



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204371
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 33/22

(22) Přihlášeno 14 11 78
(21) (PV 7413-78)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 30 03 82

(75)

Autor vynálezu

KUBANT JOSEF, PRAHA

(54) Způsob vážkového stanovení obsahu vody v uhlí sušením

Vynález se týká způsobu vážkového stanovení obsahu vody v uhlí a řeší problém potlačení oxidace vzorku vzdušným kyslíkem, snížení pracnosti stanovení a zrychlení vysoušení.

Je známo stanovení obsahu vody sušicí metodou v laboratorním a analytickém vzorku prováděné tak, že se vzorek navážený do vysoušeček suší prakticky do konstantní hmotnosti v sušárně při 105 až 110 °C, přičemž je do sušárny spodem přirozenou cirkulací nasáván vzduch, který horem sušárny odchází nasycen vodními parami ze vzorků uhlí umístěných v sušárně.

Dosavadní metoda, i když u většiny vzorků poskytuje reprodukovatelné výsledky, má několik nevýhod. Je to velká pracnost způsobená několikerým převažováním vysoušeček se vzorky při sušení do konstantní hmotnosti, časová náročnost způsobená opakovaným přesoušením po 30 minutách do konstantní hmotnosti. Dále je to soustavná negativní chyba způsobená adicí vzdušného kyslíku na hmotu uhlí při teplotách 105 až 110 °C, zejména u méně prouhltných uhlí. Konečně je to negativní chyba některých vzorků, u nichž při teplotách 105 až 110 °C a atmosférickém tlaku probíhá uvolňování vody z některých podílů velmi pomalu, přičemž určitá část zbylé vody při uplatnění postupu podle ČSN 44 1377 uni-

ká stanovení. Uvedené nevýhody normalizované metodiky způsobují potíže zejména ve více exponovaných provozních laboratořích dolů velkou časovou náročností a pracností, vyžadujících velký počet pracovních sil, a dále negativní chyba způsobuje obtíže při tepelných a energetických bilancích v celém národním hospodářství.

Nevýhody odstraňuje způsob stanovení obsahu vody sušením podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že za tlaku 3,3 až 4,7 kPa se prohání vysušený vzduch nebo inertní plyn sušicím prostorem, přičemž objem vzduchu nebo inertního plynu při atmosférickém tlaku činí jeden až dvojnásobek objemu sušicího prostoru a doba sušení 100 až 140 minut.

Stanovení obsahu vody podle předloženého vynálezu má řadu výhod spočívajících v menší časové náročnosti a menší pracnosti v důsledku odstranění opakovaného převažování a přesušování vzorků po 30 minutách, dále v potlačení oxidace uhlí a stanovení i obsahu vody v podílech, z nichž se voda za atmosférického tlaku uvolňuje jen velmi zvolna. Tím se odstraňují negativní chyby vznikající při známém postupu sušením, čímž se umožní exponovaným laboratořím dolů stanovit i obsahy vody zbylé v laboratorních vzorcích, což je za dosud známého stavu velmi pracné a v ně-

kterých laboratorních bez zvýšení stavu pracovníků vyloučené.

Při praktickém provedení stanovení obsahu vody v uhlí podle vynálezu se vzorky uhlí jak zrnění pod 3 mm, tak zrnění pod 0,2 mm navážily do hliníkových vysoušeček a vysoušečky se vzorky byly vloženy do vakuové sušárny LP 402 dodatečně vybavené ještě jedním napouštěcím, uzavíratelným otvorem umístěným nad dveřmi zepředu. Vakuová sušárna vyhřátá na 105–110 °C byla evakuována na 4 kPa a za neustálého evakuování a udržování tlaku na 4 kPa byl sušárnou propuštěn vzduch otvorem vpředu nad dveřmi rychlostí 40 litrů za hodinu, přičemž rychlost byla měřena za atmosférického tlaku. Regulace rychlosti průtoku vzduchu byla prováděna pomocí šroubové tláčky škrtící přívodní gumovou hadičku. Prosávaný vzduch sušárnou byl prvních 15 minut nesušený, dalších 105 minut vysušený v důsledku průchodu dvěma za sebou připojenými litrovými válci na sušení plynu podle Fresenia, naplněnými silikagelem zrněným 1–4 mm, se středním průměrem pórů okolo 3 nm, indikovaným kobaltnatými solemi, předem vysušeným minimálně po dobu 2 hodin při teplotě 200 °C.

