



Technologia chemiczna

**Przemysłowe laboratorium technologii
ropy naftowej i węgla II
TCCO17004I**

Ćwiczenie nr IV

Oznaczanie własności plastycznych węgla - dylatacja

Opracowane: dr inż. Ewa Lorenc-Grabowska

Wrocław
2012



Spis treści

| | | |
|--------|--|----|
| I. | Wstęp | 3 |
| 1.1. | Metoda Audiberta-Arnu | 3 |
| II. | Cel ćwiczenia | 5 |
| III. | Wykonanie ćwiczenia | 5 |
| 3.1 | Zasada metody | 5 |
| 3.2. | Aparatura | 5 |
| 3.2.1. | Zestaw do przygotowania słupka węglowego | 5 |
| 3.2.2. | Dylatometr | 7 |
| 3.3. | Odczynniki | 8 |
| 3.4. | Wykonanie słupka węglowego | 8 |
| 3.5. | Wykonanie oznaczenia | 9 |
| IV. | Bibliografia | 9 |
| V | Schemat sprawozdania | 10 |

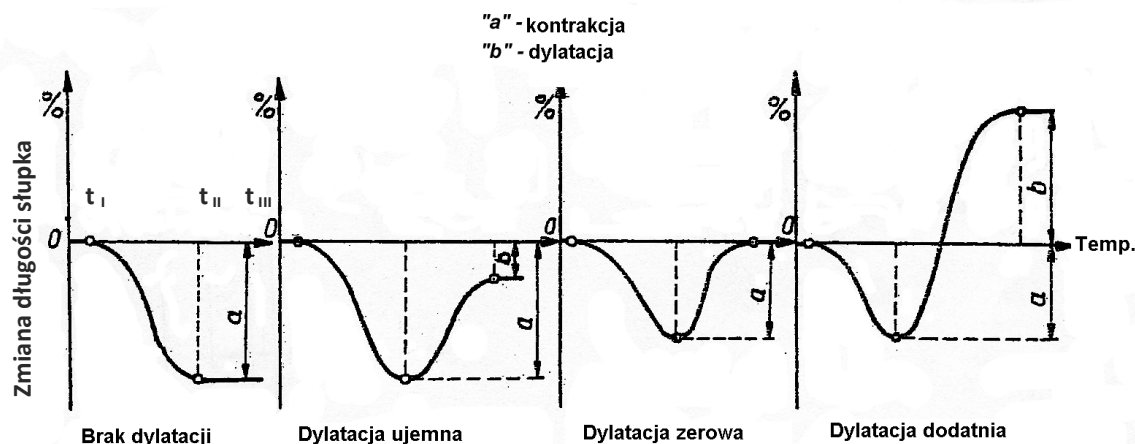


I. Wstęp

Obowiązuje zakres materiału zamieszczony w instrukcji do ćwiczenia: „Własności koksownicze węgla” (ćw 2) kurs Technologia chemiczna – surowce i nośniki energii, strony 2-9.

1.1. Metoda Audiberta-Arnu

Węgiel kamienny w czasie ogrzewania bez dostępu powietrza ulega rozkładowi termicznemu z wydzieleniem produktów ciekłych i gazowych oraz utworzeniem stałej pozostałości. Węgłe koksujące dają stałą pozostałość w postaci twardego, kawałkowego koksu. Zdolności węgla koksujących do tworzenia koksu kawałkowego wynikają ze zdolności do przechodzenia w stan plastyczny. Jedną z metod badania własności plastycznych węgla jest pośrednia metoda dylatometryczna zwana metodą Audiberta-Arnu. Metoda ta polega na powolnym ogrzewaniu pod stałym ciśnieniem słupka uformowanego z badanego węgla i pomiarze zmian jego długości pod wpływem wzrostu temperatury. Na rysunku 1 przedstawiono **krzywą dylatometryczną** przedstawiającą zmiany długości słupka uformowanego z badanego węgla pod wpływem jego ogrzewania. W procesie ogrzewania słupka węglowego, na skutek rozkładu, następuje skurcz słupka węglowego (**kontrakcja**). Następnie, przy dalszym ogrzewaniu słupka węglowego, możemy mieć do czynienia ze zjawiskiem wydłużenia się (**dylatacja**) skurczonego słupka węglowego. W zależności od typu badanego węgla obserwuje się zjawiska: braku dylatacji, dylatacji ujemnej, dylatacji zerowej czy dylatacji dodatniej.



Rysunek 1. Krzywa dylatometryczna



Brak dylatacji – zjawisko to obserwujemy, gdy słupek węglowy nie ulega wydłużeniu pod wpływem dalszego ogrzewania. Zjawisko to obserwujemy, na przykład dla węgla gazowych (typ 33).

