



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262318

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 33/22

(22) Přihlášeno 05 02 86

(21) PV 820-86.0

(40) Zveřejněno 16 08 88

(45) Vydáno 14 07 89

(75)

Autor vynálezu

ČECHÁK TOMÁŠ ing. CSc., HALLY JAN ing. CSc.,
ŠIMON LIBOSLAV ing., PRAHA

(54) Způsob stanovení veškeré síry v uhlí

Řešení se týká stanovení veškeré síry v uhlí radionuklidovou rentgenfluorescenční analýzou. Řešení spočívá v tom, že vzorek uhlí se ozáří nejdříve zářením radionuklidu ^{55}Fe a proporcionálním detektorem se změří charakteristické záření síry, vápníku a zpětně rozptýlené záření ^{55}Fe , načež se vzorek ozáří radionuklidem ^{238}Pu a změří se charakteristické záření železa a rozptýlené záření ^{238}Pu a pět získaných hodnot v píicích charakteristického záření síry, vápníku, železa a v píicích rozptýleného záření ^{55}Fe a ^{238}Pu se korelačně vyhodnotí.

Vynález se týká způsobu rychlého stanovení obsahu veškeré síry v uhlí metodou radionuklidové rentgenfluorescenční analýzy s eliminací vlivu vápníku, železa a popela na výsledky tohoto stanovení veškeré síry.

V současné době existují hlavně klasické metody chemické analýzy. Jejich výhodou je přesnost; časově však jsou náročné, po stránce přístrojové jsou nákladné. Z fyzikálních způsobů stanovení veškeré síry je to především metoda rentgenfluorescenční analýzy.

V současné době se v metodě RFA mohou používat pro rychlé stanovení obsahu veškeré síry v uhlí způsoby polovodičové detekce; ovšem ten nelze využít dle vynálezu přímo v provozních podmínkách, poněvadž vyžaduje chlazení detektoru tekutým dusíkem a zároveň lze tento způsob detekce aplikovat pouze u stacionárních zařízení, nikoliv u přenosných přístrojů in situ. Scinfilační metodu detekce nelze použít z důvodu velmi nízké energie K_{α} linky síry. Současný proporcionální způsob detekce v metodě RFA je vhodný k určení tak nízké energie K_{α} linky síry, ale nebere v úvahu při stanovení síry v uhlí vždy přítomný obsah vápníku nebo popela, což má za následek někdy i negativní nebo zkreslený výsledek použité metody RFA. Poněvadž ve vzorcích uhlí, zvláště v hnědém, je obsažen vždy vápník, železo a popel, pak tyto tři složky, hlavně však vápník, zásadně ovlivňují stanovení veškeré síry v uhlí, čili ovlivňují aplikovatelnost tohoto způsobu.

Všechny dosavadní rentgenfluorescenční způsoby, včetně v současnosti používaných analyzátorů, tento vliv rušivých doprovodných příměsí pro přímé stanovení veškeré síry ve vzorcích uhlí v provozních podmínkách neuvažují, včetně způsobů a použitých zařízení podle čs. autorských osvědčení č. 240 870 a č. 235 723, dále podle čs. autorských osvědčení č. 232 406 a dle DE-OS No 2 607 968, který neuvažuje eliminaci vlivu vápníku a popela v uhlí.

Stávající nedostatky odstraňuje způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že vzorek uhlí se ozáří nejdříve zářením radionuklidu ^{55}Fe a proporcionálním detektorem se změří charakteristické záření síry, vápníku a zpětné rozptýlené záření ^{55}Fe , načež se vzorek ozáří radionuklidem ^{238}Pu a změří se charakteristické záření železa a rozptýlené záření ^{238}Pu a pět získaných hodnot v pících charakteristického záření síry, vápníku, železa a v pících rozptýleného záření ^{55}Fe a ^{238}Pu se korelačně vyhodnotí. Výhodou způsobu podle vynálezu je rychlost a spolehlivost stanovení veškeré síry. Způsobem podle vynálezu naměřené údaje, vyjádřené v četnostech impulsů pro síru, vápník, železo a rozptýlené záření obou zářičů, jsou vyhodnoceny tak, aby v údajích o obsahu veškeré síry ve vzorku uhlí byl zahrnut vliv přítomnosti doposud opomíjeného vlivu vápníku, železa a popela v měřeném vzorku. Je možné ještě stanovit obsah železa se započítáním vlivu vápníku a zase stanovit obsah popela se započítáním vlivu železa a vápníku. Ve srovnání s údajem chemické analýzy je možné regresní závislosti při stanovení veškeré síry zpracovat do výpočetního programu a prostřednictvím mikroprocesorové techniky vyjadřovat obsah veškeré síry v procentech až po eliminaci výše uvedených rušivých vlivů vápníku, železa a popela, např. přímo na displeji analyzátoru.

Ůčinky vynálezu lze seznat z tabulky výsledků analýzy několika vzorků uhlí, provedené klasickou chemickou analýzou a metodou podle vynálezu.

P ř í k l a d

Metodou dle vynálezu byl obsah veškeré síry v uhlí srovnán s výsledky chemické analýzy u šesti vzorků hnědého uhlí ze severočeského hnědouhelného revíru:

Číslo vzorků	Analýza dle vynálezu	Analýza chemická
	[C] s %	[C] s %
1	1,31	1,17
2	1,97	2,00

T a b u l k a pokračování

Číslo vzorků	Analýza dle vynálezu	Analýza chemická
	[C] s %	[C] s %
3	4,66	4,54
4	1,69	1,80
5	1,54	1,34
6	1,09	0,91

Ze srovnání vyplývá, že pro koncentrace veškeré síry v uhlí nad 2 % nepřesáhne relativní procentuální chyba ± 10 % váhových a pro koncentraci do 2 % veškeré síry v uhlí nepřesáhne chyba stanovení $\pm 0,20$ % absolutních metodou podle vynálezu. Stanovení podle vynálezu je především určeno pro provozní podmínky.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení obsahu veškeré síry v uhlí metodou radionuklidové rentgenfluorescenční analýzy, vyznačený tím, že vzorek uhlí se ozáří nejdříve zářením radionuklidu ^{55}Fe a proporcionálním detektorem se změří charakteristické záření síry, vápníku a zpětně rozptýlené záření ^{55}Fe , načež se vzorek ozáří radionuklidem ^{238}Pu a změří se charakteristické záření železa a rozptýlené záření ^{238}Pu a pět získaných hodnot v pících charakteristického záření síry, vápníku, železa a v pících rozptýleného záření ^{55}Fe a ^{238}Pu se korelačně vyhodnotí.