

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

85483

Patent dodatkowy
do patentu _____

MKP G01n 23/02

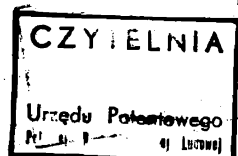
Zgłoszono: 27.06.73 (P. 163 643)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.². G01N 23/02

Zgłoszenie ogłoszono: 01.08.74

Opis patentowy opublikowano: 29.04.1978



Twórcy wynalazku: Bolestaw Czerw, Czesław Mirkowski, Teresa Sikora, Andrzej Majewski

Uprawniony z patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Systemów Mechanizacji Elektrotechniki
i Automatyki Górniczej, Katowice (Polska)

Radiometryczny sposób oznaczania zawartości siarki w węglu

Przedmiotem wynalazku jest radiometryczny sposób oznaczania zawartości siarki pirytovej lub całkowitej w węglu znajdujący zastosowanie w bieżącej kontroli procesu odsiarczania oraz kontroli jakości węgla.

Obecnie do oznaczania zawartości siarki w węglu stosuje się chemiczne sposoby pomiarowe, wśród których najbardziej rozpowszechniona jest metoda Eschki polegająca na spalaniu odważonej ilości węgla z mieszaniną składającą się z dwóch części wagowych tlenku magnezowego i jednej części wagowej czystego węglanu sodowego a następnie na wyługowaniu stopu wodą, zakwaszeniu i strąceniu chlorkiem baru powstałych siarczanów, względnie metoda Seuthego, która polega na całkowitym spalaniu próbki węgla w strumieniu tlenu, a następnie na przepuszczeniu produktów spalania przez płuczkę z wodą utlenioną, gdzie dwutlenek siarki utlenia się na trójtlenek a powstający kwas siarkowy miareczkuje się.

Metody te pozwalają na dokładne oznaczenie zawartości siarki, są jednak pracochłonne i skomplikowane, w związku z czym nie nadają się do szybkiej bieżącej kontroli a ich automatyzacja z uwagi na konieczność stosowania skomplikowanej aparatury i wysokokwalifikowanego personelu, jest praktycznie niemożliwa.

Sposób radiometrycznego oznaczania siarki pirytovej lub całkowitej według wynalazku polega na tym, że badaną próbkę węgla o gęstości powierzchniowej od 0,5 g/cm² do 3 g/cm² prześwietla się promieniowaniem X lub γ o energii kilkunastu lub kilkadziesiąt kiloelektronowoltów, najkorzystniej ze źródła promieniowania Ba/Am²⁴¹, Sn/Am²⁴¹, Mo/Am²⁴¹ rejestrując natężenie promieniowania przechodzącego przez próbkę za pomocą znanej aparatury elektronicznej. Zarejestrowaną w ten sposób liczbę zliczeń w ustalonym przedziale czasu porównuje się następnie z krzywą cechowania zawartości siarki pirytovej lub całkowitej, sporządzoną w oparciu o pomiary natężenia promieniowania X lub γ po przejściu przez próbki wzorcowe ustalając w ten sposób wyniki oznaczania.

Błąd pomiaru dla opisanego wyżej sposobu przy poziomie ufności 0,90 dla zakresu koncentracji 0–5% siarki pirytovej w węglu wynosi $\pm 0,30\%$ siarki pirytovej, natomiast dla siarki całkowitej, przy tej samej koncentracji błąd ten wynosi $\pm 0,35\%$ siarki całkowitej.

Większą dokładność oznaczeń zawartości siarki zapewnia wykonanie krzywej cechowania zależności liczby zliczeń w ustalonym przedziale czasu od zawartości popiołu a następnie krzywych cechowania zawartości siarki

pirytowej lub całkowitej dla dwóch względnie trzech zakresów zawartości popiołu. W ten sposób wykonując jeden pomiar szybkości zliczeń dla promieniowania przechodzącego przez próbkę wyznacza się najpierw zawartość popiołu w próbce, a następnie z odpowiedniej krzywej cechowania, na którą wskazuje zawartość popiołu, wyznacza się zawartość siarki w próbce. Wówczas błąd pomiaru wynosi odpowiednio $\pm 0,25\%$ siarki pirytovej i $\pm 0,30\%$ siarki całkowitej przy poziomie ufności 0,95.

