

## TERMOGRAVIMETRICKÁ ANALÝZA POPELŮ ZE SPALOVÁNÍ BIOMASY

*Pavel Straka, Jana Náhunková*

*Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR, v.v.i., V Holešovičkách 41, 182 09 Praha 8  
e-mail: straka@irms.cas.cz*

*Práce prezentuje novou termogravimetrickou metodu stanovení nedopalu v popelech z biomasy využívající Boudouardovu reakci. Metoda nevyžaduje kyselé loužení k odstranění uhličitánů a lze ji použít i pro vzorky s vyšším obsahem portlanditu, kalcitu a dalších minerálních složek, typických pro popely ze spalování biomasy. Je použitelná v širokém rozsahu obsahu nedopalu. Správnost navrhovaného stanovení byla ověřena hmotovou bilancí uhlíku ve dvou vzorcích popelů z energetických provozů.*

*Klíčová slova: popel, biomasa, termogravimetrická analýza, nedopal, DSC*

Došlo 22. 2. 2013, přijato 8. 3. 2013

### 1. Úvod

V současné době patří biomasa k významným zdrojům pro výrobu elektrické energie a tepla. V České republice bylo v roce 2008 energeticky využito ca 6147 tis. tun biomasy. Z tohoto množství bylo 55 % spáleno v domácnostech, dalších 14 % bylo využito při spolu-spalování biomasy s fosilními palivy v elektrárnách a zbylých 31 % bylo spáleno v biokotelnách a bio-elektrárnách. Při tom bylo celkem vyprodukováno 123 tis. tun popela. Energetické využití biomasy v České republice každoročně stoupá a tento trend lze pozorovat i v dalších evropských státech a USA. Jak pro využití popela z biomasy, tak pro účinnost daného spalovacího zařízení je správné, přesné a také reprodukovatelné stanovení nedopalu významnou, klíčovou otázkou.

Vzhledem k tomu, že nedopal je spalitelný uhlík obsažený v popelu, lze jej stanovit jako veškerý organický uhlík (VOU) v popelové směsi. Při určení postupu jeho stanovení je možné vyjít z metod vypracovaných pro popely ze spalování uhlí, ale nikoliv je převzít, protože výchozí spalované materiály – uhlí a biomasa – jsou zcela odlišné a chemický charakter vzniklého nedopalu rovněž.

Tradičně používaným parametrem je ztráta žíháním (ZŽ), kdy je suchý vzorek popela v žíhacím kelímku zahříván v peci za přístupu vzduchu po danou dobu a při stanovené teplotě a hmotnostní úbytek je připsán nedopalu. Standardní metody založené na ZŽ uvádějí např. ČSN 44 1355 (1993) [1], polská norma PN-79/G04528/02 (1977) [2] a mezinárodní standard podle ASTM International č. ASTM D6316-09b (2009) [3].

Často používaným postupem je postup podle ČSN 44 1355. Metoda spočívá v dokonalém spálení vzorku v proudu kyslíku při teplotě 650 °C až 700 °C na katalyzátoru, což jsou produkty tepelného rozkladu manganistanu stříbrného, a absorpci vzniklého oxidu uhličitého v natronovém vápnu a absorpci vody. Při uvedené relativně nízké teplotě spalování je tepelný rozklad uhličitánů minimalizován, a proto je při výpočtu obsahu nedopalu množství oxidu uhličitého z

uhličitánů zanedbáno, pokud ovšem je obsah uhličitánů v měřeném vzorku nižší než 0,5 % hm. Za těchto okolností je výpočet velice snadný a metoda poskytuje spolehlivé výsledky. Při vyšším obsahu uhličitánů je potřeba jejich obsah ve vzorku změřit jiným způsobem a provést korekci. Obecně však přítomnost kalcitu a dalších uhličitánů a také portlanditu –  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  způsobuje pozitivní chybu při stanovení nedopalu u všech metod založených na ZŽ.

