

OZNACZANIE CZĘŚCI NIEPALNYCH W WĘGLACH I GRAFICIE

1. Oznaczenie zawartości popiołu w graficie

1.1 Aparatura i przyrządy

- a) tygiel zbożowy (\varnothing 45 mm, h 20 mm)
- b) elektryczny piec mufłowy z termoregulatorem umożliwiającym utrzymanie temperatury $950 \pm 10^{\circ}\text{C}$
- c) suszarka laboratoryjna zapewniająca utrzymanie temperatury $110 \pm 10^{\circ}\text{C}$
- d) waga analityczna umożliwiająca ważenie z dokładnością do $0,0002$ g
- e) szpatułka metalowa
- f) ekcykator
- g) szczypce laboratoryjne
- h) płytki ceramiczne

1.2 Próbkę

Sproszkowany grafit.

1.3 Przygotowanie próbek

Próbkę sproszkowanego grafitu wysuszyć w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 110°C przez 16 godzin, a następnie ostudzić w ekcykatorze.

1.4 Wykonanie oznaczenia

Wyprażony do stałej masy pusty tygiel zbożowy zważyć za pomocą wagi analitycznej. Naważyć 1 g sproszkowanego grafitu, rozprowadzając go równomiernie po całej powierzchni dna naczynka. Tygiel z grafitem umieścić w zimnym piecu mufłowym, w którym zapewnić należy stały dopływ powietrza. Ogrzewać próbkę w 500°C przez 1 godzinę, mieszając zawartość tygla za pomocą metalowej szpatułki co 20 min, a następnie w 750°C przez 2 godziny, kontynuując mieszanie co 15 min. Następnie podnieść temperaturę wewnątrz pieca do 950°C i utrzymać ją przez 1 godzinę.

Po zakończeniu prażenia tygiel wyjąć z pieca, pozostawić 5 min na powietrzu i umieścić w ekcykatorze. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zważyć naczynie z popiołem. Przez kolejne 15 min przeprowadzić prażenie kontrolne i w razie potrzeby powtarzać je tak długo, aż różnica mas po dwóch kolejnych ważeniach będzie mniejsza niż $0,001$ g. Wszystkie ważenia wykonywać z dokładnością do $0,0002$ g.

1.5 Obliczenia

Zawartość popiołu w graficie, wyrażoną w % obliczyć według wzoru:

$$A = \frac{(C - A)}{(B - A)} \cdot 100\%$$

A – masa pustego tygla, g

B – masa tygla z próbką grafitu, g

C – masa tygla z pozostałością po spopieleniu próbki grafitu, g

1.6 Wynik końcowy oznaczenia

Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

Opracowano na podstawie: KS L 3412:2002, Testing method for ash in graphite – [Norma Koreańska](#)

2. Oznaczanie zawartości popiołu w węglu według normy amerykańskiej (ASTM, D 3174)

Oznaczanie zawartości popiołu polega na naważeniu do tygla porcelanowego ok. 1 g próbki węgla i umieszczeniu jej w zimnym piecu. Następnie ogrzewaniu jej do temperatury 450–500°C w czasie 1 godziny, a po dalszych 2 godzinach ogrzewaniu do temperatury 700–750°C. W tej temperaturze próbka pozostaje przez 2 godziny. Podczas oznaczania popiołu do pieca powinna być doprowadzana duża ilość powietrza.

3. Oznaczanie zawartości popiołu w węglu według normy polskiej (PN-80/G-04512)

PN-G-04512:1980/Az1:2002 (Paliwa stałe – Oznaczanie zawartości popiołu metodą wagową, Determination of ash by gravimetric method, text in Polish, previously PN-G-04512:1980, it replaces PN-G-04512:1972).

Istnieją dwie metody oznaczania zawartości popiołu: kompletna (całkowita) i uproszczona.

3.1 Metoda kompletna oznaczania zawartości popiołu w paliwach stałych oparta na Polskiej Normie PN-G-04512:1980/Az1:2002

Zważyć z dokładnością (przynajmniej do 0,001 g) 1-2 g próbkę suchego węgla i umieścić w nienagrzanym piecu. Ogrzać próbkę do 500°C w ciągu 30 minut. Po upływie tego czasu, w ciągu kolejnych 30 minut, należy podnieść temperaturę wewnątrz pieca do 815±15°C. W tej temperaturze próbka powinna być ogrzewana przez 120 minut. Po tym czasie, wyjąć próbkę z pieca, pozostawić w temperaturze pokojowej do ostygnięcia a następnie zważyć.

3.2 Metoda uproszczona oznaczania zawartości popiołu w paliwach stałych oparta na Polskiej Normie PN-G-04512:1980/Az1:2002

Rozgrzać piec do temperatury $815 \pm 15^\circ\text{C}$. Zważyć z dokładnością (przynajmniej 0,001g) 1 g próbkę suchego węgla. Tygiel należy umieścić na krawędzi pieca na 10 min, w celu powolnego nagrzania próbki, a następnie stopniowo przesuwać próbkę w głąb pieca z prędkością 2 cm/min. Następnie należy zamknąć piec i ogrzewać próbkę w temperaturze $815 \pm 15^\circ\text{C}$ przez 25 minut (węgiel brunatny i bitumiczny), 35 minut (węgiel) albo 90 do 120 minut (koks, półkoks). Po upływie odpowiedniego czasu ogrzewania wyciągnąć próbkę z pieca, a następnie należy ją ostudzić na powietrzu do temperatury pokojowej. Następnie zważyć próbkę. Aby upewnić się, że węgiel został całkowicie spalony, umieść próbkę powoli (2 cm/min.) w piecu na 15 minut w temperaturze $815 \pm 15^\circ\text{C}$. Jeżeli wagi próbki różnią się, należy powtórzyć procedurę 15-minutowego spalania do momentu, aż różnica pomiędzy dwiema wagami jest mniejsza niż 0,001g.

3.3 Obliczenia

Zawartość popiołu w próbce obliczyć według wyrażenia:

$\% = 100\% \cdot (\text{masa stałej pozostałości po prażeniu odważki, g}) : (\text{masa próbki pierwotnej, g})$