



Záverečná správa projektu IPA

Doba riešenia	jún 2014 – január 2015
Registračné číslo projektu	12/2014
Dátum prijatia správy na VVČ (vyplní IPA)	

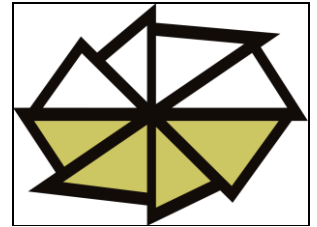
Názov projektu	Posúdenie noriem <i>STN ISO 1171</i> a <i>STN EN 14775</i> z hľadiska kvantifikácie popola v biopalivách
-----------------------	--

Vedúci projektu

Priezvisko, meno, tituly: Pňakovič, Ľubomír, Ing Telefónne číslo a e-mail: 0915 619 995, l.pnakovic@gmail.com	Potvrdzujem správnosť údajov v správe Dátum a podpis vedúceho projektu:
--	---

Spoluriešitelia

Prof. Ing. Ladislav Dzurenda, PhD Ing. Lukáš Ridzik Ing. Adrian Banski, PhD Ing. Richard Kminiak, PhD
--



Výsledky riešenia projektu

- a.) spôsob, metódy a priebeh riešenia
- b.) dosiahnuté výsledky a porovnanie s cieľmi projektu
- c.) uplatnenie výsledkov a ich prínos v riešenej problematike



Projekt IPA TZVO 12/2014 bol zameraný na posúdenie vhodnosti aplikácie normy *STN ISO 1171:2003 Tuhé palivá – Stanovenie popola* a *STN EN 14775:2010 Tuhé biopalivá – Stanovenie obsahu popola* pre objektívne stanovenie podielu popola z biopalív – dreva a kôry. Uvedené normy sa od seba odlišujú tak v **teplote** termického rozkladu paliva, ako aj v **teplote** žihania neprchavej horľaviny paliva.

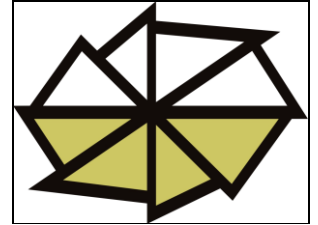
Na laboratórne práce kvantifikácie produkcie popola bolo použité biopalivo – drevo a kôra rýchlorastúcich drevín (*Robinia pseudoacacia L.* a *Salix viminalis L.*) a pre porovnanie aj drevo a kôra tvrdej listnatej (*Fagus sylvatica L.*) a ihličnatej dreviny (*Picea abies (L) Karst.*). Spaľovanie vzoriek dreva a kôry prebiehalo v muflovej peci LAC LMH 04/12 na základe platných noriem *EN 14775:2003* ($t = 815 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$) a *ISO 1171:2010* ($t = 550 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$), v laboratóriu Katedry obrábania dreva, Drevárskej fakulty, Technickej univerzity vo Zvolene.

a.) spôsob, metódy a priebeh riešenia

1) Stanovenie podielu popola z jednotlivých komponentov biopaliva podľa *ISO 1171:2003*

Stanovenie podielu popola z biopaliva – drevo a kôra sa vykonávalo podľa IMP - 1A - 2010 (Interný metodický postup pre stanovenie obsahu popola), ktorý je v súlade s *STN ISO 1171:2003 Tuhé palivá – Stanovenie popola*.

