BAS® Rudice s.r.o.

FIRST Newsletter

Červenec 2012

Pokrok ve stanovení uhlíku a síry:

Spalovací analyzátor s bezúdržbovým provedením

Článek od Dr. Eric S. Billerica, MA USA – překlad www.bas.cz

Proč se zajímat o obsah uhlíku a síry?

Je známo, že množství uhlíku a síry v pevných materiálech má přímý vliv na jejich fyzické vlastnosti. Uhlík a síra (obr 1), mohou mít kladný i negativní vliv na vlastnosti materiálu. Trendy vlivů těchto prvků naleznete v tab 1. Je patrné, že uhlík má primárně kladný vliv a síra naopak nepříznivý. Z těchto důvodů řada výrobců klade zvýšený důraz na absolutně přesné stanovení uhlíku a síry v procesu výroby a to od surového vstupního materiálu až po hotový výrobek.

Obr 1. Uhlík (vlevo) a síra (vpravo) mohou ovlivnit vlastnosti řady anorganických materiálů.

V dnešní době je přístrojové vybavení pro přesné stanovení uhlíku a síry přítomné prakticky ve všech výrobních odvětvích a to včetně akreditovaných a specializovaných laboratoří. Celosvětově zavedená metoda využívá totálního spálení vzorku a následné infračervené detekce spalin – jde o rychlou (méně než 1 minuta) a vysoce spolehlivou metodu s výbornou citlivostí, která umožňuje snadno analyzovat jak vysoké tak i velmi nízké obsahy uhlíku a síry (např. jednotky ppm). Není tedy divu, že tato metoda se stala celosvětovým standardem pro stanovení uhlíku a síry v kovech a slitinách kovů, ale například i v keramice či jiných typech materiálů.

Metoda je sice velmi efektivní, ale při procesu spalování vznikají i nežádoucí vedlejší produkty. Postupem času se tak při provádění více analýz tyto vedlejší produkty (např. oxidy kovů) akumulují v oblasti spalovací pece přístroje a to zejména pokud není prováděna filtrace nebo jejich průběžné mechanické odstraňování. U starších typů analyzátorů může tento stav mít za následek chybné výsledky nebo dokonce poruchu analyzátoru. Navíc je pro údržbu často nutné ruční rozebírání komponent a jejich čištění je mechanicky náročné, což má za následek nepříjemné odstávky a těžkopádné postupy uživatelské údržby. Častým přáním obsluhy je tedy vlastnit takový analyzátor, který by již obsahoval technologie pro úplné vyloučení těchto problémů …

Tab 1. Obecné vlivy uhlíku a síry na fyzické vlastnosti kovů.

Physical Property	Carbon Influence	Sulfur Influence
Tensile Strength	Strongly increasing	Slightly reducing
Hardness	Strongly increasing	Slightly increasing
Strain	Slightly reducing	Strongly reducing
Stretching Limit	Strongly increasing	No effect
Notch Impact Strength	Slightly reducing	Strongly reducing
Long-term Strength	Strongly increasing	Strongly reducing
Thermal Conductivity	Slightly reducing	Strongly reducing
Electrical Conductivity	Slightly reducing	Strongly reducing
Wear Resistance	Strongly increasing	Slightly increasing
Cold Workability	Strongly increasing	Strongly reducing
Hot Formability	Slightly reducing	Strongly reducing
Cutting Quality	Strongly increasing	Slightly increasing
Corrosion Resistance	Slightly reducing	Slightly reducing

Právě proto byla do osvědčeného analyzátoru **G4 ICARUS CS HF** přidána zcela **nová funkce automatického čištění** spalovací pece a to **bez vysavače**. Jedná se o plně automatické, prakticky bezúdržbové řešení, které nepoužívá vysavač, kartáč ani jiné problematické komponenty.

