

Combustión de Biomasa - Laboratorio 2018

Humedad Total y Análisis Próximo

1. Objetivo

Dada una biomasa a estudiar, se determinará su humedad total y se realizará el análisis próximo de la misma.

2. Normas de referencia

- Determinación del contenido de Humedad Total - Parte 1: Método de referencia - ISO 18134-1:2015
- Determinación del contenido de Humedad Total - Parte 2: Método simplificado - ISO 18134-2:2015
- Determinación del contenido de Humedad - Parte 3: Humedad de la muestra para análisis general - ISO 18134-3:2015
- Determinación del contenido de ceniza - ISO 18122:2015
- Determinación del contenido en materia volátil - ISO 18123:2015

3. Humedad Total

Se consideran las especificaciones realizadas en las normas ISO 18134-1:2015 y ISO 18134-2:2015 para la determinación del contenido total de humedad de una muestra de biocombustible sólido, mediante el secado en estufa. Dicho contenido de humedad es determinado en base total y se calcula a partir de la pérdida de masa de la porción de ensayo.

3.1. Especificaciones

- Para la selección de la muestra a emplear se debe tener en cuenta las normas EN 14778 y EN 14780 (*Muestreo y Preparación de muestras*, respectivamente).
- El tamaño nominal superior¹ de la porción de ensayo debe ser menor a $31,5\text{mm}$ (siempre que sea posible hacerlo sin perder una cantidad considerable de humedad).
- La masa de porción de combustible a ensayar debe ser superior a 300g ² y se debe contar con una estufa de secado capaz de controlar la temperatura en un rango de $105 \pm 2^\circ\text{C}$
- Se define masa constante como una variación del peso que no exceda del 0,2% absoluto de la masa inicial de la porción de ensayo, durante un periodo de calentamiento de 60 minutos.
- Para evitar pérdidas innecesarias de compuestos volátiles, el tiempo de secado, generalmente, no debería exceder las 24 hs.

3.2. Procedimiento

1. Se pesa una bandeja de secado vacía con una aproximación de $0,1\text{g}$.
2. Se distribuye de forma homogénea la porción de biomasa a ensayar sobre la bandeja fría³, y se pesa todo con aproximación de $0,1\text{g}$.
3. Se coloca la bandeja con la porción de ensayo en la estufa a temperatura controlada de $105 \pm 2^\circ\text{C}$.
4. Luego de 60 minutos se retira la bandeja de la estufa y se pesa estando ésta aún caliente, con aproximación de $0,1\text{g}$. Esto se debe realizar en un intervalo entre 10s y 15s para evitar la absorción de humedad.
5. Se repiten los ítems 3 y 4 hasta alcanzar una masa constante, según se definió en la Sección 3.1

¹Tamaño nominal superior: Apertura de malla del tamiz a través de la cual pasa al menos el 95% de la masa del material

²Para biocombustibles sólidos de partículas finas, la porción de ensayo se puede reducir a 200g o 100g , si se usa una balanza capaz de leer con una aproximación de $0,01\text{g}$.

³En el caso de que permanezca humedad en las superficies interiores del embalaje en que estaba contenida la biomasa, se agita el mismo para permitir que el material reabsorba la humedad antes de vaciarlo.

3.3. Cálculo

La determinación del contenido de humedad se debe efectuar por duplicado y el resultado debe expresarse en base húmeda.

Se debe corregir la flotabilidad de la bandeja debido a que se realizan las pesadas con ésta en caliente⁴. Para esto se debe pesar solo la bandeja a emplear (u otra idéntica) a temperatura ambiente (m_{ba}) y a la temperatura del ensayo (m_{bc}), y restar la diferencia.

Mediante la Ecuación 1 se expresa el cálculo a realizar, donde; m_1 es la masa de la bandeja empleada, vacía y a temperatura ambiente, m_2 es la masa de la bandeja con la porción de ensayo antes del secado, m_3 es la masa final de la bandeja con la porción de ensayo luego del secado (pesada aún caliente).

$$W_{BT}(\%) = \frac{(m_2 - m_3) - (m_{ba} - m_{bc})}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (1)$$

4. Análisis Próximo

Las muestras de ensayo deben obtenerse de acuerdo con la Norma EN 14778 (*Muestreo*) y deben recibirse en el laboratorio en bolsas o recipientes herméticos cerrados. Una porción de ensayo debe prepararse de acuerdo con la Norma EN 14780 (*Preparación de muestras*) y el tamaño nominal superior reducirse a menos de 1 mm.

