węgla całkowitego większej niż 5,5%.

Jeżeli zawartość siarki w próbce przewyższa 2%, należy zmniejszyć masę odważki do 0,025 g. Dno łódeczki przed naważeniem próbek pokryć tlenkiem glinowym wg 2. 3f) w ilości 0,5 g. Po naważeniu próbki nałożyć następną warstwę tlenku glinowego o masie 0,5 g i umieścić łódeczkę w eksykatorze. Po sprawdzeniu, że zwoj siatki lub wełny srebrnej wg 2. 3e) znajduje się we właściwym położeniu, włączyć ogrzewanie pieca. Około 30 s przed osiągnięciem temperatury 1350°C otworzyć dopływ tlenu, tak aby natężenie

nie przepływu wynosiło $500 \div 600 \text{ cm}^3/\text{min}$. Zestaw absorpcyjny połączyć z rurką do spalań, zgodnie z rysunkiem. Spiralę absorpcyjną (7) napełnić wodą destylowaną i dodać około 1 cm^3 kwasu solnego 1+3 wg 2. 3c) z butli (11), a następnie przez kilka minut mieszać strumieniem tlenu całą zawartość spirali absorpcyjnej w celu dokładnego wymycia spirali. Po wymyciu spiralę opróżnić i dwukrotnie przepłukać wodą destylowaną z zachowaniem intensywnego przepływu tlenu. Oczyszczoną spiralę absorpcyjną napełnić wodą destylowaną do $\frac{3}{4}$ objętości (na rysunku zaznaczona kreską) dodać ze strzykawki (10) 4 ÷ 6 kropli roztworu fenoloftaleiny wg 2. 3b) i miareczkować 0,05N roztworem wodorotlenku barowego do bladoróżowego zabarwienia. W zależności od całkowitej zawartości węgla w próbce, do roztworu dodać ściśle określoną ilość wg tabl. 1, 0,05N roztworu wodorotlenku barowego wg 2. 3h).

Tablica 1

Całkowita zawartość węgla, %	Odważka próbki, g	Ilość roztworu 0,05N wodorotlenku barowego, cm ³
do 2,70	0,1	12
powyżej 2,70 do 6,60		24
powyżej 6,60 do 9,50	0,05	21
powyżej 9,50 do 11,00 ¹⁾		25
1) W przypadku większej zawartości węgla niż 11% ilość roztworu 0,05N wodorotlenku barowego należy obliczyć.		

Równocześnie należy zmniejszyć przepływ tlenu do $300 \div 400 \text{ cm}^3/\text{min}$. Łódeczkę do spalań (4) z odważką próbki umieścić w rurze do spalań w ten sposób, aby środek łódeczki znajdował się w odległości 225 mm od strefy najsilniejszego żarzenia. Kontynuując przepuszczanie tlenu przesuwając łódeczkę bardzo powoli w kierunku najgorętszej części pieca. Po 6 min środek łódeczki powinien znajdować się w środku strefy najsilniejszego żarzenia. Spalanie w strefie żarzenia przeprowadzić w ciągu 10 min. Po tym czasie należy zwiększyć natężenie przepływu tlenu do $600 \text{ cm}^3/\text{min}$ i przystąpić do odmiareczkowania nie przereagowanego nadmiaru 0,5N roztworu wodorotlenku barowego za pomocą 0,05N roztworu kwasu solnego wg 2. 3c). Po zakończeniu miareczkowania opróżnić całą zawartość spirali absorpcyjnej i jednocześnie zamknąć dopływ tlenu oraz wyłączyć piec elektryczny.

2.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość węgla (C^a) obliczyć w % wag. wg wzoru

$$C^a = \frac{(V - V_1) \cdot 0,000299}{m} 100 - 0,2729 \cdot (CO_2)_M^a$$

w którym:

V - całkowita objętość 0,05N roztworu wodorotlenku barowego, przeznaczona do reakcji z wytworzonym dwutlenkiem węgla, cm^3 ,

V_1 - całkowita objętość 0,05N roztworu kwasu solnego, zużyta do odmiareczkowania nadmiaru 0,05N roztworu wodorotlenku barowego, cm^3 ,

m - odważka popiołu lotnego lub żużla, g,

0,000299 - ilość węgla odpowiadająca 1 cm^3 0,05N roztworu wodorotlenku barowego, g,

0,2729 - współczynnik przeliczeniowy dwutlenku węgla na węgiel,

$(CO_2)_M^a$ - zawartość dwutlenku węgla w węglanach w próbce analitycznej popiołu lub żużla, %.

2,8. Dopuszczalne różnice między wynikami oznaczeń -

wg tabl. 2,

Tablica 2

Zawartość (C^a) w próbce analitycznej popiołu lotnego lub żużla	Największa dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń wykonanych	
	w tym samym laboratorium, z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla	w różnych laboratoriach z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla
%	% bezwzględne	
do 1,0	0,05	0,1
powyżej 1,0 do 5,0	0,2	0,4
powyżej 5,0	0,5	0,8

2,9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń wykonanych w tym samym laboratorium, spełniających wymagania wg 2,8.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Energetyki, Warszawa,

2. Normy związane

BN-82/6722-10, 00 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym, Badania chemiczne, Postanowienia ogólne

BN-83/6722-10, 06 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym, Badania chemiczne,

ne, Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla w węglanach

3. Autor projektu normy - Norbert Szczyrba - Przedsiębiorstwo Zagospodarowania Odpadów Elektrownianych, Katowice,

4. Szczegółowa dokumentacja spirali absorpcyjnej znajduje się w Przedsiębiorstwie Zagospodarowania Odpadów Elektrownianych w Katowicach,