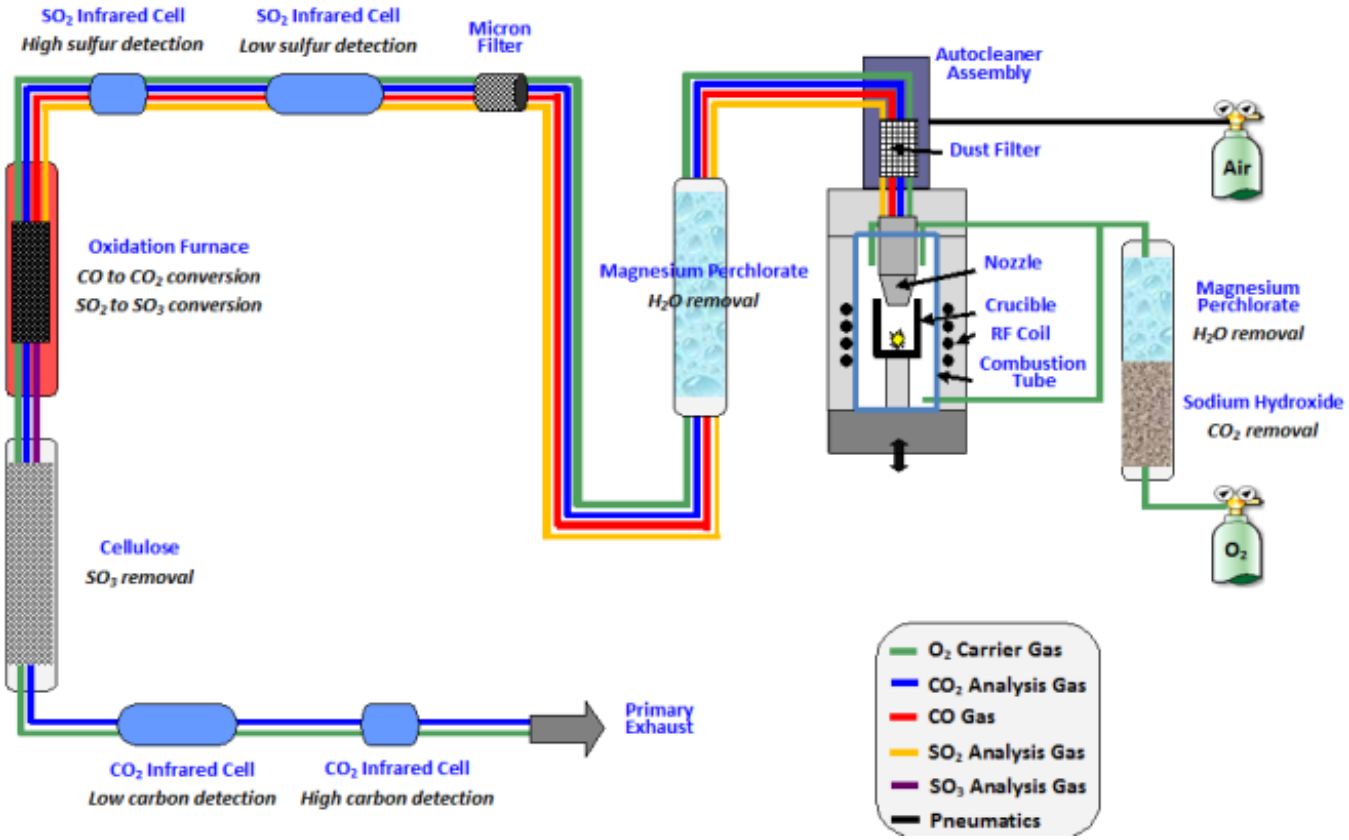
G4 ICARUS již v základním provedení obsahuje technologie pro minimalizaci požadavků na údržbu (patentovaný reverzní tok plynů). Nyní ale navíc obsahuje nové pneumatické zařízení, které spolehlivě po každém měření automaticky odstraňuje nečistoty a vedlejší produkty spalování (Obr 2).

