

Combustión de Biomasa 2024

Laboratorio: Análisis Próximo

1. Objetivo

Dada una biomasa a estudiar, se determinará el contenido de carbono fijo, volátiles y cenizas mediante el análisis próximo.

2. Normas de referencia

- 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. 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.

3.1. Humedad de la muestra

Debido a que los biocombustibles de tamaño de partícula pequeño son muy higroscópicos, su contenido en humedad varía 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 aire¹ hasta que se alcance masa constante y el porcentaje de humedad se calcula a partir de la pérdida de masa de la porción ensayada.

3.1.1. 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.

3.1.2. 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 3.1.1. Se permite un tiempo total de secado de hasta 3 horas.

¹Si el material es susceptible a oxidarse a la temperatura del ensayo, el secado debe hacerse en atmósfera de nitrógeno según la norma ISO 11722

3.1.3. 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 1, 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.

$$W_m(\%) = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \quad (1)$$

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.

3.2. 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 3.1, y se la ha mantenido tapada en un desecador.

3.2.1. 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 3.1.1, se debe contar con crisoles con tapa y desecador adecuados.

3.2.2. 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 $0,1mg$.

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 $550^{\circ}C$, durante periodos adicionales de 30 minutos hasta que el cambio de masa sea menor a $0,5mg$.

3.2.3. Cálculo

El contenido de cenizas en base seca (*Ash*), expresado en porcentaje se calcula según la Ecuación 2, 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.

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

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

3.3. 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 3.1, y se la ha mantenido tapada en un desecador.

3.3.1. 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 $900 \pm 10^{\circ}C$.

3.3.2. 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.

3.3.3. Cálculo

El contenido de materia volátil, expresado como porcentaje de masa en base seca, se calcula mediante 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 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 3.1.

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

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

3.4. 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 4.

$$C(\%) = 100 - \left[\frac{W_m(\%)}{100 - W_m(\%)} + Ash(\%) + V(\%) \right] \quad (4)$$