

Določevanje vode, katrana in prahu v generatorskem plinu

Na podlagi izkušenj z laboratorijskimi aparaturami je bila konstruirana priročna prenosna aparatura za določevanje vode, katrana in prahu v generatorskem plinu v celotnem potrebnem območju. Aparatura dela po metodi globokega zmrzovanja in naknadni postopni ločitvi. Vodo ločimo s sušenjem 1 uro pri 60°C, katan z organskimi topili in prah s filtracijo raztopine katrana. Glede na potrebno količino plina in pretok 1–2 l/min traja odvzemanje plina in zmrzovanje 30–60 minut, celokupna določitev posameznega vzorca pa 4–5 ur. Odstopanje se giblje v območju med ± 10 – ± 20 %, srednje odstopanje srednje vrednosti pa med 0,06–0,65.

Voda, katan in prah so v generatorskem plinu nezaželeni predvsem zato, ker mašijo plinovode, ventile in gorilce. Voda pa poleg tega zmanjšuje praktično kalorično vrednost plina. Prav zaradi tega čistijo surovi generatorski plin v posebnih čistilcih. Kontrola teh treh komponent v generatorskem plinu nam da dvojne podatke, in sicer:

1. podatke o poteku generatorskega procesa,
2. podatke o pravilnem in zadostnem delovanju čistilnih naprav.

Voda pride v generatorski plin na tri načine:

S podpihom, predvsem pri parnem podpihu, majhen del lahko tudi kot vlaga v ostalih sredstvih za podpih,

kot higroskopska vlaga z gorivom,

kot pirogenska voda, ki nastaja v generatorskem procesu, predvsem v reakcijski coni.

Če se omejimo na parozračni plin, količina vode naprej dviga kalorično vrednost zaradi reakcije z žarečim ogljikom, prebitna voda pa naglo zmanjšuje kalorično vrednost, ker se večja količina balastnega CO_2 in vodne pare. Istočasno prebitna vodna para znižuje temperaturo v oksidacijski coni in občutno vpliva na celotni generatorski proces. Prebitek vode zaznamo po povečani količini vodika in zmanjšani količini CO v plinu pa tudi po preveliki količini vodne pare v surovem plinu. Tako stanje je vedno dokaz, da je bodisi premokro gorivo, bodisi premočan parni podpih. Preveč vlažno gorivo imamo najpogosteje tam, kjer je izpostavljeno padavinam, to je pri nepokritih depojih in bunkerjih. Premočan parni podpih pa nastane zaradi slabe kontrole količine pare ali pa ga

delavci uporabljajo namenoma za udobno rahljanje in izravnanje sloja, ki bi ga drugače morali vršiti ročno. V surovem parozračnem plinu naj bi ne bilo povprečno več kot 35 gr. vode/ N m^3 plina. V čistilcih pa se mora ta količina zmanjšati vsaj petkrat. Če ne dosežemo tega efekta, je bodisi slab ali prezasičen čistilec, bodisi previsoka temperatura v kondenzatorju ali prehitro tok plina.

Katan, kot je znano, pride v generatorski plin v coni suhe destilacije. V surovem parozračnem plinu ga je od 15 do 50 gr/ N m^3 v odvisnosti od starosti uporabljenega goriva in režima v generatorju. Mlajši premogi dajo navadno več katrana. Pri danem gorivu je premajhna količina katrana v surovem plinu lahko posledica previsoke temperature v coni destilacije, prevelika pa posledica neprimerne hitrosti toka skozi generator in ciklon. Količina katrana lahko pade tudi pri primerni temperaturi, če se produkti destilacije predolgo zadržujejo v generatorju, torej pri prepočasnem toku plinov skozi generator. V plinskih čistilcih mora pasti količina katrana pod 0,5 gr/ N m^3 plina. V nasprotnem primeru so bodisi slabi bodisi prezasičeni čistilci ali pa struji plin prehitro skozi čistilec.

Prah je sestavljen iz gorljivih in negorljivih drobnih delcev, ki pridejo v generatorski plin z gorivom, ki ima preveč prahu ali sipke jalovine. Preveč prahu ima tudi gorivo, ki je ležalo dolgo časa izpostavljeno atmosferskim vplivom in je na površini deloma razpadlo. Razpadla plast se pri vsipanju obrusi, posebno če je gorivo preveč suho. En del prahu pride tudi od dima, zlasti pri nepravilnem potekanju generatorskega procesa. Količine prahu v surovem plinu se gibljejo med 0,5 in 2 gr/ N m^3 plina. Čiščen plin praktično ne sme imeti prahu. V ostalem velja za prah isto kot za katan.