*Obr 2. Analyzátor **G4 ICARUS CS HF** pro stanovení uhlíku a síry s modulem automatického čištění.*

PRINCIP STANOVENÍ UHLÍKU A SÍRY

Blokové schéma s principem analyzátoru **G4 ICARUS CS HF** je uvedeno níže na obr 3. Důležitější otázka však je: „Na jakém principu a jak funguje nový systém automatického čištění?“.

Analyzátor **G4 ICARUS** spaluje vzorek, čímž vznikají plynné fáze zájmových prvků, které jsou následně měřeny infračervenými detektory a přepočteny na přesné hmotnostní koncentrace uhlíku a síry. Na rozdíl od starších typů analyzátorů má **G4 ICARUS** řadu unikátních nových funkcí.



*Obr 3. Blokový diagram znázorňující primární komponenty a tok plynů v **G4 ICARUS CS HF***

Proces spalování

Analyzátor **G4 ICARUS** používá vysokofrekvenční (HF – **H**igh **F**reqeuency) indukční pec pro rapidní spalování pevných vzorků. Vzorek, typicky o hmotnosti do 1g (v závislosti na aplikaci), je analyzován přímo. Je možné analyzovat i prach, piny, třísky, úlomky, drť, špony a mnoho dalších typů vzorků a to bez předchozí úpravy. Přesně zvážený vzorek je umístěn do keramického kelímku společně s akcelerátorem, který zlepšuje reakci s elektromagnetickým polem HF cívky. Akcelerátor je nezbytné použít pro dosažení optimální interakce elektromagnetického pole a předání dostatečné energie pro dosažení úplného roztavení vzorku. Akcelerátory se vybírají dle typu vzorku. Nejčastějšími akcelerátory jsou: wolfram, měď, ocel a cín. Díky akcelerátorům je možné provádět analýzy celé řady materiálů. Tab. 2 obsahuje seznam pro jednotlivé typy aplikaci s doporučenými akcelerátory.

*Tab 2. Stručný výčet z několika možných aplikací pro **G4 ICARUS** a jejich doporučených akcelerázorů. Pro další aplikace nás prosím kontaktujte.*

Material	Sample Mass (g)*	Accelerator**
Steel	0.500	1 scp W
Stainless Steel	0.500	1 scp W
Copper / alloys	0.250 – 0.500	1 scp W
Brass / bronze	0.250 – 0.500	1 scp W
Aluminum	Varies	1 scp W
Carbides (W/Si)	0.100 – 0.25	1scp W + 2scps Cu
FeSi	0.100 – 0.200	1scp W + Sn + 1scp Fe
FeCr	0.250 – 0.500	2 scps W
Slag	0.200	1scp W + Sn + 1scp Fe
Cement	0.100 – 0.150	1 scp W
Oxides / Sulfides	0.005 – 0.050	1scp W + Sn + 1scp Fe
Ceramics	Varies	1scp W + Sn + 1scp Fe

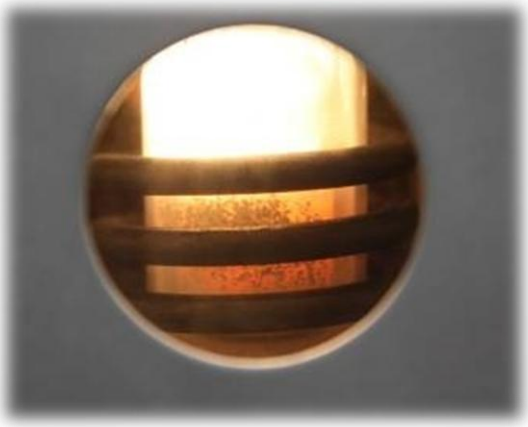
**Typická hodnota. Může být snížena, pokud je obsah uhlíku nebo síry nadměrně vysoký.*

***1 scp W = ~1.5g wolframu; 1 scp Cu = ~0.8g mědi; 1 scp Fe = ~1g oceli; 1 scp Sn = ~0.4g cínu*

V průběhu spalování se do spalovací komory pod tlakem přivádí kyslík (O_2), čímž se v peci vytvoří ideální atmosféra pro dokonalé spálení vzorku. Vzorek s akcelerátorem tak dosáhne teploty přes 1 500°C, čímž se spálí a uvolní veškerý uhlík a síra ve formě sloučenin CO_2 a SO_2. Současně může vzniknout malé množství CO a to v závislosti na koncentraci uhlíku v měřeném vzorku. Tyto uvolněné plynné složky jsou ve všech klíčových částech blokovém diagramu (Obr. 3) barevně odlišeny.