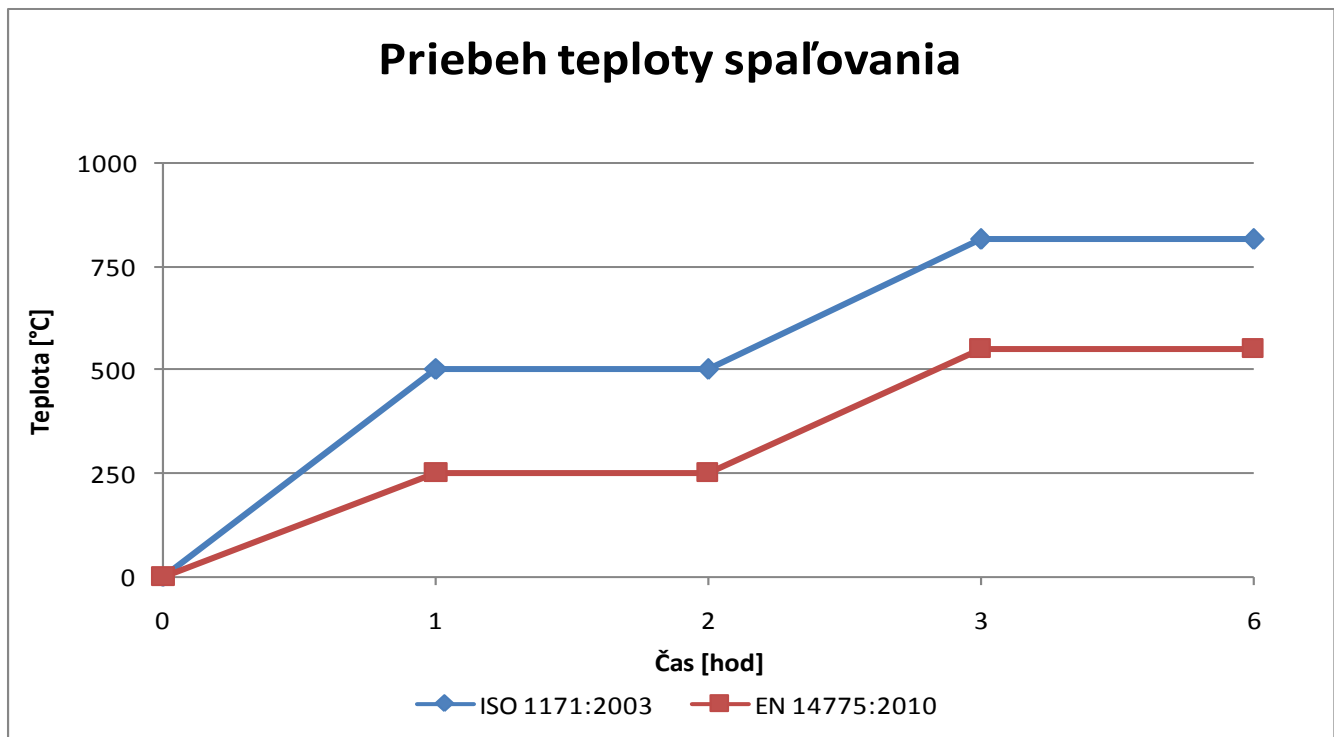
Pri laboratórných prácach sa vzorka biopaliva nahriala na teplotu $t = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ a žihala pri tejto teplote po dobu 60 minút. Následne sa zvýšila teplota na hodnotu $t = 815 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ a pri tejto teplote pokračovalo žihanie po dobu 360 minút. Po ochladení na teplotu okolia $t = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ sa miska s popolom zväžila s presnosťou na 0,1 mg.



2) Stanovenie podielu popola z jednotlivých komponentov biopaliva podľa EN 14775:2010

Stanovenie podielu popola z biopaliva – drevo a kôra sa vykonávalo podľa IMP - 1B - 2014 (Interný metodický postup pre stanovenie obsahu popola), ktorý je v súlade s *STN EN 14775:2010 Tuhé biopalivá – Stanovenie obsahu popola*.

Vzorka biopaliva sa pri laboratórnych prácach ohrievala rýchlosťou 4,5 °C/min, t.j. počas 50 min. na teplotu 250 °C a žihala pri tejto teplote po dobu 60 minút, kvôli uvoľneniu prchavých látok zo vzorky. Následne sa zvýšila teplota na 550 ± 10 °C (to znamená rýchlosť ohrievania je 10 °C/min) a žihanie pri tejto teplote prebiehalo po dobu 360 minút. Po ochladení na teplotu $t = 25$ °C sa miska s popolom zvažila s presnosťou na 0,1 mg.



Obr. 1 Porovnanie priebehu teploty spaľovania v muflovej peci podľa a ISO 1171 a EN 14775

**3) Výpočet podielu popola a štandardnej neistoty typu A - U_A**

Podiel popola pripadajúci na sušinu biopaliva A^d z analyzovanej vzorky, vyjadrený v hmotnostných percentách sa následne vypočítal podľa rovnice č. 1:

$$A^d = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} * 100 \quad [\%] \quad (1)$$

- kde: A_d – podiel popola [%],
m₁ – hmotnosť prázdnej misky [g],
m₂ – hmotnosť misky so skúšobnou vzorkou [g],
m₃ – hmotnosť misky s popolom [g].