Sposób według wynalazku pozwala na szybkie oznaczanie siarki w węglu, którego czas nie przekracza pięciu minut pod warunkiem, że cechowanie aparatury i sporządzenie wykresów będących krzywymi cechowania wykonano wcześniej przed właściwym pomiarem. Również dokładność określania koncentracji siarki w węglu sposobem według wynalazku jest wysoka i praktycznie wystarczająca do prowadzenia bieżących kontroli jakości węgla. Przedmiotowy sposób pozwala na częstą kontrolę poprawności prowadzenia technologii odsiarczania w zakładach przerobczych, jak również na wykonywanie odpowiednio dużej ilości oznaczeń węgla przeznaczonego do spalania w elektrowniach, celem ustalenia najkorzystniejszego reżimu pracy kotłowni.

P r z y k ł a d I. Przed przystąpieniem do właściwego pomiaru wykonuje się krzywą cechowania przykładowo pokazaną na fig. 1 dla przypadku oznaczeń siarki całkowitej w węglu. W tym celu sproszkowaną próbkę węgla o gęstości powierzchniowej $1,91 \text{ g/cm}^2$ umieszcza się w naczyniu pomiarowym nad źródłem przetwornikowym $\text{Ba}/\text{Am}^{241}$ o energii 32,2 keV. Promieniowanie przechodzące przez próbkę wzorcową jest rejestrowane przez licznik scyntylacyjny. Wyniki pomiarów nanosi się na układ współrzędnych, w którym na osi rzędnych odcina się liczbę impulsów przechodzących przez próbkę ($N \times 10^3$) a na osi odciętych wartość siarki całkowitej ($S_c \%$).

W trakcie oznaczania zawartości siarki pobraną z partii węgla próbkę prześwietla się tym samym promieniowaniem co próbkę wzorcową i na podstawie pomierzonych wartości natężenia wyrażonych w ilości impulsów w ustalonym przedziale czasu ($N \times 10^3$) dokonuje się odczytu z wykresu (fig. 1) zawartości siarki całkowitej w badanej próbce węgla.

P r z y k ł a d II. Przykładowe krzywe cechowania dla siarki całkowitej (fig. 2 i 3) sporządzono dla dwóch przedziałów zawartości popiołu w próbkach wzorcowych $A^a < 24\%$ i $A^a > 24\%$. Pomiary wykonano stosując źródło przetwornikowe $\text{Ba}/\text{Am}^{241}$ o energii 32,2 keV oraz próbkę o gęstości powierzchniowej $1,91 \text{ g/cm}^2$. W trakcie oznaczania siarki w wybranej próbce węgla określa się metodą radiometryczną najpierw zawartość popiołu a następnie z odpowiedniej krzywej cechowania (fig. 2 lub fig. 3), na którą wskazuje zawartość popiołu, wyznacza się zawartość siarki całkowitej w próbce.

Zastrzeżenie patentowe

Radiometryczny sposób oznaczania zawartości siarki w węglu, z n a m i e n n y t y m, że badaną próbkę węgla o gęstości powierzchniowej w przedziale od $0,5 \text{ g/cm}^2$ do 3 g/cm^2 prześwietla się promieniowaniem niskoenergetycznym X lub γ , najlepiej ze źródła przetwornikowego $\text{Ba}/\text{Am}^{241}$, $\text{Sn}/\text{Am}^{241}$, $\text{Mo}/\text{Am}^{241}$ rejestrując natężenie promieniowania przechodzącego przez próbkę za pomocą znanej aparatury elektronicznej, a następnie zarejestrowaną liczbę zliczeń w ustalonym przedziale czasu porównuje się z krzywą cechowania zawartości siarki pirytovej lub całkowitej, celem ustalenia wyniku oznaczenia.