Metode za določevanje vode, katrana in prahu v plinu

Določevanje vsake posamezne komponente v plinu ne bi predstavljalo kake večje težave, če ne bi vse tri komponente nastopale skupno. Oglejmo si na kratko do sedaj uporabljene metode za določevanje posameznih komponent v generatorskem plinu.

Vodo oziroma vlago v generatorskem, pa tudi v drugih plinih, določimo na dva načina:

- z absorpcijsko metodo,
- s psihometrijsko metodo.

Pri absorpcijski metodi spuščamo ali črpamo plin skozi stekleno cevko z magnezijevim perkloratom in merimo količino plina, ki je tekel skozi cevko. Cevko ponovno tehtamo in iz razlike določimo vlago. Jasno je, da moramo predhodno odstraniti iz plina katran in prah s posebnimi filtri. Slaba stran metode je v tem, da sledovi katrana in ogljikovodikov, ki pridejo v absorpcijsko cevko kljub filtrom, občutno vplivajo na absorpcijsko sposobnost absorbensa in se tudi sami deloma absorbirajo.

Psihometrijska metoda dela po znanem principu z mokrim in suhim termometrom. Tudi tu imamo težave s katranom, ki onečišči termometre, in z ogljikovodiki, ki lahko vplivajo na temperaturno diferenco med mokrim in suhim termometrom. Seveda moramo tudi tu prej odstraniti katran in prah. Higrometrijski način s higrometrom na las je praktično neuporaben, ker ogljikovodiki in sledovi katrana hitro onesposobijo preparirani las. Katran običajno določujemo tako, da ga izločimo iz plina s posebnim stehtanim filtrom iz razmaščene vate, drobnega peska (0,2–0,4 mm) ali steklene frite. Količino plina merimo s plinsko uro in po določeni količini tehtamo filter. Ti filtri delujejo kot udarni ločilci zaradi velike površine. Sama steklena volna je manj uporabna. Pri majhnih količinah — nekako 10 gr/100 m³ — lahko uporabimo dvojno frito, ki jo priključimo za filter iz vate, ki zadrži večje delce katrana. Pri velikih količinah katrana je treba pred filter iz vate ali peska priključiti ločilec, hlajen z ledeno vodo. V predložkah in filtrih zbrani katran, ki je večinoma onečiščen s poletino in vodo, speremo z enim običajnih topil. Pri katranu iz črnega premoga uporabljamo bencol, ksilol ali težki bencol, pri lesnemu katran, npr. mešanico dveh delov alkohola in enega dela bencola ali tudi druge mešanice. V filtrih namreč ujamemo skupno katran in prah in ju tudi skupaj tehtamo. Katran ločimo nato z omenjenimi topili in ponovno tehtamo sam prah. Katran določimo iz razlike.

Če pogledamo količine katrana in vode v generatorskem plinu, vidimo, da je količinsko območje zelo široko. Zelo velika je zlasti razlika med čiščenim in surovim plinom. Zgoraj opisane običajne metode določevanja so, kot smo videli, uporabne le za manjše količine vode in katrana v plinu. Pri večjih količinah vode in zlasti katrana, moramo imeti še dodatni hlajen ločilec, ki pobere večino katrana in precej vode. Aparatura in postopek sta v tem primeru precej zamotana in neuporabna za direktno kontrolo v obratu. Zaradi teh težav smo prišli na zamisel, da bi določili vodo, katran in prah v eni sami operaciji, in sicer z metodo zmrzovanja pri zelo nizki temperaturi.

Aparatura

V principu naj bi odvzeli surovi ali čiščeni plin iz plinovoda po običajnih metodah ter ga vodili skozi primerno oblikovano past, hlajeno s tekočim