Po celkem dvou hodinách sušení při 105 až 110 °C, tlaku 4 kPa byl evakuační ventil uzavřen, zdroj vakua odpojen a po uzavření napouštěcího otvoru byly oba válce pro sušení vzduchu, naplněné silikagelem, od tohoto otvoru odpojeny a připojeny k evakuačnímu ventilu. Poté byl evakuační ventil pomalu otevřen a v sušárně byl vysušeným vzduchem vyrovnán tlak na atmosférický asi během 3 minut, načež byly ze sušárny postupně vyjmuty hliníkové vysoušečky s vysušenými vzorky, byly vždy ihned uzavřeny a položeny na kovovou podložku, aby rychle zchladly. Poté byly vysoušečky ponechány v exsikátoru nad silikagelem cca 20 minut do dosažení teploty váhovsky a zváženy.

Podle uvedeného postupu byl stanoven obsah vody (W^a) v 10 analytických vzorcích uhlí při 20 stanoveních. Z výsledků provedených

stanovení bylo vypočteno, že s 95 %ní spolehlivostí rozdíly mezi paralelními výsledky nepřesahují 0,13 % W^a abs., tj. 1,6 % rel. při průměrném obsahu $W^a = 8$ %, což vyhovuje povoleným tolerancím v ČSN 44 1377. Ve srovnání s výsledky získanými podle ČSN 44 1377 poskytuje metoda podle vynálezu hodnoty u zkoušených vzorků v průměru o 0,372 % W^a abs. vyšší, což je na jedné straně důsledkem potlačení oxidace, na straně druhé dokonalým a urychleným vysušením i těch látek, které za dané teploty a atmosférického tlaku pouštějí vodu jen velmi zvolna. To bylo např. prověřeno u laboratorního vzorku lignitu, kdy podle ČSN 44 1377 po 3,5 hodinách sušení ubyla hmotnost o 9,8 % vody, zatímco po 8 hodinách o 10,4 % vody. Je třeba poznamenat, že ČSN 44 1377 dovoluje skončit stanovení vody zbylé při rozdílu mezi dvěma váženími menším než 0,01 g. Výsledek 9,8 % této podmínce vyhovoval a přesto bylo dosaženo delším sušením do konstantní hmotnosti výsledku 10,4 % W_h . Naproti tomu metodou podle vynálezu byla za dvě hodiny sušení získána hodnota 10,8 % W_h díky rychlému a dokonalému vysušení a potlačení oxidace. Při stanovení vody sušením vzorku při obsahu 32 % vody a zrnění pod 3 mm bylo sušením ve vysoušečce podle ČSN 44 1377 dosaženo konstantní hmotnosti za 120 minut, postupem podle vynálezu za 95 minut. Při stanovení obsahu v tomtéž vzorku při vysušování 24 navážek po 10 g současně bylo dosaženo konstantní hmotnosti postupem podle ČSN 44 1377 po 195 minutách, postupem podle vynálezu po 135 minutách. Z průběhu sušících křivek a uvedených příkladů je zřejmé, že doba sušení do konstantní hmotnosti je závislá na vlastnostech vzorku, celkovém množství odpařované vody a počtu vzorků v sušárně. Sušení vzorků při teplotě 105–110 °C a tlaku 3,3–4,7 kPa podstatně urychluje sušení ve srovnání se sušením podle ČSN 44 1377, nemá však ve znatelné míře za následek únik složek organické hmoty uhlí.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob vážkového stanovení obsahu vody v uhlí sušením při 105 až 110 °C vyznačený tím, že za tlaku 3,3 až 4,7 kPa se prohání vysušený vzduch nebo inertní plyn sušícím pros-

torem, přičemž objem vzduchu nebo inertního plynu při atmosférickém tlaku činí jeden až dvojnásobek objemu sušícího prostoru a doba sušení 100 až 140 minut.