Pokud obsah uhličitánů ve vzorku není znám nebo jde o vzorek s vysokým obsahem uhličitánů, je třeba volit postup, při kterém jsou před vlastním žíháním eliminovány uhličitany a portlandit pomocí zředěné HCl. V příznivém případě se nedopal ve zředěné HCl nerozpouští, jak je tomu u nedopalu z uhlí [4], avšak v případě popela ze spalování biomasy je třeba uvážit, že nedopal může obsahovat podíl organického uhlíku rozpustného v kyselině, což bylo pozorováno (viz dále). Hmotnostní úbytek při žíhání vyloučeného a suchého vzorku pak odpovídá organickému uhlíku nerozpustnému v HCl, nikoli veškerému organickému uhlíku. Jestliže tedy stanovujeme nedopal vyloučeného a suchého vzorku popela na přístroji pro elementární organickou analýzu jako veškerý organický uhlík přímou metodou podle [4], stanovujeme pouze jeho část.

Protože popely ze spalování biomasy obsahují téměř vždy uhličitany, zejména kalcit, velmi často portlandit a také podíl organického uhlíku rozpustného v HCl, neposkytují metody založené na ZŽ a uvedená přímá přístrojová metoda stanovení uhlíku nedopalu elementárním analyzátořem uspokojivé výsledky. Proto, na základě dlouholetých zkušeností se stanovením reaktivity uhlíkových materiálů jako koks, polokoks, karbonizáty, amorfní a lesklé formy uhlíku a nedopal, navrhujeme termogravimetrickou metodu stanovení nedopalu využívající Boudouardovu reakci  $\text{CO}_2 + \text{C} = 2 \text{CO}$ , probíhající od 800 °C. Tato reakce je v případě popela z biomasy specifická pro organicky vázaný uhlík, nevyžaduje předchozí loužení zředěnou HCl a umožňuje i stanovení dalších, majoritních složek popela, např. portlanditu a kalcitu. Cílem práce je

popsat tuto metodu, vyzkoušenou na popelech z energetických provozů.

## 2. Experimentální část

### 2.1. Příprava vzorků a jejich charakteristiky

Ke zkouškám byly použity dva vzorky úletového popela ze dvou výkonných energetických provozů České republiky, z nichž v prvním jsou spalovány odpadní dřevné štěpky (obsah popela asi 0,8 %) a v druhém sláma (obsah popela asi 5 %). Z každého provozu bylo odebráno 10 - 15 kg popela proschlého na vzduchu a odebrané vzorky byly homogenizovány jak mícháním, tak mletím na výslednou zrnitost pod

2 mm. Z homogenizovaného popela bylo pak k analýzám náhodným výběrem odebráno okolo 50 g vzorku, který byl umlet na velikost částic pod 0,2 mm a opět homogenizován mícháním. Takto získané vzorky byly považovány za průměrné. Vzorek úletového popela z provozu spalujícího dřevné štěpky (dále  $\dot{U}P_{\text{dřevo}}$ ) obsahoval významné množství vápníku (obsahoval majoritně kalcit, jak ukázala rentgenová difrakční analýza), vzorek z provozu spalujícího slámu ( $\dot{U}P_{\text{sláma}}$ ) byl bohatý na draslík (obsahoval majoritně sylvin a arcanit, prokázáno opět rentgenovou difrakční analýzou). Složení obou sledovaných vzorků vyjádřené konvenčně v hm. % příslušných oxidů uvádí tabulka 1.

**Tabulka 1** Složení sledovaných úletových popelů.  $\dot{U}P_{\text{dřevo}}$  – popel z provozu spalujícího dřevné štěpky,  $\dot{U}P_{\text{sláma}}$  – popel z provozu spalujícího slámu (hm. %)

Vzorek	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
$\dot{U}P_{\text{dřevo}}$	0,83	3,87	2,35	3,12	3,19	2,07	12,63	52,00	0,26	6,13	3,55
$\dot{U}P_{\text{sláma}}$	1,00	1,11	-	5,78	4,26	11,44	55,03	9,60	-	0,04	0,33