dušikom. Vodna para bi pri tem kondenzirala in zmrznila ter tako ostala v stehtani hlajeni pasti. Zaradi nizke temperature bi se strdile tudi katranske kapljice ter se s prahom vred prilepile na stene pasti. Past bi potem temperirali do sobne temperature ter jo tehtali. Razlika bi dala vsoto vode, katrana in prahu. Količino plina, ki je tekla skozi past, bi merili s plinsko uro ali kako drugo primerno napravo. Past bi nato sušili v sušilniku, da bi izhlapela voda in bi ostala le katran in prah. Ponovno tehtanje bi nam dalo razliko in s tem količino vode. Pri tem je možna določena napaka, ker skupno z vodo kondenzirajo in izhlape tudi nekateri lažji ogljikovodiki. Katran in prah bi ločili z že znanim postopkom z organskimi topili. Poizkusili bi napraviti prenosno aparatur, ki bi omogočila udobnejše določevanje na različnih mestih v obratu. Metoda naj bi bila uporabna v celotnem potrebnem območju količin vode, katrana in prahu v generatorskem plinu. Preden pa smo se lotili konstrukcije take aparature, smo morali napraviti vrsto laboratorijskih aparatov, s katerimi smo poskusili rešiti posamezna aparativna in metodna vprašanja. Prvo vprašanje se je nanašalo na velikost in obliko zmrzovalne posodice. Taka posodica ne sme biti prevelika in pretežka, mora pa omogočiti dobro hlajenje in kvantitativno zadrževanje vode, katrana in prahu. Zaradi prozornosti, odpornosti proti ohlajevanju in lahkega čiščenja smo se odločili za stekleno valjasto past, premera 55 mm in višine okrog 200 mm; shema posodice je razvidna iz sheme prenosne aparature. Zgoraj je posodica zaprta z brušenim zamaškom, skozi katerega je speljan dovod in odvod plina ter kapilarni nastavek s petelinčkom za izravnavanje pritiska. Dovod plina je v posodici močno razširjen, kar deloma izboljša hlajenje in zmanjša pretok skozi presek. Kvantitativnost izločevanja, kot bomo videli, močno zavisi tudi od pretoka, ki mora dopuščati zadostno hlajenje in ne sme odnašati s seboj drobnih delcev vode, katrana in prahu. Zaželen bi bil torej čim manjši pretok, kar pa močno zmanjša količino izločenih snovi in s tem natančnost določevanju ali pa zahteva nesprijetne čase meritve. Poleg tega mora biti hitrost pretoka v cevovodih zadostna, da ne dobimo prevelikega odsedanja že pred vstopom v hlajeni del posodice. Posodico hladimo s tekočim dušikom v Devarjevi posodi s širokim grlom. Ker je v železarnah običajno na razpolago le tekoči kisik, lahko uporabljamo za hlajenje tudi tekoči kisik, seveda ob upoštevanju vseh varnostnih ukrepov. Poizkusi so pokazali, da moramo hladiti le spodnjo tretjino posodice, ker drugače nastopi zmrzovanje že v dovodni cevi in s tem zamašitev cevi.

Pred zmrzovalno posodico smo morali vključiti dodatno varnostno posodico, tako imenovani izločevalec kapljic. To je pravzaprav navadna izpiralka, katere vhodna cev pa ne sega do dna izpiralke. Ta izločevalec služi samo zato, da zadrži večje ali manjše količine vode in katrana, ki se s časom nabere ali kondenzira v odvzemni cevi. Ko

odpremo ventil na odvzemni cevi, potisne namreč pritisk generatorskega plina ta kondenzat v zmrzovalno posodico in dobimo izredno visoke napačne vrednosti. Jasno je namreč, da takega kondenzata ne moremo šteti k vodi, katranu in prahu, ki naj ga določimo v generatorskem plinu; to je samo onečiščenje v cevovodu, ki se počasi nabere in zapre odvzemno cev. Posebno dosti je takega kondenzata v primeru, ko je ukrivljeni del odvzemne cevi v plinovodu obrnjen proti toku generatorskega plina. Izločevalec praktično ne zmanjšuje vlage, katrana in prahu v generatorskem plinu, ki mora iti skozi zmrzovalno posodico. Odvečni kondenzat spuščamo iz izločevalca skozi spodnji odtok s petelinčkom. Vsi nadaljnji aparativni deli spadajo pravzaprav že k merilcu pretoka oziroma volumna odvzetega plina. Vsaka taka merilna naprava mora biti zaščitena pred onečiščenjem z vodo, katranom in prahom, ki bi ga eventualno ne zadržala zmrzovalna posodica. To funkcijo opravlja kontrolni in zaščitni filter. Filter je stehtan in z njegovo težo kontroliramo kvantitativno zadrževanje primesi v zmrzovalni posodici. Filter je napravljen iz steklene cevke premera približno 25 mm in dolžine 150 mm, ki je napolnjena z razmaščeno vato in vstavljena v prekinjeni cevovod.

Volumen odvzetega plina merimo s plinsko uro, z rotametrom in uro ali drugim pretočnim merilcem. Pri tem pa ne smemo pozabiti, da prihaja plin iz zmrzovalne posodice močno ohlajen in da je treba njegovo temperaturo izenačiti s temperaturo okolice. Temu namenu služi temperirana spirala, ki smo jo pri nas zaradi kompaktnosti navili kar na zaščitni filter. Temperatura spirala je iz steklene cevi premera 8/1 mm in dolžine 1 m. S poizkusi je bilo ugotovljeno, da pri močnem hlajenju in hitrosti plina 2 l/min. zadostuje že dolžina spirale 60 cm, vendar smo zaradi sigurnosti podaljšali spiralo na 1 m. Zamenjali smo tudi vrstni red in vključili v vod najprej spiralo, nato pa šele filter, kar nam omogoča vizualno opazovati kvantitativnost izločanja v zmrzovalni posodici.