Antes de empezar con la determinación, se mezcla la muestra de análisis en su recipiente, preferiblemente por medios mecánicos, para asegurar una muestra bien mezclada.

4.1. Humedad de la muestra

Debido a que los biocombustibles de tamaño de partícula pequeño son muy higroscópicos, su contenido en humedad varia con el cambio de humedad de la atmósfera y por lo tanto, es necesario determinar la humedad de la muestra simultáneamente con las otras propiedades a determinar, como por ejemplo el poder calorífico. Para la determinación de la humedad de la muestra de ensayo se sigue la norma ISO 18134-3:2015.

Para esta determinación, la porción a ensayar de biomasa es secada en una atmósfera de aire⁵ hasta que se alcance masa constante y el porcentaje de humedad se calcula a partir de la pérdida de masa de la porción ensayada.

⁴El método simplificado no considera el efecto de flotabilidad.

⁵Si el material es susceptible a oxidarse a la temperatura del ensayo, el secado debe hacerse en atmósfera de nitrógeno según la norma ISO 11722

4.1.1. Especificaciones

- La masa de la porción a ensayar debe ser como mínimo de $1g$.
- El crisol a emplear debe ser de material no corrosible, resistente al calor y de una dimensión tal que la capa de la porción de ensayo sobre el mismo, no supere los $0,2g/cm^2$. Debe contar con una tapa que ajuste bien.
- Se define masa constante como un cambio menor a $1mg$ en masa durante un período de calentamiento de 60 minutos.
- Es necesario contar con un desecador con desecante para minimizar la absorción de humedad de la atmósfera por la muestra de ensayo.

4.1.2. Procedimiento

Nota: se puede realizar el procedimiento con varias muestras a la vez, siendo necesario determinar el contenido de humedad como mínimo por duplicado.

1. Se seca a $105 \pm 2^\circ C$ un crisol vacío con su tapa (destapado) hasta obtener masa constante y se enfría en un desecador.
2. Se pesa el crisol y su tapa con una aproximación de $0,1mg$.
3. Se añade al crisol $1g$ como mínimo de la porción a ensayar, formando una capa uniforme, y se pesa con la tapa con una aproximación de $0,1mg$.
4. Se coloca el crisol (sin tapar) y su tapa, en una estufa con temperatura controlada a $105 \pm 2^\circ C$ por 60 minutos.
5. Se retira el crisol de la estufa, habiéndolo tapado previamente, y se lo deposita en el desecador hasta que alcance temperatura ambiente.
6. Se pesa el crisol y su contenido, con la tapa, con aproximación de $0,1mg$.
7. Se repiten los Puntos 4, 5 y 6 hasta alcanzar masa constante, según se define en la Sección 4.1.1. Se permite un tiempo total de secado de hasta 3 horas.

4.1.3. Cálculo

El contenido de humedad W_m de la muestra ensayada, se calcula como porcentaje en base a la masa húmeda inicial, según la Ecuación 2, donde m_1 es la masa del crisol vacío y su tapa, m_2 es la masa del crisol con su tapa y la porción de ensayo

antes del secado y m_3 es la masa del crisol con su tapa y la porción de ensayo luego del secado.

$$W_m(\%) = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (2)$$

El valor promedio de la humedad calculada para las distintas muestras se redondea al 0,1 %. El resultado de determinaciones duplicadas, llevados a cabo en el mismo laboratorio, por el mismo operario, con el mismo equipo, sobre porciones representativas de la muestra de análisis, pesadas a la vez, no debe variar más del 0,2 % absoluto.

4.2. Contenido de Cenizas

El contenido de cenizas se determina a partir de la masa del residuo que permanece después de que la muestra se calienta bajo condiciones controladas de tiempo, peso de la muestra y a una temperatura controlada de $550 \pm 10^\circ C$. Dicho procedimiento sigue lo descrito en la norma ISO 18122:2015.

La determinación del contenido de cenizas se realiza a partir de una porción de ensayo sobre la que ya se ha determinado su humedad, según lo descrito en la Sección 4.1, y se la ha mantenido tapada en un desecador.

4.2.1. Especificaciones

- La masa de la porción a ensayar debe ser como mínimo de 1g. Si se presume un contenido de cenizas muy bajo se puede aumentar la porción de ensayo (junto con un crisol de mayor tamaño).
- Al igual que lo descrito en la Sección 4.1.1, se debe contar con crisoles con tapa y desecador adecuados.