Vzorky byly charakterizovány vlhkostí, obsahem portlanditu jakožto charakteristické složky popelů, obsahem uhličitanových skupin CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> a podílem organického uhlíku nerozpustného ve zředěné HCl. Obsah portlanditu byl stanoven termogravimetrickou metodou podle [5] přístrojem SETARAM SetsysEvolution 18 na základě zahřívání suchého vzorku rychlostí 10 °C.min<sup>-1</sup> v inertní atmosféře v teplotním intervalu 50 - 550 °C a přepočtu určeného hmotnostního úbytku na obsah portlanditu. Uhličitanový CO<sub>2</sub> byl stanoven podle mezinárodního standardu ISO 925, 1997 [6] za použití 3 mol.l<sup>-1</sup> HCl. Z uhličitanů uvolněný CO<sub>2</sub> byl zachycován v hydroxidovém vápenatém zakotveném na inertním nosiči (zrnitost

1,2 - 1,7 mm) a zvážen. Následně byl přepočten faktorem 1,36 na skupinu CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Organický uhlík nerozpustný v HCl (C<sub>org,N</sub>) byl stanoven ze zbytku po rozpuštění vzorku v 17 % kyselině chlorovodíkové za varu. Stanovení bylo provedeno elementárním analyzátozem Flash 1112 EA microanalyzer (ThermoFinnigan, Rodano) podle [4]. Veškerý uhlík v původním suchém vzorku (C<sub>total</sub>) byl stanoven také tímto analyzátozem. Uvedené parametry shrnuje tabulka 2. Uhlík ve skupinách CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> představoval zároveň veškerý anorganický uhlík (C<sub>anorg</sub>), protože nebyla nalezena jiná forma výskytu anorganického uhlíku.

**Tabulka 2** Vlhkost, obsah portlanditu, uhličitanových skupin a organického uhlíku nerozpustného ve zředěné HCl (C<sub>org,N</sub>) ve sledovaných vzorcích úletového popela  $\dot{U}P_{\text{dřevo}}$  a  $\dot{U}P_{\text{sláma}}$  (hm. %)

Vzorek	Barva	Vlhkost	Portlandit (suchý stav)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (suchý stav)	C <sub>org,N</sub> (suchý stav)	C <sub>total</sub> (suchý stav)
$\dot{U}P_{\text{dřevo}}$	šedohnědá	1,04	13,60	20,24	0,82	4,55
$\dot{U}P_{\text{sláma}}$	černá	3,50	0,00	3,56	8,63	15,97

Organické sloučeniny rozpustné ve zředěné HCl byly analyzovány infračerveným spektrometrem Protégé 460 E.S.P. (Thermo-Nicolet, Inc., USA) v rozsahu 4000 až 400 cm<sup>-1</sup> při rozlišení 4 cm<sup>-1</sup>, se 128 skeny, za použití techniky ATR. Před vlastní analýzou byl roztok zkoncentrován odpařením při 80 °C.

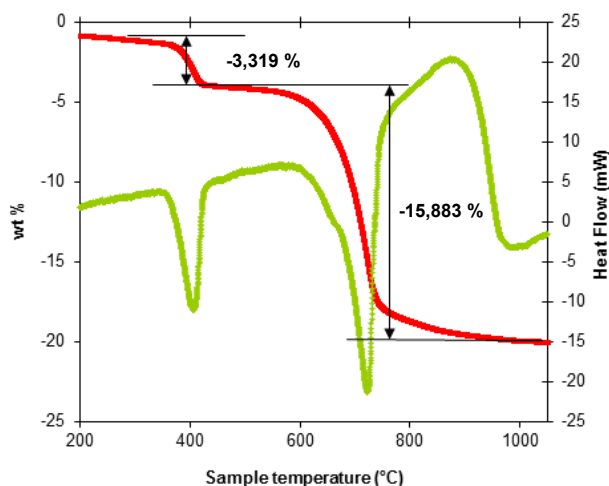
### 2.2 Termogravimetrické stanovení

Nedopal byl, jakožto veškerý organický uhlík, stanoven termogravimetrickou metodou s využitím Boudouardovy reakce přístrojem SETARAM SetsysEvolution 18. Stanovení probíhalo ve dvou fázích. Nejprve bylo 23 - 25 mg suchého vzorku zahříváno rychlostí 10 °C.min<sup>-1</sup> v intervalu 50 - 1050 °C