S temi elementi smo se lahko lotili konstrukcije in izdelave prenosne aparature. Zaradi cene in enostavnosti smo se odločili za pretočni merilec. Prenosna aparatura je lesen kovček 25×35×30 cm. Vzdolž daljše stranice je razdeljen v tri dele širine 4,12 in 9 cm. Ti trije deli so med seboj povezani s tečaji na desni strani kovčka in jih lahko odpremo, prvega za 180°, tretjega pa za 90°. Ti trije deli so pravzaprav leseni okviri, v katerih je pritrjena celotna aparatura in pribor. Odprti prvi in drugi del prikazuje shematsko sliko 1. V drugem delu na levi strani so pritrjeni trije glavni deli aparature:

lovilec kapljic 1, Devarjeva posoda 2 z zmrzovalno posodico 3, temperirana spirala 4 in filter 5, ki sta zaradi manjših dimenzij kar v enem kosu. V prvem delu na desni je pritrjena naprava za merjenje pretoka po Bernoullijevem principu, sestojeca iz igelnega ventila 6 za regulacijo pretoka, vodnega manometra 7, kapilare 8, odvodne cevi 9,

ter pripadajočega termometra 10 in tabel 11. V tretjem delu so spravljene štiri zmrzovalne posodice ter dva metra dovodne in odvodne gumijaste cevi. Tu je tudi ploščata baterija za napajanje lastne osvetlitve. Z napravo napravimo lahko štiri meritve, ne da bi se nam bilo treba vrniti v laboratorij. Tretji del, odprt za 90°, služi obenem za stabilnost aparature pri delu. Dovodno cev natakemo na kovinsko olivo, ki je pritrjena na ohišje; ta oliva je z gumijasto cevko vezana z dovodno cevjo lovila kapljic. Lovilec kapljic ima spodaj petelina, skozi katerega lahko spustimo odvečni kondenzat, če se ga preveč nabere v lovilcu. Lovilec je z gumijasto cevko vezan z zmrzovalno posodico, ta pa ima naprej vez s temperirano spiralo oziroma filtrom. Vhodna in izhodna cevka zmrzovalne posodice imata moški obrus, ki ga pri temperiranju posodice zapremo z majhnim zabrušenim zamaškom; pritisk se pri tem izravna skozi kapilaro s petelinčkom 15. Temperirana spirala je navita kar na zaščitnem filtru ter dovaja plin v filter od spodaj. Izstop iz filtra je zgoraj ter je z gumijasto cevko vezan z igelnim ventilom.

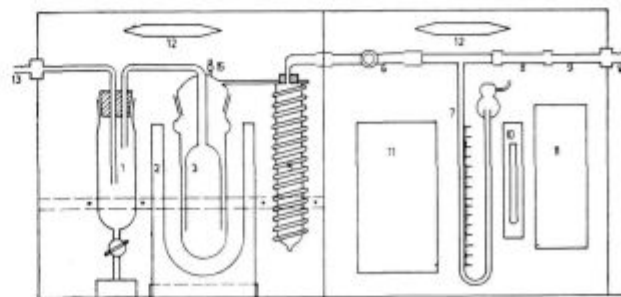
Ker sta rotameter in plinska ura predraga in imata, posebno plinska ura, prevelike dimenzije, smo za meritev pretoka napravili majhno, enostavno pripravo. Ta priprava meri pretok plina po že znanem enostavnem principu: v cev, po kateri vodimo plin, vstavimo šobo in vzdržujemo pred šobo konstanten pritisk. Ta metoda je zelo praktična in enostavna, ima pa sledeče hibe:

vsako aparaturo je treba posebej umeriti,

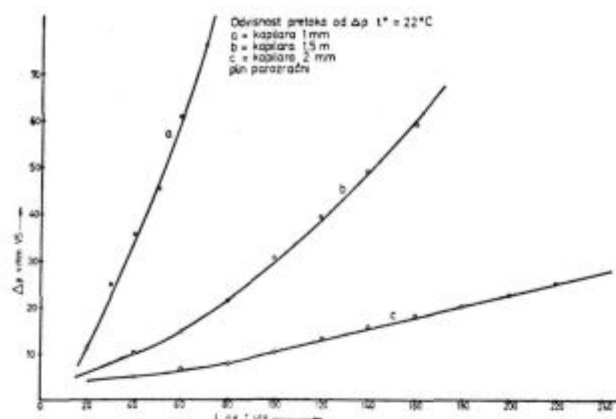
šoba in igelni ventil za uravnavanje pritiska pred šobo lahko sčasoma menjata svoje dimenzije, bodisi da jih zamašijo nečistoče ali pa se obrabita,

da so rezultati odvisni od uporabljenega plina, njegovega pritiska, temperature itd.