Dylatacja ujemna – dylatacja, przy której końcowa długość słupka węglowego jest mniejsza niż jego początkowa długość. Zjawisko to obserwujemy, np. dla węgla gazowo-koksowych czy semikoksowych (typ 34.1, 37).

Dylatacja zerowa – dylatacja, przy której końcowa długość słupka węglowego jest równa jego początkowej długości. Zjawisko to obserwujemy, np. dla węgla gazowo-koksowych (typ 34.2).

Dylatacja dodatnia – dylatacja, przy której końcowa długość słupka węglowego jest większa niż jego początkowa długość. Zjawisko to obserwujemy dla węgla ortokoksowych (typ 35).

Wskaźniki dylatometryczne

Kontrakcje przedstawia się jako stosunek (wyrażony w procentach) różnicy początkowej długości i najmniejszej długości słupka węglowego, uzyskanej pod wpływem ogrzewania, do jego początkowej długości.

Dylatacje przedstawia się jako stosunek (wyrażony w procentach) różnicy największej długości uzyskanej po kontrakcji pod wpływem dalszego ogrzewania i początkowej jego długości.

W pomiarze dylatometrycznym określa się również temperaturę mięknięcia, temperaturę kontrakcji i dylatacji oraz zakres temperatury stanu plastycznego.

Temperatura mięknięcia (t_I). (określającą początek stanu plastycznego) określa temperaturę, przy której tłoczek dylatometryczny zaczyna obniżać się od położenia początkowego.

Temperatura kontrakcji (t_{II}) to temperatura, przy której tłoczek dylatometryczny osiąga swoje najniższe położenie.

Temperatura dylatacji (t_{III}) to temperatura, przy której tłoczek dylatometryczny po obniżeniu się osiąga swoje najwyższe położenie po kontrakcji.



Zakres temperatury stanu plastycznego ($t_{III}-t_I$) jest to zakres temperatur pomiędzy temperaturą początkowego stanu plastycznego słupek węglowego (t_I) a temperaturą jego maksymalnego wydłużenia (t_{III}).

II. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studenta z sposobem oznaczania wskaźników dylatometrycznych węgla kamiennego metodą Audiberta-Arnu. Wskaźniki dylatometryczne wykorzystywane są następnie do oceny przydatności węgla do koksowania.

III. Wykonanie ćwiczenia

Ćwiczenie obejmuje wykonanie słupek węglowych a następnie przeprowadzenia badań własności plastycznych metodą Audiberta-Arnu zgodnie z polską normą PN-81/G-04517 na dylatometrze DL-4 z komputerową rejestracją wyników oznaczeń.

3.1. Zasada metody

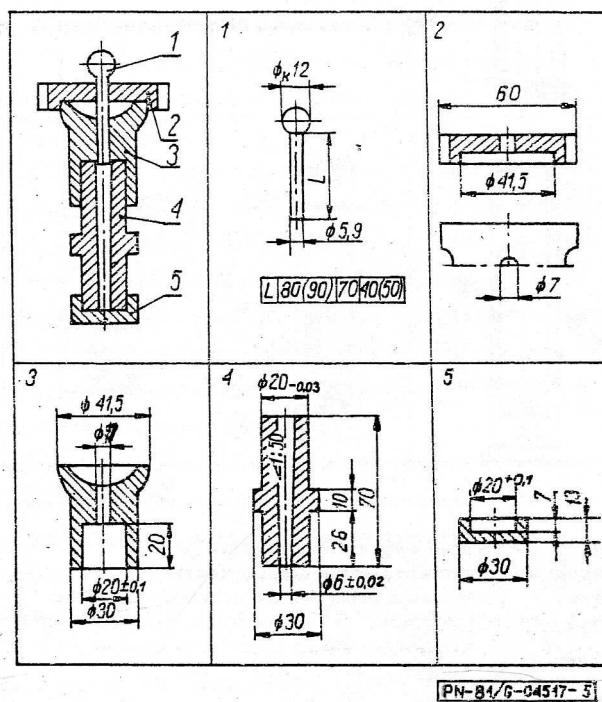
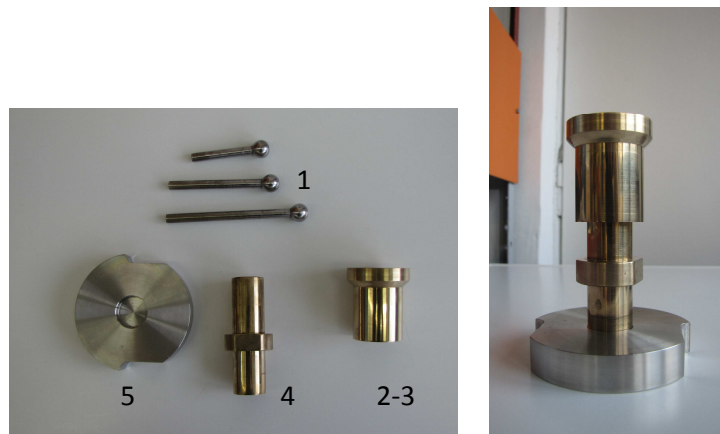
Zasada metody polega na powolnym ogrzewaniu pod stałym ciśnieniem słupek uformowanego z badanego węgla i pomiarze zmian jego długości pod wpływem wzrostu temperatury.