v inertní atmosféře He o průtoku 15 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>. Následně bylo přibližně stejné množství suchého vzorku zahříváno opět rychlostí 10 °C.min<sup>-1</sup> ve stejném teplotním rozmezí, ale do 500 °C byl vzorek zahříván v inertní atmosféře He o průtoku opět 15 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>, při 500 °C bylo pak He přepruto na proud oxidu uhličitého o průtoku rovněž 15 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup> a v této atmosféře pokračoval ohřev vzorku popela do 1050 °C. Získané termogravimetrické křivky jsou znázorněny na obrázcích 1 a 2 (červené linie). Přístrojem SETARAM SetsysEvolution 18 byly zároveň také registrovány křivky diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) k určení exotermního či endotermního průběhu sledovaných reakcí (na obrázcích 1 a 2 zelené linie).

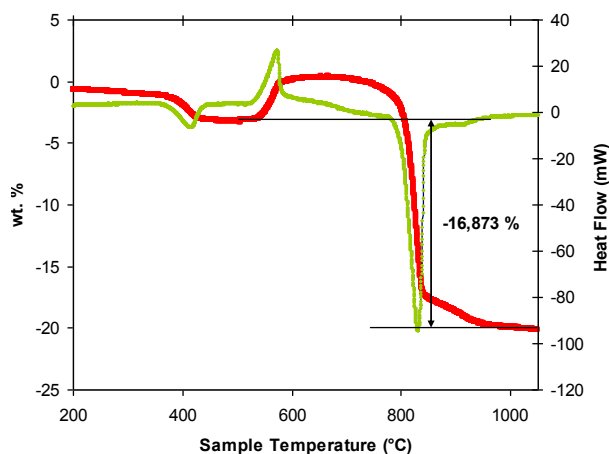
### 3. Výsledky a diskuse

U vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  náležel hmotnostní úbytek v intervalu 300 - 500 °C vodě uvolněné při rozkladu portlanditu na CaO a H<sub>2</sub>O a po přepočtu odpovídal obsahu portlanditu. Hmotnostní úbytek zaznamenaný mezi 500 - 1050 °C v heliu pak náležel CO<sub>2</sub> uvolněnému z rozkladu uhličitánů ( $\Delta m_{\text{CO}_2}$ , %hm.), viz obr. 1.



**Obr. 1** Termogravimetrická křivka (červená, silná) a křivka DSC (zelená, slabší) vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  pořízená v inertní atmosféře He

Na obrázku 2 odpovídal hmotnostní úbytek v intervalu 300-500 °C opět obsahu portlanditu, ale hmotnostní úbytek zaznamenaný v intervalu 500-1050 °C náležel součtu CO<sub>2</sub> uvolněného z uhličitánů a uhlíku nedopaluzreagovaného Boudouardovou reakcí ( $\Sigma$ , hm. %). Obsah nedopalů byl pak určen z rozdílu  $\Sigma - \Delta m_{\text{CO}_2}$ .



**Obr. 2** Termogravimetrická křivka (červená, silná) a křivka DSC (zelená, slabší) vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  pořízená do 500 °C v inertní atmosféře He, od 500 °C v atmosféře oxidu uhličitého

Sledované vzorky byly značně kontrastní, jak ukazuje tabulka 2. Zatímco vzorek  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  obsahoval