Výpočet štandardnej neistoty merania typu U_A na hranici štatistickej spoľahlivosti 95 % kvantifikuje rovnica č. 2:

$$U_A = k \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n \cdot (n-1)}} \quad [\%] \quad (2)$$

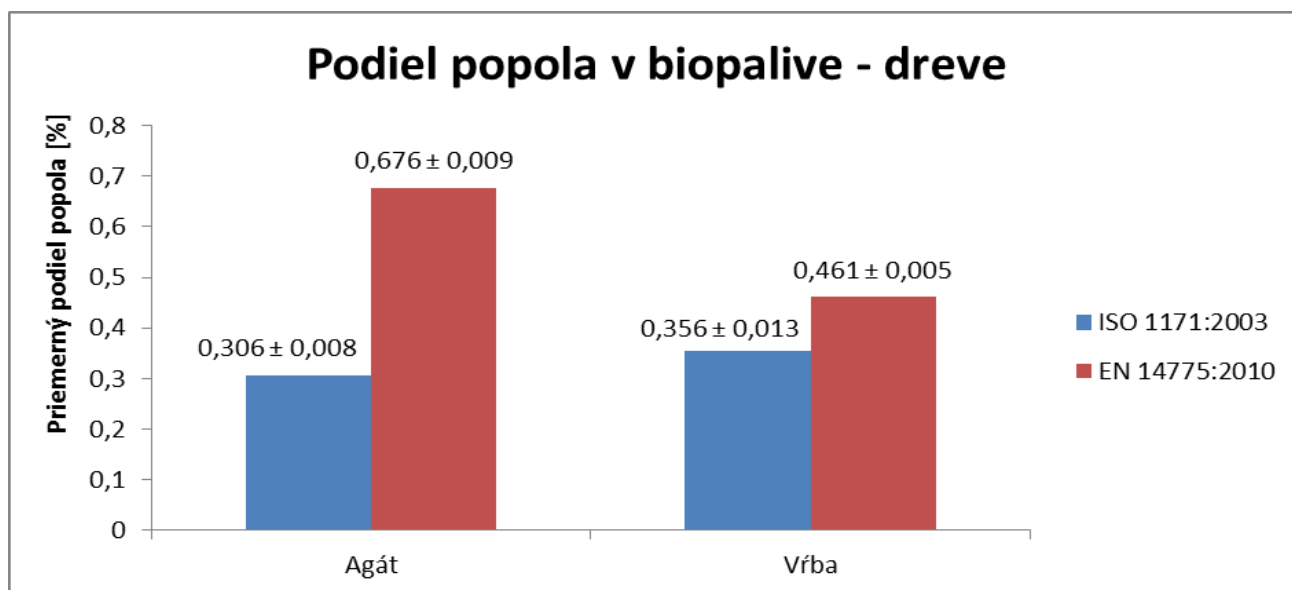
- kde: U_A – štandardná neistota typu A,
k – koeficient závislý na počte opakovaných meraní,
y – meraná veličina,
 \bar{y} – výberový priemer,
n – namerané hodnoty.

Výsledná hodnota podielu popola z analyzovaných vzoriek biopaliva – dreva a kôry jednotlivých drevín bola stanovená formou matematického zápisu: A^d = $\overline{A^d} \pm U_A$, t.j. priemernej hodnoty podielu popola $\overline{A^d}$ a štandardnej neistoty merania typu U_A, príklad stanovenia podielu popola je uvedený v prílohe 1.