Kljub temu smo smatrali, da je za naše potrebe taka meritev pretoka dovolj natančna, kar so potrdili tudi preizkusi. V našem primeru predstavlja šoba 30 mm dolga steklena kapilara 8, (slika 1), ki je vpeta z gumijastimi cevkami med vodni manometer in odvodno cev. Preizkusili smo tri kapilare z notranjim premerom 1, 1,5 in 2 mm. Odvisnost pretoka v litrih na uro od nastavljenega pritiska prikazujejo sledeči diagrami (slika 2). Pretok smo merili s plinsko uro. Če upoštevamo, da lahko odčitamo Δp do 80 mm ter da je optimalna



Slika 1



Slika 2

hitrost za surovi plin 1 l/min., za očiščen plin pa dva litra na minuto, vidimo, da bomo morali za zadostno točnost in hitrost uporabljati dve kapilari. Za dovolj točno meritev mora biti Δp večji od 30 mm VS. Če hočemo, da ne traja meritev več kot 30 minut, moramo za surovi plin uporabljati kapilaro z notranjim premerom 1 mm, za očiščen plin pa kapilaro z notranjim premerom 1,5 mm.

Kot je bilo že omenjeno, pa je ta način merjenja pretoka odvisen od pritiska plina, vrste plina in temperature. Napaka, ki nastane zaradi različnih lastnosti plina, je neprimerno manjša kakor napaka same meritve in jo pri zaželeni točnosti meritev lahko zanemarimo. Tudi od pritiska plina praktično nismo odvisni, ker razliko v pritisku Δp nastavimo z igelnim ventilom in poleg tega še v zelo majhnem območju. Pritisk generatorskega plina se pri nas giblje v območju 80 do 160 mm VS. Teoretično bi morala biti točnost meritve odvisna od razmerja $p/\Delta p$, kar pa pri konstantnem p ni igralo nobene zaznavne vloge. Precej pa se je to občutilo pri nestabilnem p , torej pri nihanju pritiska generatorskega plina.

Od sprememb zračnega tlaka smo popolnoma neodvisni, ker dobljeni volumen zreduciramo na normalne pogoje in ga torej izražamo v Nm³. Največji vpliv na meritev ima temperatura. S temperaturo se namreč menjajo fizikalne lastnosti plina, kot gostota in viskoznost ter aparativni pogoji, kot dimenzije kapilare in dovoda plina ter gostota vode v vodnem manometru. Vsi ti vplivi pa nimajo istega predznaka in se med seboj deloma uničujejo. Ker pa se v obratu, kjer se vršijo meritve, močno spreminja temperatura, smo morali upoštevati zelo široko temperaturno območje. Za skrajne točke smo postavili +10°C in +30°C. Razlike med volumni pri skrajnih temperaturah se gibljejo med 5 in 6 %, kar je znatno manj, kot bi bilo pričakovati. Če pa pri teh temperaturah izmerjene volumne zreduciramo na normalne pogoje, se ta razlika zmanjša na slabo polovico in padejo tako dobljena odstopanja skoraj že v red velikosti napake pri sami meritvi.

Za redukcijo na normalne pogoje služijo že omenjene tabele 11 v shemi aparature. Celokupna natančnost določevanja pretoka oziroma volumna plina je boljša od $\pm 3 \%$, kar je povsem dovolj za naše namene.

Postopek določevanja

Pri nalogi, ki jo rešujemo, torej pri določevanju vode, katrana in prahu v generatorskem plinu, je težko ločiti vprašanje same aparature in postopka. Obe problematiki sta tu tesno povezani in medsebojno odvisni. Vsa aparativna vprašanja smo skušali prikazati že v prejšnjih odstavkih in se bomo tu omejili predvsem na vprašanja postopka, torej ravnanja z dano aparaturo. Vprašanja razdelimo v štiri dele:

kvantitativna ločitev vode, katrana in prahu od generatorskega plina,

ločitev vode,

ločitev katrana in

ločitev prahu.

Kot smo že povedali, sloni princip naše metode na tem, da z globoko hladitvijo zadržimo vodo, katran in prah v zmrzovalni posodici. Zmrzovalno posodico prej stehamo, nato lovimo vanjo omenjene nečistoče, ter jo po temperiranju na sobno temperaturo ponovno tehtamo. Razlika nam da vsoto vode, katrana in prahu. Prvi pogoj za dobro določitev je, da posodica med postopkom ne spremeni svoje teže. Zmrzovalna posodica se namreč močno ohladi in na njej kondenzirajo ali celo zmrznejo vodne pare iz okoliške atmosfere. Ta kondenzat na zunanjih stenah posodice je treba takoj obrisati, da se celica med temperiranjem lahko posuši. Kot prikazuje spodnja razpredelnica, je ta postopek popolnoma zadovoljiv.