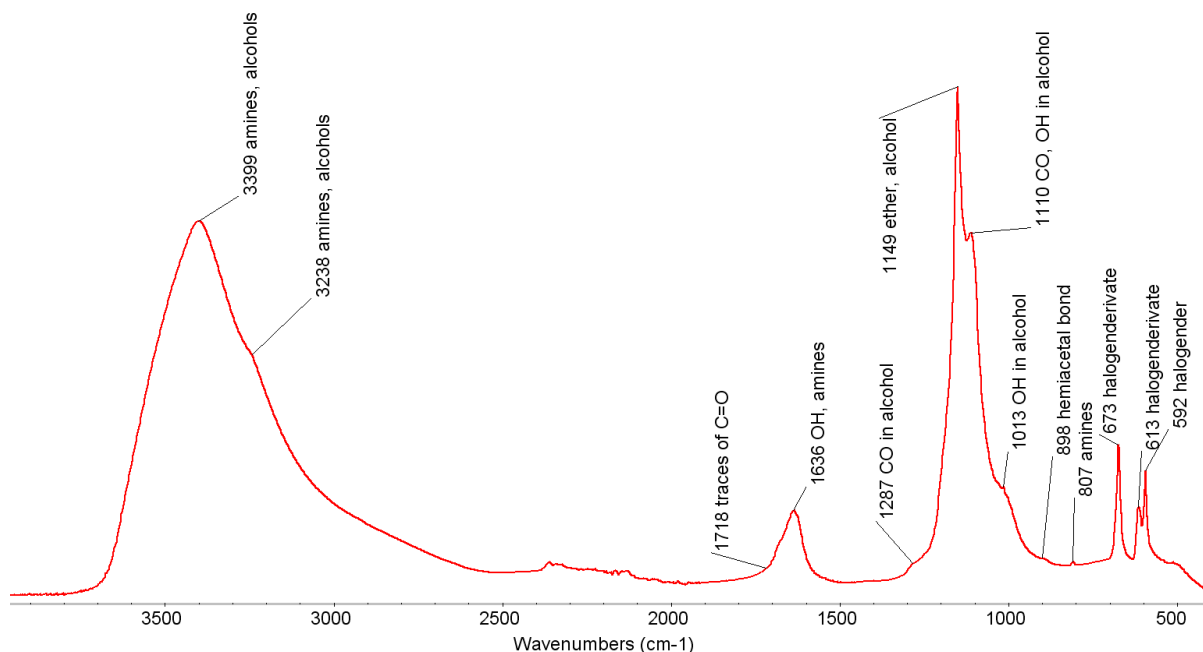
13,60 % portlanditu a 20,24 % CO<sub>3</sub>, vzorek  $\text{ÚP}_{\text{sláma}}$  neobsahoval portlandit a množství uhličitánových skupin bylo relativně nízké (3,56 %). Oba vzorky se značně lišily obsahem C<sub>org,N</sub> – v případě vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  byl pouze 0,82 %, v druhém případě pak byl značně vyšší: 8,63 %. Infračervené spektrum výluhu vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  v 17 % HCl nevykázalo žádné pásy odpovídající organickým sloučeninám. To znamená, že vzorek neobsahoval organické látky rozpustné v HCl a stanovení nedopalů elementárním analyzátozem pak zahrnovalo veškerý organický uhlík v popelu, tj. uvedený obsah 0,82 % (tabulka 2) byl zároveň obsahem nedopalů. Naproti tomu spektrum výluhu vzorku  $\text{ÚP}_{\text{sláma}}$  vykazovalo řadu pásů odpovídajících přítomnosti organických sloučenin rozpustných ve zředěné HCl (obrázek 3). Byly identifikovány alkoholy, aminy, ketony, ethery a poloacetály. Analýzou zbytku elementárním analyzátozem uvedenou v tabulce 2 byla tedy stanovena pouze část veškerého organického uhlíku (C<sub>org,N</sub>), neboli popel z provozu spalujícího slámu obsahoval 8,63 % organického uhlíku nerozpustného v kyselině, avšak množství nedopalů bylo zjevně podstatně vyšší, a to o podíl organického uhlíku rozpustného v HCl (C<sub>org,R</sub>).