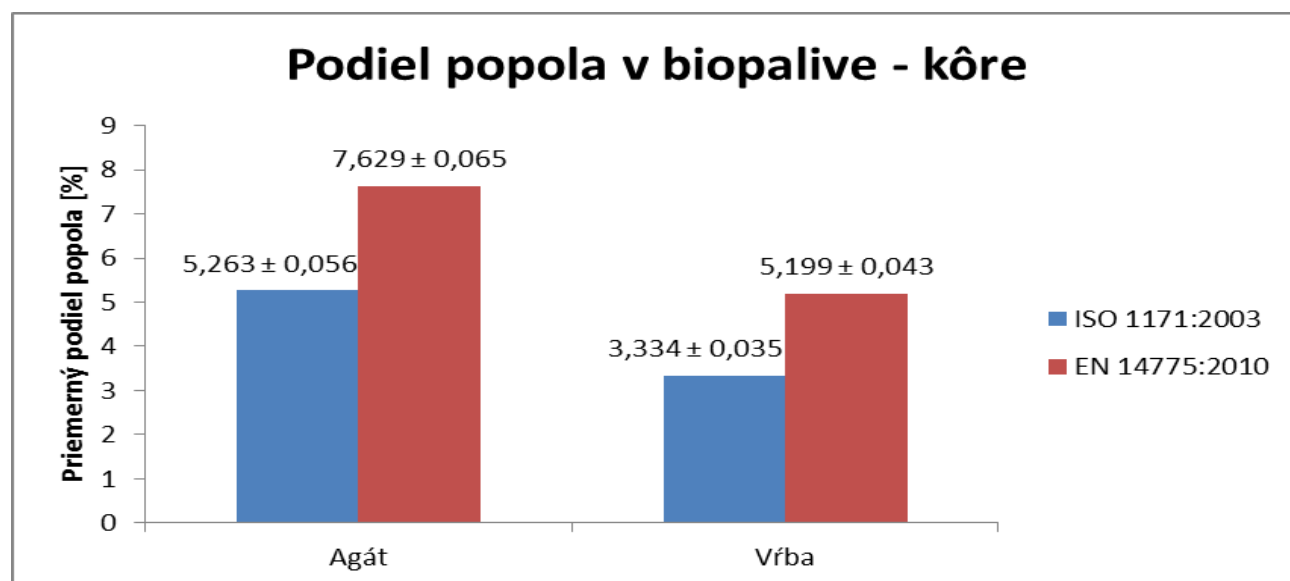


b.) dosiahnuté výsledky a porovnanie s cieľmi projektu

Výsledný priemerný podiel popola vo vzorkách analyzovaného biopaliva – dreva a kôry rýchlorastúcich drevín *Robinia pseudoacacia L.* a *Salix viminalis L.* podľa *ISO 1171:2003* a *EN 14775:2010* uvádza obr. 2 a 3.



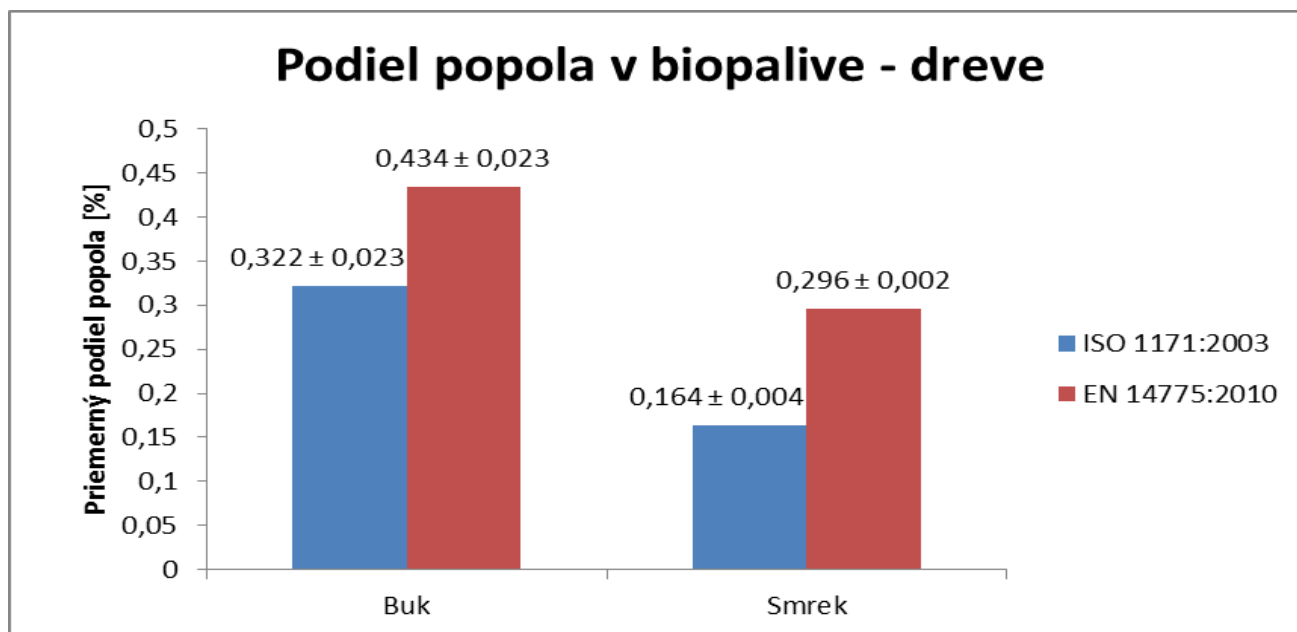
Obr. 2 Priemerný podiel popola z procesu žihania dreva analyzovaných RRD pri teplote $t = 815 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (*ISO 1171:2003*) a $t = 550 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (*EN 14775:2010*)



