



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

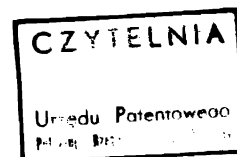
Int. Cl.³ G01N 27/56
C05C 1/00

Zgłoszono: 83 08 18 (P. 243455)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 07 02

Opis patentowy opublikowano: 1987 01 31



Twórcy wynalazku: Bogusław Masłowski, Marek Roman Urban, Kazimierz Zmaczyński,
Jerzy Ziobrowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Ekonomiczna
im. Oskara Langego,
Wrocław (Polska)

**Urządzenie do ciągłego pomiaru pH
roztworów o dużym stężeniu i wysokiej temperaturze,
zwłaszcza do ciągłego pomiaru pH roztworu saletry amonowej**

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do ciągłego pomiaru pH roztworów o dużym stężeniu i wysokiej temperaturze, zwłaszcza do ciągłego pomiaru pH roztworu saletry amonowej.

Z opisu patentowego PRL nr 118 384 znany jest sposób ciągłego pomiaru roztworów o dużym stężeniu i wysokiej temperaturze polegający na tym, że strumień gorącego i stężonego roztworu rozcieńcza się wodą do stężenia 0,5–2 n, uzyskując jednocześnie temperaturę około 25°C. Umożliwia to pomiar pH za pomocą powszechnie w tym celu stosowanych elektrod.

Proces technologiczny produkcji saletry amonowej polega na neutralizacji kwasu azotowego amoniakiem, przy czym ważna jest znajomość punktu równoważnikowego reakcji określana na podstawie pomiaru pH. Brak jest urządzeń do ciągłego pomiaru pH roztworu saletry amonowej charakteryzującego się stężeniem około 70–80% oraz temp. około 160–180°C, co powoduje określone straty surowców głównie amoniaku oraz jest przyczyną odczynu kwaśnego roztworu saletry amonowej, w wyniku czego gleba nawożona takim produktem ulega zakwaszeniu.

Urządzenie według wynalazku składa się z trzech podstawowych elementów: zaworu regulacyjnego, głowicy pomiarowej i przetwornika pH. Trójdrożny zawór regulacyjny ma wewnątrz komorę o pojemności około 15 cm³, w której strumień wody rozcieńczającej krzyżuje się pod kątem prostym ze strumieniem stężonego i gorącego roztworu saletry amonowej wpływającego z neutralizatora. Zawór znajduje się w odległości nie większej jak 3 cm od króćca neutralizatora. Mała objętość komory mieszającej oraz skrzyżowanie strumieni w zaworze regulacyjnym pozwala uzyskać dużą prędkość liniową przepływu oraz pozwala uzyskać roztwór o jednolitym stężeniu. Duża szybkość liniowa przepływu skraca czas przejścia rozcieńczonego roztworu do głowicy pomiarowej i zapobiega krystalizacji roztworu w rurach. Głowica pomiarowa jest wykonana z kwasoodpornej stali w kształcie ułożonej poziomo rury z gniazdkami w górnej części, w których zamocowane są elektrody. Wewnątrz rury w przedniej części od strony wpływu roztworu umieszczona jest przegroda tellonowa z kanałami przepływowymi w górnej i dolnej części. Przegroda

zabezpiecza elektrody przed gwałtownym uderzeniem strumienia roztworu i pozwala na usunięcie gazów rozpuszczonych w strumieniu rozcieńczonego roztworu saletry. Głowica pomiarowa znajduje się na odgałęzieniu głównego przewodu, którym przesyłana jest saletra amonowa z neutralizatora, za zaworem odcinającym. Z elektrodami głowicy pomiarowej połączony jest dwustopniowy przetwornik pH zbudowany ze znanych układów scalonych o małej mocy strat i dobrym wewnętrznym skompensowaniu termicznym. Przetwornik ma hermetyczną obudowę i znajduje się w niewielkiej odległości od głowicy pomiarowej.

Urządzenie wg wynalazku pozwala na ciągły pomiar pH roztworów o wysokim stężeniu i temperaturze, a w przypadku roztworu saletry amonowej umożliwia ciągłą regulację procesu neutralizacji kwasu azotowego amoniakiem w obrębie punktu równoważnikowego reakcji. Użytkuje się maksymalny stopień wykorzystania substratów reakcji i wysoką jakość produktu, tj. saletry amonowej. Usytuowanie części składowych urządzenia, tj. zaworu regulacyjnego i głowicy pomiarowej zapobiega krystalizacji saletry w przewodach i elementach urządzenia. Elektrody pomiarowe zabezpieczone są przed działaniem wysokiej temperatury oraz przechowywane są w stanie „mokrym” w przypadku przerwy w pracy neutralizatora. Zastosowanie przetwornika pH wg wynalazku umożliwia uzyskanie znormalizowanego, stałoprądowego sygnału wyjściowego 0–5 mA lub 4–20 mA, w zależności od potrzeb, tj. stosowanego systemu automatyzacji np. URS. Przetwornik może pracować w warunkach dużego stężenia oparów NH_3 , HNO_3 i pyłu saletry amonowej.

