

УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ТВЕРДЫХ ГОРЮЧИХ ИСКОПАЕМЫХ

С. И. СМОЛЬЯНИНОВ, В. Н. ПОНОМАРЕВ, В. И. МАКАРЕНКО

(Представлена научным семинаром химико-технологического факультета)

До настоящего времени нет вполне надежного единого аналитического метода, который позволяет определить содержание того или иного вида влаги в твердых горючих ископаемых. Являясь, например, удовлетворительным для определения влаги в каменных углях, этот же метод не является надежным при анализе бурого угля или торфа.

При прямых методах влага удаляется высушиванием в токе инертного газа или кипящей, не смешивающейся с водой жидкостью, и определяется по привесу поглотителя или непосредственным измерением объема в градуированном приемнике.

При не прямых методах влага также удаляется из анализируемых веществ, но содержание ее определяют не непосредственным замером количества выделяющейся воды, а по уменьшению веса обезвоженного остатка, т. е. по разности в весе между исходным и высушенным веществом.

Обезвоживание навески анализируемого вещества может производиться различными способами: нагреванием в термостате при температуре 102—105°, выдерживанием над концентрированной серной кислотой в эксикаторе при комнатной температуре, сушкой в электрическом поле токов высокой частоты или же инфракрасными лучами.

Известны также не прямые методы, основанные на других принципах, например на изменении диэлектрических свойств, использовании тепла обезвоживания кристаллизационной воды и т. п.

Стандартный метод определения влаги нашел большое распространение вследствие достаточной простоты и точности. Но недостатком его является длительность определения.

В настоящее время существует целый ряд ускоренных методов определения влаги. Но все они страдают недостатком — большая неточность, а некоторые из них для проведения анализа требуют сложных установок. Кроме того многие из ускоренных методов определения влаги проводятся при высоких температурах (около 150°). При этом необходимо учитывать и то, что органическая масса некоторых твердых горючих ископаемых подвергается термической деструкции с образованием CO_2 и H_2O . Это, естественно, искажает результаты анализов, что особенно заметно при высушивании торфа и бурых углей.

Нами предлагается использовать для определения влажности твердых горючих ископаемых сушильный шкаф СЭШ-3.

Сушильный шкаф представляет собой небольшую сушильную камеру, защищенную слоем теплоизоляции. Сушильная камера снабжена

вращающимся столом, приводимым во вращение крылаткой с шестеренчатым редукторным устройством, помещенной в кожухе нагревателя против выхлопного патрубка вентилятора. Рабочая температура в сушильной камере обеспечивается электрическим нагревателем, помещенным в нижней части шкафа, и поддерживается на заданном уровне с помощью терморегулятора. Интенсивный обмен воздуха в шкафу осуществляется вентилятором. К сушильному шкафу придается специальный охладитель для охлаждения подсушенных образцов.

Данная установка выпускается серийно, и поэтому нет особой необходимости в разработке особых, не менее сложных приборов, как это предлагалось рядом авторов.

При проведении опытов по определению влажности твердых горючих ископаемых брались для анализа различные образцы каменных углей (газовый, коксовый, антрацит), бурых углей и торфа.

Из данных образцов готовились аналитические пробы, влажность которых определялась стандартными методами и путем высушивания в сушильном шкафу СЭШ-3. В сушильный шкаф СЭШ-3 закладывалось несколько алюминиевых бюксов с навеской исследуемого вещества. Вес навески 1—2 г. Через каждые 5 мин. вынимался один из бюксов, охлаждался на охладителе, и по убыли в весе навески определялась влажность образца. Все взвешивания производились с точностью 0,0002 г. Результаты опытов по определению влажности в аналитических пробах каменных углей приведены на рис. 1. Из графиков ясно, что для всех углей удаление влаги происходит очень быстро. Примерно через 10 мин. от начала нагрева влажность навески достигает значения, близкого к влажности, определенной стандартным методом. Расхождение значений влажности исследуемого образца по двум методам не превышает 0,2 процента, что находится в пределах допустимых расхождений для параллельных определений. Подобные же результаты получены при определении влажности бурых углей, что представлено на рис. 2.

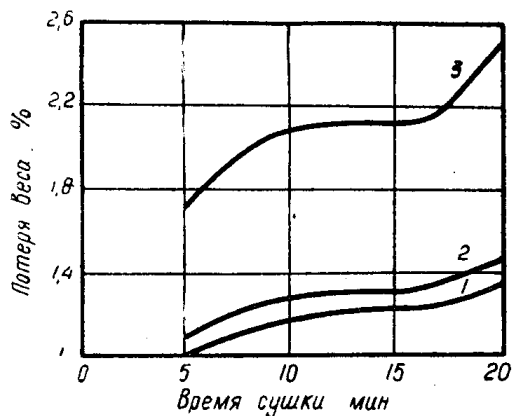


Рис. 1. Зависимость потери веса (в процентах) от времени высушивания каменных углей: 1 — кривая — коксовый уголь; влажность, определенная стандартным методом — 1,13%; 2 — кривая — антрацит; влажность, определенная стандартным методом — 1,13%; 3 кривая — газовый уголь; влажность, определенная стандартным методом — 1,99%

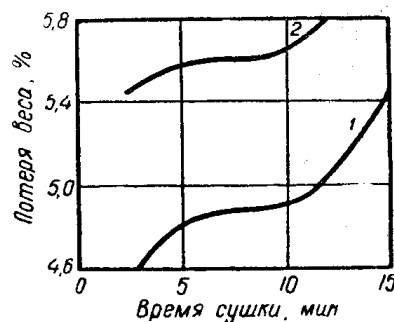


Рис. 2. Зависимость потери веса (в процентах) от времени высушивания образцов бурых углей: 1 кривая — бурый уголь 1; влажность, определенная стандартным методом — 4,84%; 2 кривая — бурый уголь 2; влажность, определенная стандартным методом — 5,78%

По стандартному методу сушка аналитической пробы торфа с максимальным размером частиц 0,28 мм продолжается 2 часа; каждая контрольная сушка — 0,5 часа.