3.2. Aparatura

3.2.1. Zestaw do przygotowania słupek węglowych

Do przygotowania słupek węglowych wymagany jest zestaw form do ubijania słupek, przyrządu do ubijania oraz zestawu form do wypychania słupek węglowych.

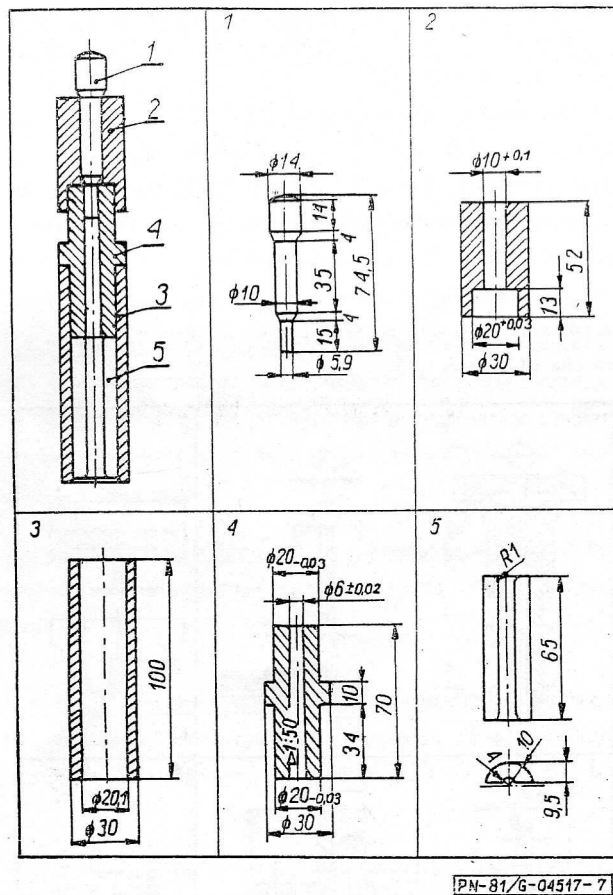
Na rysunku 2 przedstawiono schemat zestawu form do ubijania słupek. Zestaw ten składa się z tłoczków do ubijania (1), prowadnicy tłoczka z twardego brązu (2), lejki z twardego brązu (3), formy z twardego brązu (4) oraz podstawki z twardego brązu (5). Na rysunku 3 przedstawiono przyrząd do ubijania słupek węglowych a na rysunku 4 przedstawiono zestaw form do wypychania słupek węglowych, który składa się z tłoczka do wypychania (1), prowadnicy tłoczka z twardego brązu (2), prowadnicy odbieralnika z twardego brązu (3), formy z twardego brązu (4) oraz odbieralnika z twardego brązu (5).



Rysunek 2. Zestaw form do ubijania słupka węglowego



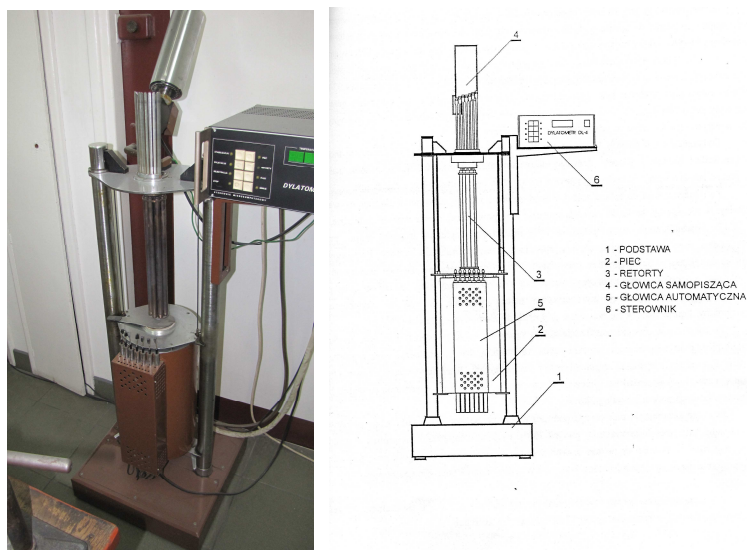
Rysunek 3. Przyrząd do ubijania słupka węglowego