V případě vzorku  $\text{ÚP}_{\text{dřevo}}$  odpovídal hmotnostní úbytek 3,319 % (obrázek 1) vodě uniknuvší ze vzorku po rozkladu portlanditu na CaO a H<sub>2</sub>O, takže termogravimetricky zjištěný obsah portlanditu byl 13,65 %, což dobře odpovídalo obsahu stanovenému podle [5] (tabulka 2). Úbytek 15,883 % odpovídal CO<sub>2</sub> uvolněnému z rozkladu kalcitu a fairchilditu (K<sub>2</sub>Ca(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), jejichž přítomnost ve vzorku prokázala rentgenová difrakční analýza. Obsah fairchilditu byl ovšem minoritní, takže zaznamenaný úbytek lze připsat rozkladu kalcitu. Křivka DSC vykazovala podle očekávání dva endotermní píky (obrázek 1), první, při 407 °C, odpovídal rozkladu portlanditu, druhý, při 721 °C, pak rozkladu kalcitu.

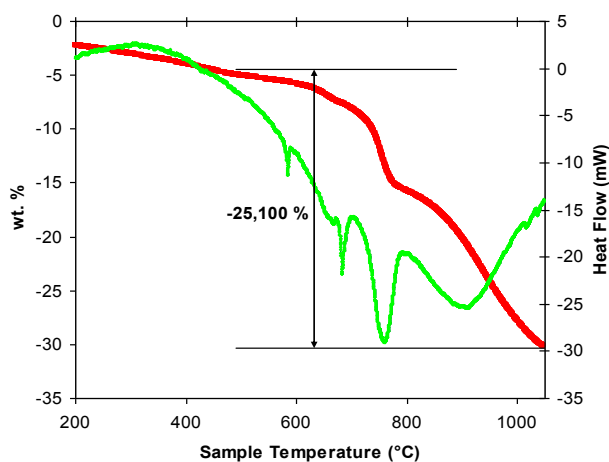
Na obrázku 2 odpovídá úbytek 16,873 % součtu CO<sub>2</sub> uvolněného z rozkladu kalcitu a uhlíku zreagovaného Boudouardovou reakcí. Obsah nedopalů, zjištěný z rozdílu 16,873 – 15,883 %, byl pak 0,99 %, což poměrně dobře odpovídá hodnotě 0,82 %, uvedené v tabulce 2.

Křivka DSC vykazovala tři píky. První, endotermní, zaznamenaný při teplotě 407 °C, odpovídal rozkladu portlanditu (jako v předchozím stanovení), druhý, exotermní, při 564 °C, byl důsledkem reakce CaO s CO<sub>2</sub> (CaO vznikl rozkladem portlanditu); třetí, endotermní, při 829 °C, odpovídal rozkladu kalcitu a současně probíhající Boudouardově reakci.

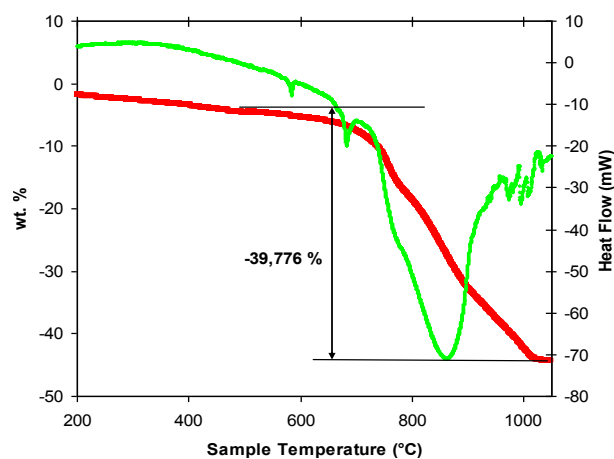
V případě dalšího vzorku  $\text{ÚP}_{\text{sláma}}$  odpovídal zaznamenaný hmotnostní úbytek 25,100 % (obrázek 4) jednak CO<sub>2</sub> uvolněnému z rozkladu kalcitu a jednak produktům rozkladu sylvínu (KCl) a arcanitu (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Hmotnostní úbytek v intervalu 300 - 500 °C byl zanedbatelný, protože vzorek neobsahoval portlandit, hmotnostní úbytek mezi 500 - 1050 °C náležel CO<sub>2</sub> uvolněnému z rozkladu kalcitu a produktům rozkladu sylvínu a arcanitu.