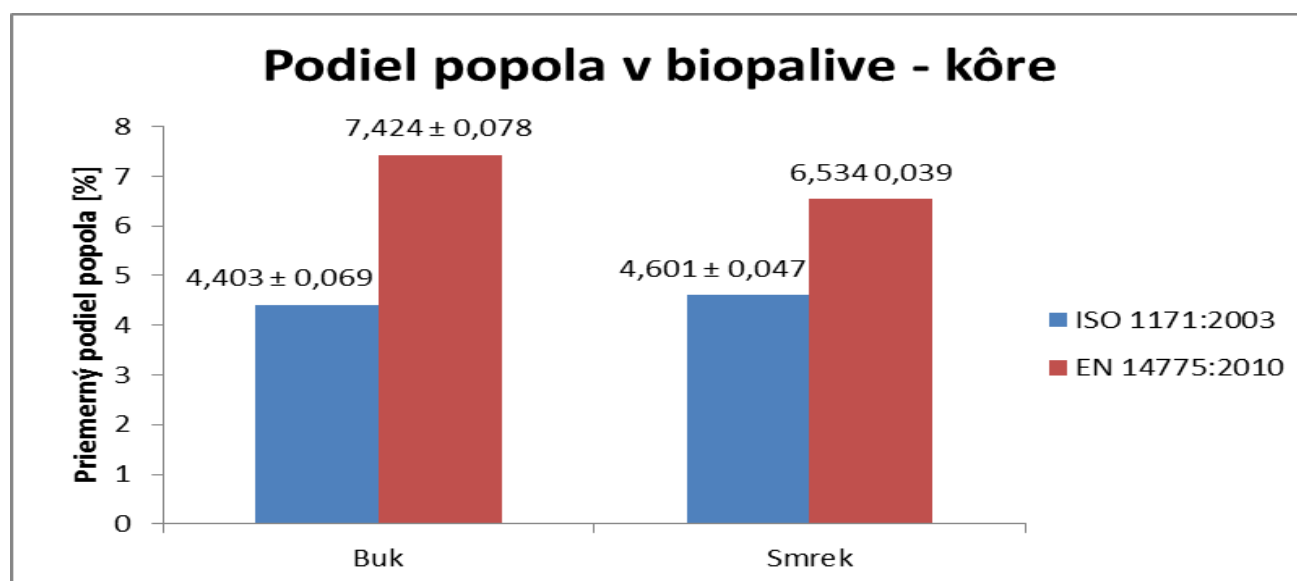
Obr. 3 Priemerný podiel popola z procesu žihania kôry analyzovaných RRD pri teplote $t = 815 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (*ISO 1171:2003*) a $t = 550 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (*EN 14775:2010*)



Priemerný podiel popola vo vzorkách analyzovaného biopaliva – dreva a kôry tvrdej listnatej dreviny *Fagus sylvatica* L. a ihličnatej dreviny *Picea abies* (L) Karst. podľa ISO 1171:2003 a EN 14775:2010 uvádza obr. 4 a 5.



Obr. 4 Priemerný podiel popola z procesu žihania dreva analyzovaných drevín pri teplote $t = 815 \pm 10$ °C (ISO 1171:2003) a $t = 550 \pm 10$ °C (EN 14775:2010)



Obr. 5 Priemerný podiel popola z procesu žihania kôry analyzovaných drevín pri teplote $t = 815 \pm 10$ °C (ISO 1171:2003) a $t = 550 \pm 10$ °C (EN 14775:2010)



Relatívnu mieru zvýšenia podielu popola z procesu žihania dendromasy pri teplote $t = 550 \pm 10$ °C a teplote žihania $t = 815 \pm 10$ °C analyzovaných drevín dreva a kôry, stanovenú podľa rovnice (3), uvádza tab. 1.

$$\Delta A^d = \frac{A_{t=550}^d - A_{t=815}^d}{A_{t=550}^d} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3)$$

kde: $A_{t=550}^d$ – podiel popola zo žihania dendromasy pri teplote $t = 550 \pm 10$ °C, [%]

$A_{t=815}^d$ – podiel popola zo žihania dendromasy pri teplote $t = 815 \pm 10$ °C, [%]