Urządzenie wg wynalazku zostało przedstawione w przykładzie wykonania schematycznie na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia zestawienie poszczególnych elementów urządzenia, a fig. 2 przedstawia schemat ideowy przetwornika pH.

Wszystkie przewody urządzenia wykonane są z rury kwasoodpornej wewnętrzna 6 mm i łączone są ze sobą na gwint z uszczelnieniem z policzterofluoroetylenem. Wybór materiału i rodzaju połączeń podyktowane zostały dużą korozyjnością roztworów saletry amonowej. Zawór regulacyjny 1 zamocowany jest na króćcu neutralizatora za pomocą znormalizowanego kołnierza w odległości nie większej jak 3 cm. Jest to zawór trójdrożny z dławikiem i uszczelkami teflonowymi. Do komory wewnątrz zaworu, o pojemności max 15 cm³ doprowadzony jest strumień wody rozcieńczającej (zdemineralizowanej lub wodociągowej) pod kątem prostym w stosunku do strumienia saletry. Doprowadzenie strumienia wody do komory zaworu regulacyjnego obniża temperaturę pracy zaworu, zmniejsza korozyjne działanie saletry i wydłuża czas pracy elementów uszczelniających. Zawory 1 i 2 służą do dobrania takiego stosunku natężeń przepływu obu strumieni aby uzyskać 0,5–2n roztwór NH_4NO_3 o temperaturze dopuszczalnej dla stosowanych elektrod, odczytywanej na termometrze 5. Nastawienie stopnia rozcieńczenia strumienia saletry odbywa się przy zamkniętym zaworze 3 głowicy pomiarowej 6 i zabezpieczając w ten sposób elektrody 8 przed przypadkowym przegrzaniem powyżej granicy wytrzymałości metrologicznej. Po ustaleniu temperatury roztworu i ewentualnym pomiarze stężenia roztworu otwarcie zaworu 3 powoduje przepływ roztworu przez głowicę pomiarową 6. Głowica pomiarowa 6 wykonana jest z kwasoodpornej rury o średnicy zewnętrznej 180 mm i długości 40 mm z gniazdami 9 na elektrody mocowane przy użyciu harmonijkowych uszczelki teflonowych. W przedniej części głowicy od strony napływu roztworu umieszczona jest przegroda teflonowa 7 z kanałami przepływowymi w górnej i dolnej części. Zatrzymanie neutralizatora (brak dopływu saletry) powoduje wymywanie saletry z zaworu 1 i przemycie głowicy 6. Zapobiega to krystalizacji saletry w przewodach i na elektrodach. Wartość pH wody pokazywana przez miernik przetwornika 11 jest istotną informacją dla obsługi o opróżnieniu neutralizatora. Jeśli neutralizator zostaje wyłączony na dłuższy okres czasu to po przemyciu wodą i zamknięciu zaworu 3 elektrody 8 przechowywane są w stanie „mokrym” w wodzie, bez konieczności ich demontażu z głowicą.

Rozcieńczona saletra jest kierowana z głowicy 6 do korytka i zwracana do ponownego użycia w określonych fazach procesu technologicznego.

Integralną część urządzenia według wynalazku stanowi przetwornik pH 11. Własność ogniwa pomiarowego pH, a w szczególności duża rezystancja rzędu 200 M powoduje, że SEM ogniwa proporcjonalne do wartości pH jest szczególnie podatne na zakłócenia. Zakłócenia te sprowadzające się do indukowania w przewodach łączeniowych ogniwo z przełącznikiem pasożytniczym SEM są istotnym problemem przemysłowym. Jednym z częściej stosowanych rozwiązań jest skracanie

drogi sygnału od ogniwa do przetwornika przez umieszczenie przetwornika bezpośrednio w pobliżu punktu pomiarowego. Przetwornik według wynalazku jest chroniony przed korozyjnym działaniem oparów amoniaku, kwasu azotowego i pyłu saletry amonowej obudową hermetyczną. Odnacza się dużą tolerancją na zmiany temperatury otoczenia, na zmiany napięcia zasilającego.

Przetwornik pH zrealizowano na bazie dwóch wzmacniaczy operacyjnych **HLY 7006 R** i **ULY 7741**.

W stopniu końcowym, pracującym w konfiguracji wzmacniacza napięcie — prąd sygnał napięciowy zostaje przetworzony na sygnał prądowy. Za pomocą przełącznika **P2** i rezystorów **R₅** i **R₆** istnieje możliwość pomiaru pH w zakresach 2 + 12 lub 3 + 8, uzyskując na wyjściu przetwornika sygnał wyjściowy w zakresie 4–20 mA lub 0–5 mA, co umożliwia współpracę urządzeń z układami automatycznej regulacji obu wersji sygnałów standardowych, tj. URS i AR. Przełącznik **P₁** zastosowano w celu zabezpieczenia wzmacniacza wejściowego przed szkodliwymi skokami SEM ogniwa pomiarowego, mającymi miejsce w wypadku wymiany elektrod. Dodatkowo zastosowano w stopniu wejściowym potencjometr **R₃**, umożliwiający korektę wzmocnienia ze zmianą nachylenia elektrod pomiarowych w funkcji temperatury.