**Obr. 3** FTIR spektrum výluhu vzorku ÚP<sub>sláma</sub> v 17 % HCl. Byly identifikovány alkoholy, aminy, ketony, ethery a poloacetyly



**Obr. 4** Termogravimetrická křivka (červená, silná) a křivka DSC (zelená, slabší) vzorku ÚP<sub>sláma</sub> pořízená v inertním prostředí He



**Obr. 5** Termogravimetrická křivka (červená, silná) a křivka DSC (zelená, slabší) vzorku ÚP<sub>sláma</sub> pořízená do 500 °C v inertní atmosféře He, od 500 °C v atmosféře oxidu uhličitého

Na obrázku 5 náležel hmotnostní úbytek mezi 500 - 1050 °C (úhrně 39,776 %) součtu CO<sub>2</sub> z rozkladu kalcitu, produktů rozkladu sylvínu a arcanitu a nedopalu zreagovaného paralelně probíhající Boudouardovou reakcí. Obsah nedopalu byl pak určen rozdílem uvedených hodnot s výsledkem 14,68 hm. %.

Tato hodnota byla podle výše uvedeného předpokladu podstatně vyšší než obsah organického uhlíku nerozpustného ve zředěné HCl, zjištěný elementárním analyzátozem (8,63 hm. %, tabulka 2, C<sub>org,N</sub>).

Správnost stanovení byla ověřena hmotnostní bilancí uhlíku.

Pro její určení byl nejprve stanoven celkový obsah uhlíku (tj. organického i anorganického) v původním vzorku elementárním analyzátozem jako veškerý uhlík C<sub>total</sub> (tabulka 2), což byla hodnota uvažovaná jako správná. Následně pak byl vypočten obsah anorganického uhlíku C<sub>anorg</sub> z hodnot CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> uvedených v tabulce 2 a sečten s obsahem veškerého organického uhlíku (VOU) stanoveného navrhovanou termogravimetrickou metodou Boudouardovou reakcí. Součet VOU+C<sub>anorg</sub> byl pak porovnán s hodnotou C<sub>total</sub>. Výsledky uvádí tabulka 3. Z této tabulky je zřejmé, že rozdíl mezi oběma hodnotami byl v obou sledovaných případech přijatelný: u ÚP<sub>dřevo</sub> byla dosažena odchylka 1,97 % rel., u ÚP<sub>sláma</sub> 3,69 % rel. Protože uvedené

hodnoty  $C_{\text{anorg}}$  byly získány normalizovanou metodou zaručující její správnost a součet  $\text{VOU} + C_{\text{anorg}}$  odpovídal stanovenému celkovému uhlíku  $C_{\text{total}}$ . Lze říci, že navrhovaná metoda poskytuje správné výsledky VOU, tedy nedopalu. Takto získané hodnoty nedopalu potom korelovaly s obsahy zdraví škodlivých polycyklických aromatických uhlovodíků, které musí být uvažovány při využití popelů ze spalování biomasy jako hnojiva šetrného k půdě [7]. Obsah VOU je zároveň součtem organického uhlíku rozpustného v kyselině ( $C_{\text{org,R}}$ ) a nerozpustného  $C_{\text{org,N}}$ . V případech,

kdy popel neobsahuje podíl uhlíku rozpustného v kyselině, je VOU roven  $C_{\text{org,N}}$ . Obsahuje-li popel podíl  $C_{\text{org,R}}$ , lze jej vypočítat z rozdílu  $\text{VOU} - C_{\text{org,N}}$ .

Přesnost stanovení byla testována na vzorku  $\text{UP}_{\text{dřevo}}$ . Bylo provedeno 7 stanovení nedopalu s výsledkem 0,99, 0,80, 0,79, 1,03, 1,05, 0,98 a 0,97 hm. %, s průměrnou hodnotou 0,94 a směrodatnou odchylkou 0,10. Přesnost stanovení lze tedy hodnotit jako 10 %, což je běžná přesnost instrumentálních stanovení. Stanovení neruší žádná z běžných minerálních složek popela jako sylvín, arcanit apod.