Tab. 1 Relatívna miera vzrastu podielu popola stanoveného podľa noriem *EN 14775:(2010)* a *ISO 1171:(2003)*

Derivna	Relatívna miera vzrastu podielu popola ΔA^d [%] stanoveného podľa <i>EN 14775:(2010)</i> a <i>ISO 1171:(2003)</i>	
	Drevo	Kôra
<i>Robinia pseudoacacia L.</i>	54,70	31,01
<i>Salix viminalis L.</i>	22,86	35,85
<i>Fagus sylvatica L.</i>	25,81	40,68
<i>Picea abies (L) Karst.</i>	44,59	29,58

Z vykonaných experimentálnych meraní stanovenia podielu popola z biopaliva – drevo a kôra podľa *EN 14775*, resp. *ISO 1171* plyní rozdielnosť produkcie popola. Produkcia popola pri teplote žihania biopaliva $t = 550 \pm 10$ °C (*EN 14775:2010*) je **vyššia**, než pri teplote žihania dreva tej istej dreviny pri teplote $t = 815 \pm 10$ °C (*ISO 1171:2003*).

c.) uplatnenie výsledkov a ich prínos v riešenej problematike

Prínosom tejto práce je objektivizácia informácií o podiele popola vytvoreného v procese spaľovania biopaliva – dreva a kôry z rýchlorastúcich drevín *Robinia pseudoacacia L.*, *Salix viminalis L.* a tvrdej listnatej dreviny *Fagus sylvatica L.* a ihličnatej dreviny *Picea abies (L) Karst.*

Relatívna miera zvýšenia podielu popola stanoveného podľa normy *EN 14775:2010* v porovnaní s *ISO 1171:2003* je vyššia u dreva dreviny *Robinia pseudoacacia L.* o $\Delta A^d = 54,70$ % a u kôry 31,01 %, u dreva dreviny *Salix viminalis L.* o $\Delta A^d = 22,86$ % a u kôry 35,85 %. Pre tvrdú listnatú drevinu *Fagus sylvatica L.* je to u dreva o $\Delta A^d = 25,81$ % a u kôry $\Delta A^d = 40,68$ %. U ihličnatej dreviny *Picea abies (L) Karst.* je to pri dreve o $\Delta A^d = 44,59$ % a u kôry $\Delta A^d = 29,58$ %.



Transformáciou popoloviny z dreva pri jeho zahrievaní (v teplotnom intervale 500 – 1400 °C) sa zaoberali Misra *et al.* (1993), Olanders, Steenari (1994) v 3 druhoch drevín (*Populus tremula* Micx., *Quercus alba* L., *Pinus ponderosa* Dougl. Ex P. et C. Laws.). Závislosť úbytku hmotnosti popola ako funkcia teploty bola sledovaná termogravimetrickou analýzou pri teplotách 600, 800, 1000, 1200 a 1400 °C. Prvý úbytok hmoty popola pri teplote 200 °C spôsobilo odparenie vody. Výrazný úbytok hmoty popola začína pri teplote okolo 600 °C a vzniká z dôvodu rozkladu uhličitanov vápnika, horčíka a draslíka, pričom vzniká oxid uhličitý a oxidy jednotlivých prvkov. Obidva oxidy sú pri tejto teplote v plynnom stave a prchajú. Pôvodná hmotnosť popola, ktorý bol pripravený spálením drevnej biomasy pri teplote 500 °C, poklesla v priemere o 22,9 až 47,8 % po jeho zahriatí na 1300 °C a to v závislosti od druhu dreveniny.

Na základe vykonaných analýz, pre objektivizáciu informácií o podiele popola vytvoreného v procese spaľovania biopaliva - dreva a kôry, by sa malo zohľadňovať použitie tej ktorej normy pre stanovenie podielu popola v závislosti na teplote v kúrenisku energetického zariadenia. Nerešpektovanie uvedenej skutočnosti môže byť zdrojom omylov pri energetických, environmentálnych a ekologických analýzach a bilanciách dendromasy z aspektu produkcie popola (Dzurenda, Pňakovič 2014).

Nakoľko sa pri spaľovaní dendromasy v energetickom priemysle využívajú roštové kúreniská, kde teplota horenia dosahuje hodnotu v rozmedzí 700 až 1100 °C, je pre stanovenie obsahu popola v biopalive vhodné použiť metodiku vychádzajúcu z normy *ISO 1171:2003*.

