



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

209 326

(11)

(B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 31 03 79

(21) PV 2189-79

(51) Int. Cl.³ G 01 N 25/20,
G 01 N 31/16

(40) Zverejnené 27 02 81

(45) Vydané 30 11 81

(75)

Autor vynálezu HANTABÁL Eugen ing., Prievidza, JAVORKOVÁ Magda, Bojnice a ŠLENC Vladimír, Tužina

- (54) Spôsob stanovenia spalného tepla kalorimetrickou metódou a obsahu síry merkurimetrickou metódou vo vzorkách tuhých palív

1

Vynález rieši otázku efektívneho stanovenia spalného tepla a obsahu síry v tuhých palivách.

Sú známe spôsoby stanovenia obsahu síry vo vzorke paliva podľa ČSN 44 1379 alebo ČSN 44 1353. Podľa ČSN 44 1379 sa vzorka paliva s Eschkovou zmesou žiha v oxidačnej atmosfére, rozpúšťajú sa vytvrdené sírany, vyzráža sa síranový ion vo forme síranu barnatého a stanoví sa jeho hmotnosť. Podľa ČSN 44 1353 sa spaľuje vzorka paliva v prúde kyslíka, absorbujú sa spalné splodiny v roztoku peroxidu vodíka, čím sa síra prevedie na kyselinu sírovú, ktorá sa stanoví alkalimetricky. Výsledok sa koriguje na súčasne vznikajúcu kyselinu chlór vodíkovú, ktorá sa stanovuje merkurimetricky.

Pre stanovenie síry v tuhých palivách opísanými metódami je časovo náročná vlastná príprava vzoriek pre samotné stanovenie.

Postupom podľa tohto vynálezu sa stanovuje spalné teplo kalorimetrickou metódou a obsah síry v tuhých palivách merkurimetrickou metódou tak, že vo vzorke tuhého paliva sa najskôr kalorimetricky stanoví spalné teplo a vodný výplach z kalorimetrickej bomby sa priamo použije pre merkurimetrické stanovenie obsahu síry.

Medzi hlavné výhody postupu podľa vynálezu možno zaradiť skutočnosť, že kalorimetrické stanovenie je súčasne prípravnou fázou vzorky aj pre merkurimetrické stanovenie

síry. Týmto následným spojením dochádza k podstatnému zvýšeniu produktivity práce, ako aj k úsporám na použitých chemikáliách a energii. Spresňuje sa aj stanovenie síry v tom smere, že tá istá navážka vzorky je vyhodnocovaná ako z hľadiska kalorimetrického, tak aj z hľadiska stanovenia síry. Napriek zjednodušeniu celkového postupu zostáva presnosť meraní prinajmenšom na rovnakej úrovni proti použitiu jednotlivých metód.

Vynález možno veľmi dobre využiť v laboratóriách, kde sa vyhodnocujú tuhé palivá, ako sú bane, elektrárne na tuhé palivá, hute a iné organizácie, kde sa vyhodnocujú tuhé palivá.

Výpočet obsahu síry vo vzorke paliva sa urobí podľa vzorca :

$$\% S^a = \frac{0,08 \cdot (a_1 - a_2) - 0,2 \cdot (b_1 - b_2)}{G}$$

kde S^a je obsah síry v analytickej vzorke v %

G je navážka vzorky v gramoch

a_1 je spotreba 0,05 N roztoku tetraboritanu sodného v ml

a_2 je spotreba 0,05 N roztoku tetraboritanu sodného v ml na slepý pokus

b_1 je spotreba 0,01 N roztoku dusičnanu ortuťnatého v ml

b_2 je spotreba 0,01 N roztoku dusičnanu ortuťnatého v ml na slepý pokus

Príklad 1

Ku kalorimetrovaniu sa naváži 1,1215 g vzorky o zrnienia pod 0,20 mm tuhého paliva orecha 2. Kalorimetrické stanovenie spalného tepla vzorky tuhého paliva sa vykoná podľa ČSN 44 1352. Po skončení kalorimetrovania sa kalorimetrická bomba, spaľovacia miska a veko s elektródami kvantitatívne vypláchnu destilovanou vodou, cca 200 ml, do sklenenej kadičky obsahu 400 ml. K výplachu sa pridá 1 ml 3 % peroxidu vodíka. Zmes sa po dobu 5 minút zahrieva až k teplote varu. Po 1 min. varení sa roztok ešte za horúca filtruje cez filter biela páska a filter sa premýva horúcou vodou, cca 50 ml. Po vychladnutí sa filtrát titruje 0,05 N roztokom tetraboritanu sodného na zmesový indikátor metylčerven - bromkrezolová modrá zo žltého do modrého zafarbenia, čím sa stanoví zmes kyseliny sírovej a chlór vodíkovej, spotreba a_1 je 20,50 ml. K stitrovanému roztoku sa pridajú 3 kvapky koncentrovanej kyseliny dusičnej a roztok sa povarí po dobu 1 minúty. Po ochladení sa stanoví chloridy, a to titráciou 0,01 N roztokom dusičnanu ortuťnatého na indikátor nitroprusid sodný do slabého zákalu, spotreba b_1 je 0,30 ml.

Popísaným postupom sa urobí aj slepý pokus so všetkými použitými chemikáliami, spotreba tetraboritanu sodného a_2 je nula, spotreba dusičnanu ortuťnatého b_2 je nula.

Výpočet :

$$S^a = \frac{0,08 (20,50 - 0) - 0,2 (0,30 - 0)}{1,1215} = 1,46 \%$$

Príklad 2

Postupom, uvedeným v príklade 1, boli uskutočnené ďalšie stanovenia síry vo vzorkách tuhého paliva, pričom navážky vzorky tuhého paliva, spotreby titračných roztokov a výsledky stanovení sú uvedené v tabuľke 1.

Tabuľka 1

		G	a ₁	a ₂	b ₁	b ₂	S ^a
Príklad 2	stanovenie	1,2077	22,25	0	2,50	0	1,47
	paralelné stanovenie	1,2732	23,45	0	0,25	0	1,47
Príklad 3	stanovenie	1,3647	26,45	0	0,25	0	1,55
	paralelné stanovenie	1,3460	26,50	0	0,30	0	1,57

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob stanovenia spalného tepla kalorimetrickou metódou a obsahu síry merkurimetrickou metódou vo vzorkách tuhých palív, vyznačujúci sa tým, že vo vzorke tuhého paliva sa najskôr kalorimetricky stanoví spalné teplo a vo vodnom výplachu z kalorimetrickej bomby sa priamo merkurimetricky stanoví obsah síry.