Możliwość zasadniczej kalibracji urządzenia uzyskano za pomocą potencjometru **R₇**, umożliwiającego dopasowanie zera elektrycznego przetwornika do charakterystyki ogniwa pomiarowego, dzięki wewnętrznemu stabilizatorowi ujemnego napięcia wzmacniacza **HLY 7006 R**. Zastosowanie układów scalonych o małej mocy strat pozwoliło na zabudowę części elektronicznej w hermetyczną obudowę, gdyż wydzielające się ciepło nie powoduje zmian punktu pracy obu wzmacniaczy.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Urządzenie do ciągłego pomiaru pH roztworów o dużym stężeniu i wysokiej temperaturze, zwłaszcza do ciągłego pomiaru pH roztworu saletry amonowej, **znamiennie tym**, że składa się z trójdrożnego zaworu regulacyjnego (**1**) z komorą wewnątrz zaworu o pojemności około 15 cm³, w której strumień wody rozcieńczającej krzyżuje się pod kątem prostym ze strumieniem stężonego i gorącego roztworu saletry amonowej wypływającego z neutralizatora, przy czym zawór znajduje się w odległości nie większej jak 3 cm od króćca neutralizatora, głowicy pomiarowej (**6**) w kształcie ułożonej poziomo rury wykonanej ze stali kwasoodpornej z gniazdami (**9**), w których zamocowane są elektrody (**8**) do pomiaru pH, wewnątrz której znajduje się w przedniej części od strony napływu roztworu przegroda teflonowa (**7**) z kanałami przepływowymi w górnej i dolnej części, przy czym głowica pomiarowa (**6**) umieszczona jest na odgałęzieniu głównego przewodu, którym przesyłana jest saletra amonowa z neutralizatora, za zaworem odcinającym (**3**) oraz z dwustopniowego przetwornika pH (**11**) zbudowanego ze znanych układów scalonych o małej mocy strat i dobrym wewnętrznym skompensowaniu termicznym znajdujących się w obudowie hermetycznej w niewielkiej odległości od głowicy pomiarowej (**6**).

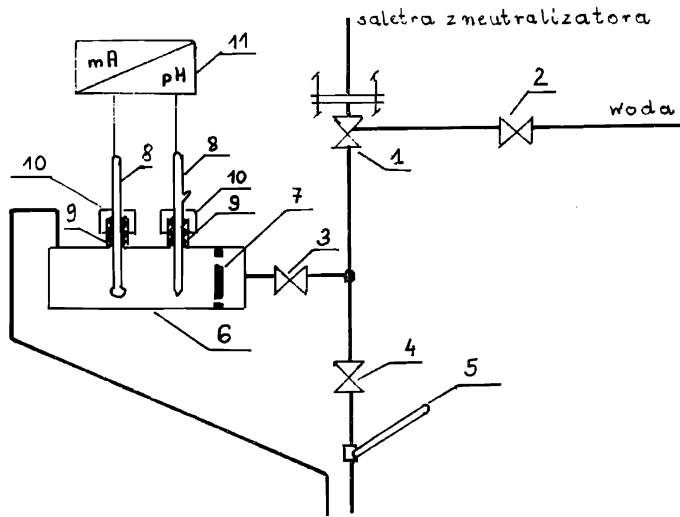


Fig. 1

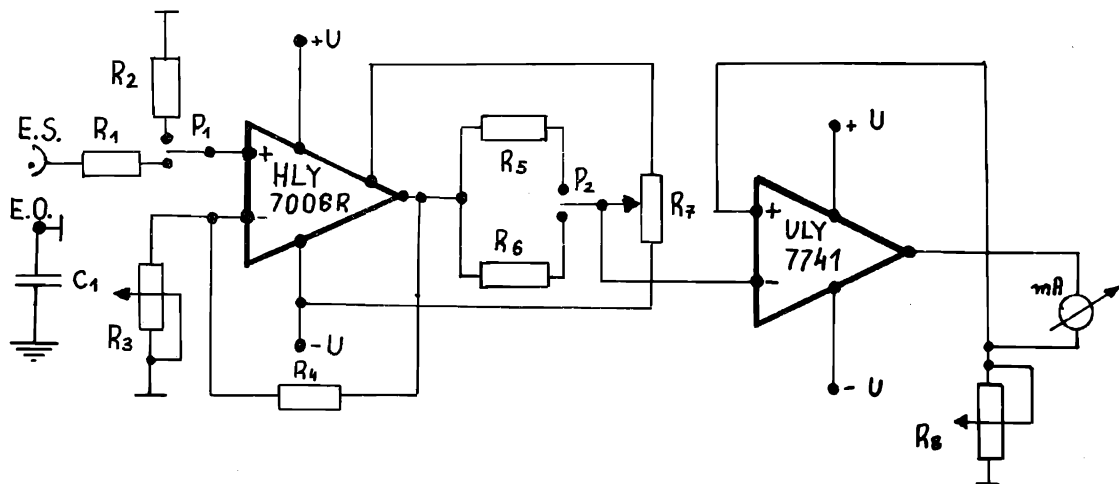


Fig. 2