4.2.2. Procedimiento

Nota: se puede realizar el procedimiento con varias muestras a la vez, siendo necesario determinar el contenido de cenizas como mínimo por duplicado.

1. Se coloca el crisol con la porción de ensayo, tapado, en el horno frío.
2. Se eleva la temperatura del horno hasta $250^\circ C$ con una rampa de $5^\circ C/min$. Una vez alcanzada dicha temperatura se la mantiene por 60 minutos.
3. Luego se sigue elevando la temperatura hasta $550 \pm 10^\circ C$ con una rampa de $10^\circ C/min$, y se mantiene a dicha temperatura por al menos 120 minutos.

4. Se saca el crisol tapado del horno y se lo deja enfriar sobre una superficie resistente al calor entre 5 minutos y 10 minutos. Luego se lo pasa a un desecador con desecante y se deja enfriar a temperatura ambiente.
5. Una vez alcanzada la temperatura ambiente, se pesa el crisol tapado con una aproximación de $0,1\text{mg}$.

Obs: Si existe alguna sospecha de que la combustión no ha sido completa (por ejemplo, presencia de hollín en la inspección visual), se vuelve a introducir el crisol al horno a 550°C , durante periodos adicionales de 30 minutos hasta que el cambio de masa sea menor a $0,5\text{mg}$.

4.2.3. Cálculo

El contenido de cenizas en base seca (*Ash*), expresado en porcentaje se calcula según la Ecuación 3, donde m_1 es la masa del crisol vacío y su tapa, m_2 es la masa del crisol con la porción ensayada seca y su tapa, y m_3 es la masa del crisol con la ceniza y su tapa.

$$Ash(\%) = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (3)$$

El valor medio se debe redondear con una aproximación del $0,1\%$.

4.3. Contenido de Volátiles

La materia volátil se determina mediante la pérdida de masa, cuando se calienta el biocombustible sólido sin contacto con el aire bajo condiciones normalizadas. Para evitar la oxidación también es esencial que el biocombustible sólido no esté en contacto con el aire durante el calentamiento, por lo que el ajuste de la tapa del crisol es fundamental. Dicha determinación se desarrolla según la norma ISO 18123:2015.

La determinación del contenido en materia volátil se realiza a partir de una porción de ensayo sobre la que ya se ha determinado su humedad, según lo descrito en la Sección 4.1, y se la ha mantenido tapada en un desecador.

4.3.1. Especificaciones

- La masa de la porción a ensayar debe ser como mínimo de 1g .
- El crisol debe ser cilíndrico con una tapa que ajuste bien, ambos de sílice fundido. La tapa debe encajar por el lado interno del crisol.
- Se requiere un desecador con un desecante apropiado para prevenir la absorción de humedad de la atmósfera por la porción de ensayo.

- El horno se debe calentar hasta obtener una temperatura uniforme de $900 \pm 10^\circ C$.

4.3.2. Procedimiento

1. Se coloca el crisol con la porción de biomasa a ensayar, tapado, en el horno a $900 \pm 10^\circ C$ por $7min \pm 5s$.

Nota: Una vez introducido el crisol al horno y cerrado el mismo, se debe volver a alcanzar la misma temperatura ($900 \pm 10^\circ C$) antes de transcurridos 4 minutos.

2. Se saca el crisol tapado del horno, se lo localiza sobre una superficie resistente térmicamente y se lo deja enfriar entre 5 y 10 minutos.
3. Se coloca el crisol en un desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
4. Una vez frío, se pesa el crisol con una aproximación de $0,1mg$.

4.3.3. Cálculo

El contenido de materia volátil, expresado como porcentaje de masa en base seca, se calcula mediante la Ecuación 4, donde m_1 es la masa del crisol vacío y su tapa, m_2 es la masa del crisol con la porción de ensayo seca antes del calentamiento y su tapa, m_3 es la masa del crisol con el residuo después del calentamiento y su tapa, y W_m es el porcentaje de humedad de la muestra determinado según la Sección 4.1.

$$V(\%) = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (4)$$

El valor medio de los ensayos realizados se debe redondear con una aproximación del $0,1\%$.

4.4. Carbono Fijo

El carbono fijo de la biomasa ensayada, expresado como porcentaje en base seca, se calcula por diferencia de las restantes determinaciones ya realizadas, según se muestra en la Ecuación 5.

$$C(\%) = 100 - \left[\frac{W_m(\%)}{100 - W_m(\%)} + Ash(\%) + V(\%) \right] \quad (5)$$