St.	teža celice v gr pred zmrzovanjem	po temperiranju	razlika v gramih
1	95.43	95.47	0.04
2	95.45	95.48	0.03
3	95.43	95.45	0.02
4	95.46	95.46	0.00
5	95.45	95.47	0.02

Razlike pri tehtanju so v redu velikosti same napake pri tehtanju in jih lahko zanemarimo. Ker je zmrzovalna posodica precej velika in težka in ker ne rabimo izredno natančnega tehtanja, nismo uporabljali za tehtanje analitske tehtnice, ampak avtomatsko tehtnico do 800 gr Mettler K 7 z natančnostjo ± 30 mg, kar za naše namene popolnoma zadostuje. Če spustimo skozi napravo samo 50 l dobro očiščenega plina, se giblje maksimalna napaka zaradi tehtanja okrog $\pm 3 \%$.

Zaradi hitrosti meritve je zaželeno, da bi bil pretok skozi aparaturo čim večji. Tej zahtevi pa nasprotuje kvantitativnost ločitve vode, katrana in prahu, ki je možna le pri relativno nizkih preto-

kih. Pri večjih pretokih, torej pri večjih hitrostih, je kritično ohlajevanje, še bolj pa zadrževanje drobnih kristalčkov ledu, zmrznjenega katrana in prahu v zmrzovalni posodici. Tok plina odnaša te delce v temperirno spiralo in jo lahko celo zamaši. Pri prevelikih pretokih in premočnem hlajenju lahko nastopi zmrzovanje že v vhodni cevi in se ta, zlasti pri surovem plinu, zelo rada zamaši.

pretok l/mm	surovi plin		očičeni plin	
	zmrzoval. posod.	temperirna spirala	zmrzoval. posod.	temperirna spirala
0.5	2.12	0.06	0.79	0.04
1.0	2.18	0.02	0.77	0.01
1.5	2.20	0.01	0.80	0.04
2.0	2.19	0.07	0.77	0.00
2.5	2.04	0.10	0.72	0.06
3.0	1.93	0.29	0.63	0.14
3.5	1.67	0.43	0.51	0.27
4	1.38	0.73	0.50	0.27
4.5	zamašitev	—	0.53	0.28
5	zamašitev	—	0.47	0.31

Iz tabele je razvidno, da je možno delati pri surovem plinu do pretoka 2 l na minuto, pri očičenem pa do 2,5 l na minuto. Pri nadaljnjem delu pa smo zaradi sigurnosti uporabljali le pretoke 1,5 oziroma 2,0 l na minuto. Pri večjih pretokih odnaša plin en del nečistoč v temperirno spiralo, ki bi jo morali v tem primeru tudi tehtati. To pa je precej zamudno in povzroča tudi težave pri temperiranju in sušenju. Poleg tega pa je tudi pri surovem plinu vsota obeh razlik v teži še vedno pre nizka.

Pri odprtem tipu posodice je prišlo pri temperiranju na sobno temperaturo do izgub v teži zaradi izhlapevanja. Zapreti pa posodico ne smemo, ker bi prišlo do porasta pritiska. Zato smo za izenačevanje pritiska napravili poseben kapilarni nastavek s petelinčkom. V tem primeru nismo ugotovili pri temperiranju praktično zaznavnih izgub. Dovodna in odvodna cev je zamašena z zabrušeno kapico.

Naslednja faza postopka je ločitev vode iz celotne mešanice v zmrzovalni posodici. Spredaj opisane metode s filtri uporabljajo za sušenje pri temperaturi 60 do 105°C. Pri sušenju pa ne izpari samo voda, ampak pride tudi do izgub lahko-hlapnega dela katrana kot kislin, alkoholov in drugih lahkih ogljikovodikov. Pri našem načinu dela, torej pri sušenju mešanice nečistoč, izhlapijo tudi zgoraj omenjene snovi in so rezultati za vodo previsoki. Da bi ocenili količino teh primesi v katranu in s tem tudi napako, ki jo zaradi tega napravimo pri določevanju vode, smo v seriji različnih katrov določili procent vode po destilacijski metodi z bencinom. Pri tem moramo pripomniti, da smo vzeli katrane iz zbiralcev, kjer doteka katan, izločen iz generatorskega plina, da bi bil njegov sestav enak sestavu katrana, ki ga izločimo v zmrzovalni posodici. Določeno količino tega katrana smo raz-

pršili v zmrzovalno posodico in jo sušili pri 60 in 105°C. Sušenje oziroma izgubo na teži smo kontrolirali in sušili do konstantne teže. Naslednja tabela prikazuje dobljene rezultate:

Sušenje pri 60°C			Sušenje pri 105°C		
% H ₂ O	gr v %	izguba v rel. %	% H ₂ O	gr v %	izguba v rel. %
0.5	0.519	+ 3.8	0.5	0.542	+ 8.4
0.8	0.834	+ 4.2	0.8	0.862	+ 7.8
1.6	1.66	+ 3.9	1.6	1.73	+ 8.3
2.0	2.09	+ 4.7	2.0	2.18	+ 8.9
2.6	2.71	+ 4.3	2.6	2.83	+ 8.8
3.3	3.46	+ 4.7	3.3	3.62	+ 9.7
3.9	4.09	+ 4.8	3.9	4.34	+ 11.3
4.5	4.72	+ 4.9	4.5	5.09	+ 13.0

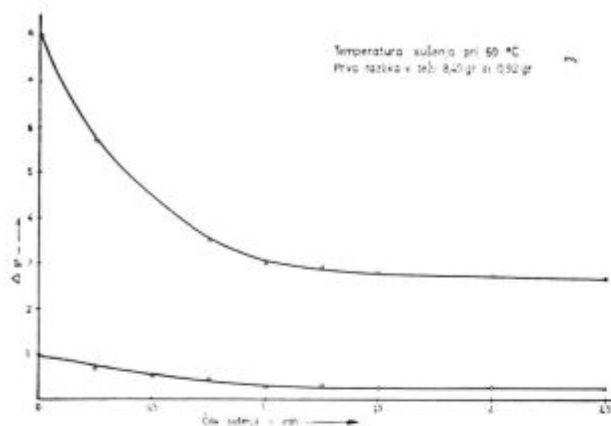
Iz tabele je razvidno, da so iz razlike določene količine vode vedno previsoke zaradi prevelikih razlik v teži. Pri sušenju pride torej tudi do izgub lahkih frakcij katrana. Točnost vrednosti v tabeli ni zelo velika, vendar pa lahko zasledimo naraščanje pozitivne napake v smeri večjega procenta vode v katranu. Morda se lahke frakcije celo destilirajo z nastalo vodno paro. Pri 105°C so izgube skoraj trikrat tako velike kot pri 60°C. Za sušenje je torej bolj priporočljiva temperatura 60°C, čeprav je pozitivna napaka pri 105°C še vedno v mejah praktičnih toleranc. Izgube pri 60°C pa so že v območju napake pri sami meritvi.

V zvezi z določevanjem vode je treba rešiti še eno vprašanje, in sicer vprašanje časa sušenja. Pri vsakem določevanju namreč ne moremo napraviti krivulje, ker bi bilo to prezaudno. Čas za sušenje mora biti dovolj dolg, da sigurno dosežemo konstantno težo, ne sme pa biti predolg, ker pri nadaljnjem dolgotrajnem sušenju katan polagoma razpada in registriramo izgube na teži. Krajši čas sušenja zmanjšuje tudi čas celokupne določitve. Da bi določili čas sušenja, smo vzeli dva primera surovega plina z vrednostmi, ki so blizu maksimalnim oziroma minimalnim vrednostim; za oba primera smo napravili krivuljo sušenja, ki jo prikazuje diagram na sliki št. 3. Iz diagrama vidimo, da v obeh precej skrajnih primerih dosežemo konstantnost teže vsaj približno že po 60 min. sušenja. Preostali del krivulje jasno izraža počasno izgubljanje teže, ki gre po vsej verjetnosti na račun razpadanja katrana. Na podlagi teh poizkusov smo določili pogoje sušenja, in sicer 60 minut pri 60°C.

Zmrzovalna posodica mora biti odprta in postavljena tako, da se para ne more nikjer zadrževati in po ohlajenju ponovno kondenzirati.

Ločitev katrana je sorazmerno enostavna. Uporabljamo že znano metodo z organskimi topili. V našem primeru se je zelo dobro obnesel kar aceton. Ostanek v zmrzovalni posodici stresemo trikrat s po 50 ml acetona pri sobni temperaturi. Katan se raztopi v acetonu, prah pa ostane ne-

raztopljen in ga z acetonom speremo na stehtan filter (beli trak Ø 12,5) in ga temeljito speremo z acetonom. Filter sušimo v sušilniku 1 uro pri 60° C ter ga po ohlادتvi stehtamo. Razlika nam da količino prahu. Če težo tega prahu odštejemo od preostanka v zmrzovalni posodici po sušenju, dobimo težo katrana. Prah lahko tudi sežgemo pri 800° C ter določimo gorljivi in negorljivi del.