При высушивании в сушильном шкафу СЭШ-3 время высушивания аналитической пробы торфа сокращается до 15—20 мин. (рис. 3). Высушивание навесок производили до тех пор, когда разность в весе при двух последовательных взвешиваниях становилась менее 0,001 г. При определении влажности в сильно влажном торфе и в гидромассе длительность первоначальной сушки по стандартным методам—4—6 часов, тогда как при высушивании в сушильном шкафу СЭШ-3 это время сокращается до 30—35 мин. Различие показателей между стандартным методом и предлагаемым нами не более 0,3—0,5 процентов (рис. 4).

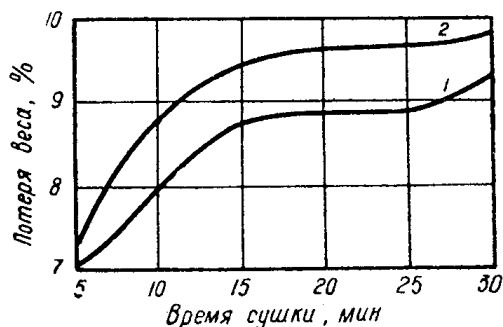


Рис. 3. Зависимость потери веса (в процентах) от времени высушивания образцов торфа: 1 кривая — Бакчарский торф; влажность, определенная стандартным методом—8,7%; 2 кривая — Таганский торф; влажность, определенная стандартным методом — 9,7%

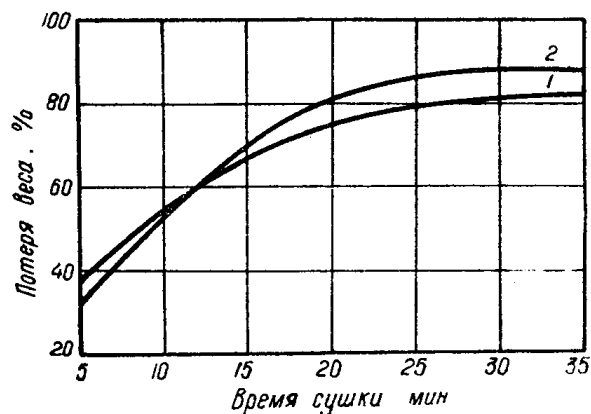


Рис. 4. Зависимость потери веса (в процентах) от времени высушивания образцов сильно влажного торфа: 1 кривая — Бакчарский торф; влажность, определенная стандартным методом — 81,5%; 2 кривая — Таганский торф; влажность, определенная стандартным методом — 87,5%

На основании проведенных исследований можно предложить следующую методику определения влажности.

Навеска аналитической пробы исследуемого вещества в 1—2 г помещается в алюминиевый бюкс. Бюксы с навесками открытыми ставят в сушильный шкаф СЭШ-3, предварительно нагретый до температуры 105—110°, которая поддерживается в течение всего периода сушки. При определении влажности в углях длительность первоначальной сушки 8—12 мин. После сушки бюксы закрывают крышками и ставят на охладитель. Время охлаждения 2—3 мин. Контрольное высушивание продолжается 3—4 мин. При определении влажности аналитической пробы торфа время первоначального высушивания 20 мин, время контрольного высушивания 5 мин. Все взвешивания производятся на аналитических весах с точностью до 0,0002 г.

При анализе торфа, измельченного до максимальной крупности частиц 2—3 мм, берут навески 2—3 г. Навеска высушивается в течение 30—35 мин. После охлаждения бюксы взвешивают и ставят в сушильный шкаф СЭШ-3 на контрольную сушку в течение 10 мин, после чего бюксы охлаждают и вновь взвешивают. Все взвешивания производят с точностью до 0,01 г.

Пределы допустимых расхождений при анализе одной и той же аналитической пробы между параллельными определениями 0,3—0,5 процента при измельчении торфа до 2—3 мм и 0,2 процента при измельчении торфа до крупности помола 0,28 мм.

Из приведенного вытекает, что ускоренный метод определения влажности в сушильном шкафу СЭШ-3 по точности анализа не уступает ти-

повому по ГОСТ и значительно сокращается время анализа. Возможность применения описанного метода, имеющего повышенную точность по сравнению с другими ускоренными методами, может быть довольно широкой.

Выводы

1. Предложено проводить определения влажности твердых горючих ископаемых в сушильном шкафу СЭШ-3.
 2. Разработана методика ускоренного определения влажности каменных и бурых углей и торфа, в несколько раз сокращающая время определения против стандартного метода при той же точности.
-