Použitá literatúra

1. BUČKO, J., OSVALD, A. 1997. Rozklad dreva teplom a ohňom. Zvolen : TU vo Zvolene, 100 s.
2. DZURENDA, L. 2005. Spaľovanie dreva a kôry. Zvolen: Technická univerzita vo Zvolene, 2005. 124 s. ISBN 80-228-1555-1
3. DZURENDA, L. – PŇAKOVIČ, Ľ. 2014. Quantify the ash content of biofuel – wood according to *ISO (2003)* and *EN 14775 (2010)*. *Annals of Warsaw University of Life Sciences – SGGW*, 2014. zv. No. 86, ISSN 1898-5912
4. MISRA, M. K. - RAGLAND K. W. - BAKER, A. J. 1994. Wood ash composition as a function of furnace temperature. *Biomass and Bioenergy*, 4(2), p. 103 – 116.



5. OLANDERS, B. – STEENARI, B. 1994. Charakterization of ashes from wood and straw. Biomass and Bioenergy, 8 (2), p. 105 – 115
6. OTEPKA, P., TÓTHOVÁ, S. 2011. Vlastnosti drevného popola a možnosti jeho využitia pri pestovaní energetických rastlín. Bratislava, 31 s.
7. EN 14775:2010 Tuhé biopaliva - Stanovenie obsahu popola
8. ISO 1171:2003 Tuhé palivá - Stanovenie popola



Zoznam výstupov, ktoré vznikli na základe výsledkov projektu

- a) publikované výstupy
- b) zoznam výstupov odovzdaných do tlače v roku 2014
- c) iné výstupy

Publikačnú činnosť vykázat' v súlade s Organizačnou smernicou č. 7/2013 o bibliografickej registrácii a kategorizácii publikačnej činnosti, umeleckej činnosti a ohlasov na TU vo Zvolene.

Separáty publikačných výstupov tvoria prílohu záverečnej správy. V publikácii musí byť uvedené pod'akovanie IPA.



a) Zoznam výstupov, ktoré vznikli na základe výsledkov projektu publikované výstupy

1. Dzurenda, L. – Pňakovič, Ľ. [2014]: Quantify the ash content of biofuel – wood according to *ISO (2003)* and *EN 14775 (2010)*. *Annals of Warsaw University of Life Sciences – SGGW*, 2014. zv. No. 86, ISSN 1898-5912
2. Pňakovič, Ľ. [2014]: Posúdenie noriem *STN ISO 1171* a *STN EN 14775* z hľadiska kvantifikácie popola v biopalivách. *Alternatívne zdroje energie*, Liptovský Ján, 2014

b) Zoznam výstupov odovzdaných do tlače v roku 2014

3. Dzurenda, L. – Pňakovič, Ľ. [2014]: Energetická charakteristika biopaliva – lístia z jesenného opadu stromov tvrdých listnatých drevín. In. *Acta Facultatis Xylogologiae* (v tlači)

c) iné výstupy

4. Pňakovič, Ľ. [2014]: Zrinitosť a sypná hmotnosť energetickej štiepky z dendromasy plantážnicky pestovaných drevín *Robinia pseudoacacia* a *Populus alba* na rekultivovaných plochách po banskej ťažbe. In *Chips and chipless woodworking processes 2014 : 9th international science conference*. Zvolen 2014, s. 137-144. ISBN 978-80-228-2658-7
5. Interný metodický postup 1A – 2014 – pre stanovenie obsahu popola z biopalív. Podľa *STN ISO 1171:2003 Tuhé palivá – Stanovenie obsahu popola*.
6. Interný metodický postup 1B – 2014 – pre stanovenie obsahu popola z biopalív. Podľa *STN EN 14775:2010 Tuhé biopalivá – Stanovenie obsahu popola*.



Ak nestačí predloha, použite kópiu tejto strany.

Čerpanie bežných výdavkov spojených s riešením výskumného projektu:

Pridelené finančné prostriedky na projekt	567 €
Cestovné náhrady	62,94 €
Konferencie, sympóziá, semináre	195 €
Sieťové odvetvia - Komunikácie	
Literatúra	7,47 €
Vzorkový materiál	
Drobný hmotný majetok	
Materiál, pracovné nástroje	270,84 €
Rutinná a štandardná údržba	
Mzdové náklady (max. 15 %)	
Dohody o vykonaní práce (max. 10 %)	25 €
Spolu	561,25 €

Rozpis čerpania pridelených finančných prostriedkov na riešenie projektu:



Konferencie, sympózia, semináre

Prezentácia dosiahnutých výsledkov bola realizovaná na konferencii:

1. Alternatívne zdroje energie v Liptovskom Jáne dňa 1. – 3. októbra 2014
2. Trieskové a beztrieskové obrábanie dreva v Jasnej dňa 11. – 13. september 2014

Materiál, pracovné nástroje

Nákup laboratórneho spotrebného materiálu a pracovných nástrojov nevyhnutných pre realizáciu experimentálnych prác.