**Tabulka 3** Hmotnostní bilance uhlíku ve vzorcích  $\text{UP}_{\text{dřevo}}$  a  $\text{UP}_{\text{sláma}}$  (hm. %). Symboly jsou uvedeny v textu

Vzorek	$C_{\text{anorg}}$	$C_{\text{org,N}}$	$C_{\text{org,R}}$	VOU	$\text{VOU} + C_{\text{anorg}}$	$C_{\text{total}}$	Diference
$\text{UP}_{\text{dřevo}}$	3,82	0,82	0,00	0,82	4,64	4,55	0,09 (1,97 %)
$\text{UP}_{\text{sláma}}$	0,70	8,63	6,05	14,68	15,38	15,97	0,59 (3,69 %)

#### 4. Závěr

Byla navržena nová termogravimetrická metoda stanovení nedopalu v popelech z biomasy s využitím Boudouardovy reakce, určená především pro popely ze spalování biomasy. Stanovení je založeno na měření hmotnostních úbytků vzorku v inertním prostředí a následně v atmosféře oxidu uhličitého. Rozdíl úbytků pak určuje obsah nedopalu. Metoda nevyžaduje kyselou loužení k odstranění uhličitánů a lze ji použít i pro vzorky s vyššími obsahy uhličitánů a portlanditu a v širokém rozmezí obsahu nedopalu. Navrhovaná metoda byla vyzkoušena na dvou kontrastních vzorcích, na popelu z provozu spalujícího slámu a z provozu spalujícího dřevné štěpky, a poskytla správné a přesné výsledky.

#### Poděkování

Tato práce byla podporována projektem Národní agentury pro zemědělský výzkum č. QI102A207/2009 s názvem „Využití popela ze spalování biomasy jako snadno aplikovatelného šetrného hnojiva, komplexní řešení přínosů a rizik“.

#### Literatura

1. ČSN 44 1355, 1993: Tuhá paliva. Nedopal. Stanovení uhlíku a vodíku.
2. PN-79/G04528/02, 1977: Solid fuels, determination of chemical composition of ash, determination of loss on ignition.
3. ASTM D6316-09b, 2009: Standard Test Method for Determination of Total, Combustible and Carbonate Carbon in Solid Residues from Coal and Coke.
4. Bartoňová L., Klika Z., Milčák P.: Stanovení obsahu organicky vázaného uhlíku v popelech z fluidního spalování uhlí; Odpadové Fórum 4, 2008, 22-24.

5. Scrivener K.L., Füllmann T., Gallucci E., Walenta G., Bermejo E.: Quantitative study of Portland cement hydration by X-ray diffraction/Rietveld analysis and independent methods; Cement and Concrete Research 34, 2004, 1541-1547.
6. ISO 925, 1997: Determination of carbonate carbon content – Gravimetric method.
7. Straka P., Havelcová M.: Polycyclic aromatic hydrocarbons and other organic compounds in ashes from biomass combustion; Acta Geodynamica et Geomaterialia 9, No.4, 2012, 481-490.

#### Summary

*Pavel Straka, Jana Náhunková  
Institute of Rock Structure and Mechanics, v.v.i.,  
Academy of Science of the Czech Republic*

#### *Thermogravimetric analysis of ashes from biomass combustion*

A new method thermogravimetric analysis of unburned carbon using Boudouard reaction is suggested, mainly for ashes from biomass combustion. The method is based on measurement of weight loss in the sample using inert atmosphere, then that in an atmosphere of carbon dioxide. The difference between these losses then determines the content of unburned carbon. The method does not require the acid leaching to remove carbonates and can be used for samples with higher content of carbonates and portlandite; it covers a wide range of content of unburned carbon. The proposed method has been tested on two contrasting ash samples from two industrial combustors processing straw and woodchips. Determination provided accurate and precise results.