Slika 3

Natančnost določevanja

Da bi določili reproducibilnost celokupne metode, smo napravili po pet paralelnih istočasnih meritev s petimi napravami, priključenimi na isti izvor generatorskega plina. Meritve smo napravili za surovi in za očiščen plin. Naslednja tabela prikazuje dobljene rezultate:

Surovi plin

St.	gr vode/Nm ³	gr katrana/Nm ³	gr prahu/Nm ³
1	36,3	13,6	1,7
2	38,5	14,4	1,8
3	39,2	12,9	1,6
4	35,8	13,7	1,9
5	38,0	14,3	1,7
pov.	37,6	13,8	1,7
$\sigma \bar{x}$	0,65	0,27	0,06

ZUSAMMENFASSUNG

Auf Grund der Erfahrungen mit Laboratoriumsapparaturen wurde eine handliche tragbare Apparatur zur Bestimmung von Wasser, Teer und Staub im Generatorgas im gesamten notwendigen Bereich konstruiert. Die Apparatur arbeitet nach der Methode von Tiefkühlung und der nachträglichen progressiven Trennung. Das Wasser trennen wir mittels Trocknung 1 Stunde bei 60° C, Teer mittels organischer Lösungsmittel und Staub durch Filtrierung der Teerlösung. Mit Rücksicht auf die notwendige Gasmenge und Durchfluss von 1–2 l/Min. dauert die Gasentnahme und Einfrierung 30 bis 60 Minuten, die Gesamtbestimmung der einzelnen Probe aber 4–5 Stunden.

Die Abweichung bewegt sich im Bereich von ± 10 bis $\pm 20\%$, die mittlere Abweichung des Mittelwertes aber zwischen 0,06 bis 0,65.

Očiščen plin

St.	gr vode/Nm ³	gr katrana/Nm ³	gr prahu/Nm ³
1	15,0	0,42	—
2	15,7	0,50	—
3	16,5	0,44	—
4	17,1	0,49	—
5	16,0	0,52	—
pov.	16,1	0,47	—
$\sigma \bar{x}$	0,35	0,19	—

Iz tabele je razvidno, da je povprečno procentno odstopanje metode nekako okrog $\pm 10\%$, kar je za potrebno kontrolo generatorskega plina več kot dovolj. Odstopanje narašča od vode preko katrana do prahu, kar je povsem razumljivo iz dveh razlogov: v isti smeri se namreč zmanjšuje zatehta in s tem natančnost, obenem pa se napake pri predhodni določitvi prenesejo oziroma seštevajo pri naslednji določitvi. Se bolje se vidi te ugotovitve pri srednjem odstopanju srednje vrednosti, ki znaša povprečno $\sigma \bar{x} = 0,30$. Za popolno razumevanje tabele moramo pojasniti, da so bile navedene vrednosti določene v 100 l generatorskega plina, kar pa traja pri tako nizkih pretokih zelo dolgo. V praksi se bomo morali omejiti vsaj na polovico manjši čas, kar bo seveda znižalo zatehto in nekoliko povečalo napako določevanja, ne bo pa bistveno vplivalo na uporabnost metode. V principu je aparatura uporabna tudi za določevanje vlage ter primesi olja in trdnih delcev v ostalih tehničnih plinih.

Literatura

1. E. G. Graf: TECHNOLOGIE DER BRENNSTOFFE, Verlag Franz Deuticke — Wien 1955
2. C. Zerbe: MINERALÖLE UND VERWANDTE PRODUKTE, Springer Verlag — Berlin 1952
3. M. P. Malkov, K. F. Pavlov: SPRAVOCNIK PO GLUBOKOMU OHLAZDENIJU, OKIZ-Gostehizdat Moskva, Leningrad 1947
4. Z. D. Protič: HEMISKA TEHNOLOGIJA GORIVA, Industrijska knjiga, Beograd 1949
5. M. B. Kontorov: GAZOGENERATORI I GAZOGENERATORNI STANCIJE U METALURGIJSKOJ PROMISLENOSTI, Sverdlovsk 1958

SUMMARY

On the basis of experiences with laboratory equipment handy portable apparatus was designed for water, tar and powder determination in producer gas. Apparatus is functioning upon principle of deep freeze and later fractional separation. Water is separated by 1 hour drying at 60° C, tar by organic solvents and powder by filtration of tar solution.

Depending on needed gas, flow rates are between 1–2 l/min and freezing time between 30–60 minute, time for complete determination of one sample 4–5 hour. Deviations are in the range of $\pm 10\%$ — $\pm 20\%$ and average deviation of mean value from 0,06 to 0,65.