Rysunek 4. Zestaw do wypychania słupek węglowych

3.2.2. Dylatometr

Na Rysunku 5 przedstawiono elektryczny piec dylatometryczny Dylatometr DL-4. Piec ten posiada 7 gniazd pomiarowych.



Rysunek 5. Dylatometr DL-4

3.3. Odczynniki i materiały

Węgiel kamienny – próbka węglowa o uziarnieniu analitycznym 0,2S.

Gliceryna – (propantriol) służy do zwilżania form.

3.4. Wykonanie słupka węglowego

Oznaczanie wykonuje się na próbce analitycznej węgla.

- Do naczynka wagowego, na wadze technicznej, odważyć około 10 g węgla.
- Dodać 1-2 ml wody destylowanej. Dokładnie zamieszać.
- Formę do ubijania słupka węglowego zwilżyć gliceryną (lub wodą destylowaną). Forma musi być ustawiona większym otworem ku górze (Rys.2.).
- Do zwilżonej formy wprowadzić pierwszą porcję mieszaniny.
- Do formy włożyć najdłuższy tłoczek do ubijania.
- Umieścić w przyrządzie do ubijania (Rys.3.).
- Na formę zawierającą tłoczek opuścić czterokrotnie ciężarek podniesiony uprzednio do skrajnego górnego położenia.
- Wyjąć formę z urządzenia do ubijania. Wyjąć tłoczek z formy.
- Dosypać kolejne dwie porcje mieszaniny.
- Umieścić ponownie najdłuższy tłoczek i ubić poprzez czterokrotne opuszczenie ciężarka.



- k) Po każdym dwóch dodanych i ubitych porcjach mieszaniny zmienić tłoczek na krótszy.
- l) Napełnianie formy zakończyć, gdy zostanie ona wypełniona do górnej krawędzi.
- m) Formę z ubitym węglem (Rys.2.4.) wyjąć z zestawu do ubijania i umieścić w formie do wypychania (Rys.4) tak, aby odbieralnik był od strony większego otworu formy.
- n) Zestaw ułożyć w prasie do wypychania.
- o) Ostrożnie wysunąć słupek węglowy do odbieralnika.
- p) Odbieralnik ze słupkiem wyjąć z zestawu.
- q) Obciąć cienkim ostrzem grubszy koniec słupka, tak aby jego długość wynosiła $60 \pm 0,25$ mm.

3.5. Wykonanie oznaczenia

- a) Słupek węglowy przygotowany według 3.4 wprowadzić szerszym końcem do rurki dylatometrycznej i ostrożnie przesunąć do jej dna.
- b) Do rurki włożyć tłoczek dylatometryczny tak, aby oparł się na słupku węglowym.
- c) Całość wstawić do pieca uprzednio nagrzanego do temperatury 330°C .
- d) Jeżeli przeprowadza się mniejszą ilość oznaczeń niż jest gniazd, wówczas wolne otwory w piecu należy wypełnić pustymi rurkami dylatometrycznymi.
- e) Piec podnieść w górne położenie. Spowoduje to wprowadzenie retort do komory pieca.
- f) Nastąpi dalsze ogrzewanie próbki z szybkością $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ i automatyczna rejestracja zmian długości słupka na rejestratorze.
- g) Zebrać wyniki podane w postaci tabelarycznej i wykresy krzywych dylatometrycznych. Odczytać odpowiednie wskaźniki dylatometryczne.

Szczegółowy opis obsługi pieca i sterownika oraz norma do oznaczenia dostępna będzie przy stanowisku pracy.

Bibliografia

Van Krevelen D.W., Coal, Typology - Physics - Chemistry – Constitution, Elsevier, Amsterdam 1993.

Zieliński H, Koksownictwo, Wyd.Śląsk 1986.



Schemat sprawozdania

| | | | |
|---|----------|--|------|
| | | Przemysłowe laboratorium technologii ropy naftowej i węgla II- | |
| Oznaczanie własności plastycznych węgla - dylatacja | | | |
| Grupa | Studenci | | Data |
| | | | |
| Ocena | | | |

Cel pracy

Próbka

Wyniki



Wnioski