Ak nestačí predloha, použite kópiu tejto strany.

Názov a adresa pracoviska:	Vyjadrenie fakulty, resp. org. súčasť TUZVO (prodekan pre VVČ, resp. ním poverený zástupca, riaditeľ org. súčasť) Dátum a podpis:
----------------------------	---

Príloha 1

Protokol o skúške stanovenia podielu popola v biopalive



Príloha 1

		TECHNICKÁ UNIVERZITA VO ZVOLENE Drevárska fakulta ul.: T. G. Masaryka 24, 960 53 Zvolen				
		tel.: 045/ 5206 365		e-mail: dzurenda@vsld.tuzvo.sk		
PROTOKOL O SKÚŠKE Stanovenie podielu popola v biopalive						
Zákazník: DF-TUZVO Vzorka: vrba- drevo Dátum prevzatia vzorky: 07.07.2014						
Metóda stanovenia		IMP 1B/2013 - Tuhé biopalivá, stanovenie obsahu popola. Podľa STN EN 14775:2010				
Pracovný postup: – Príprava troch vzoriek. – Čistá a suchá žihacia miska sa zváži na najbližších 0,001 mg, približne 10 g vzorky paliva v absolútne suchom stave sa rovnomerne rozloží v žihacej miske a tá sa znova zváži na váhach (typ Radvag WPS 210 C). – Žihacia miska sa so vzorkou paliva sa vloží do muflovej pece (typ LAC LMH 04/12). Po dobu 30 min. sa teplota v peci rovnomerne zvyšuje na 250 °C a udržuje sa pri tejto teplote ďalších 60 min. aby sa pred spaľovaním zo vzorky uvoľnili prechavé látky. – Po dobu 30 min. sa pokračuje v žihaní pri teplote 550 ± 10 °C a táto teplota sa udržuje 360 min. – Po skončení doby žihania sa žihacia miska vyberie z pece a ochladzuje sa v exikátore na teplovzdornej podložke. Po ochladení sa žihacia miska s popolom zváži na najbližších 0,001 mg. – Obsah popola v palive (A_{paliva}^d) analyzovanej vzorky vyjadrený v hmotnostných percentách sa vypočíta podľa vzorca:						
$A_{\text{paliva}}^d = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} * 100[\%]$						
Číslo vzorky	Hmotnosť vzorkovnice m_1	Hmotnosť vzorkovnice so skúšobnou vzorkou m_2	Hmotnosť vzorky m_L	Hmotnosť vzorkovnice s popolom m_3	Hmotnosť popola m_p	Podiel popola vo vzorke A_{paliva}^d
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[%]
1	56,570	66,703	10,133	56,616	0,046	0,454
2	59,701	69,820	10,119	59,750	0,049	0,484
3	58,880	68,475	9,595	58,924	0,044	0,459
4	58,076	68,628	10,552	58,124	0,048	0,455
5	56,839	67,603	10,764	56,890	0,051	0,474
6	58,667	68,707	10,040	58,713	0,046	0,458
7	54,229	64,548	10,319	54,275	0,046	0,446
8	61,460	71,633	10,173	61,506	0,046	0,452
9	59,698	70,851	11,153	59,750	0,052	0,466
Priemerná hodnota obsahu popola brezového listia:						0,461
– Výpočet štandardnej neistoty merania: $u = k \sqrt{\frac{\sum(w_r - \bar{w}_r)^2}{n(n-1)}} = 0,005$						
Výsledok hodnotenia: $w_r = 0,461 \pm 0,005$ [%]						
Meradlá a meracie zariadenia použité na skúšky boli kalibrované, alebo overené v zmysle platných metrologických predpisov SR. Laboratórne práce vykonal: Ing. Ľubomír Pňakovič Za správnosť a technickú stránku protokolu zodpovedá: prof. Ing. Ladislav Dzurenda, PhD.						
Protokol prevzal:						pečiatka
Dňa:						