Pozorovací okénko

Jedním z unikátních doplňků analyzátoru **G4 ICARUS** je pozorovací okénko na přední straně přístroje. Tento užitečný doplněk (Obr. 4) umožňuje snadné vizuální kontrolování průběhu spalování v reálném čase. Ještě důležitější je, že přímo v průběhu spalování je vidět stav spalovací trubice.

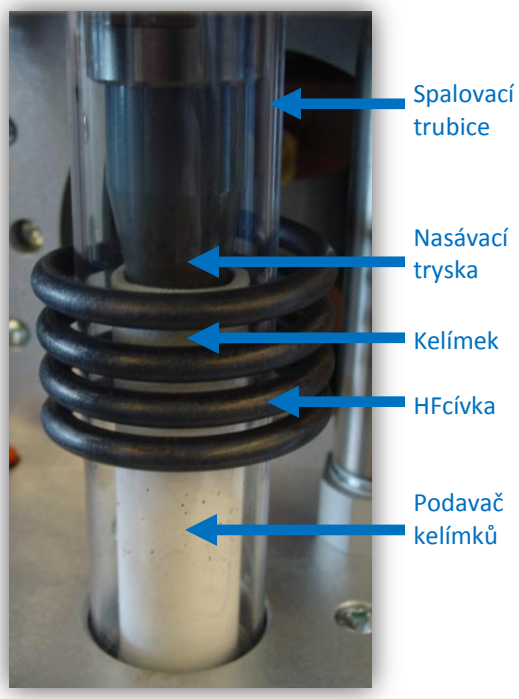


*Obr 4. Pozorovací okénko na přední straně analyzátoru **G4 ICARUS**.*

Nasávací tryska

Uvolněné plyny jsou po spálení vzorku transportovány ze spalovací pece do detekčního systému (Obr. 3). Transportní mechanismus použitý u analyzátoru **G4 ICARUS HF** poskytuje řadu hmatatelných uživatelských výhod. Využitím vysokého tlaku ve spalovací peci

a využitím pozice nasávací trysky přímo nad keramickým kelímkem jsou uvolněné plyny efektivně nasávány z pece a to při minimálním ředění kyslíkem. Komponenty tvořící novou konstrukci pece jsou zobrazeny na Obr. 5. Obzvláště si všimněte blízkosti nasávací trysky a jejího mírného „ponoření“ do keramického kelímku, což prakticky 100% zamezuje rozstřiku vzorku na spalovací trubici.



*Obr 5. Pec analyzátoru **G4 ICARUS HF** používající nový patentovaný reverzní tok plynu – nasávání místo tryskání.*

U tradičních starších systémů s tryskáním kyslíku do keramického kelímku dochází k destruktivnímu nanášení vedlejších produktů spalování přímo na spalovací trubici, což redukuje její životnost. U nového patentovaného designu jsou ale VEŠKERÉ produkty nasáty přímo do nasávací trysky. Uživatel tak u nového patentovaného systému získává lepší analytické výsledky a zejména výrazně vyšší životnost spalovací trubice. Současně tento nový koncept zcela eliminuje možnost ucpání trysky. Navíc je efektivita přenosu plynu u analyzátoru **G4 ICARUS** výrazně zvýšena, což zkracuje čas analýzy a zvyšuje citlivost analyzátoru.

Automatické čištění

K úspěšnému originálnímu konceptu spalovacího analyzátoru G4 ICARUS byl nedávno přidán modul automatického čištění (obr. 6), který efektivně a zcela spolehlivě odstraňuje vedlejší produkty spalování. Toto zařízení, které šetří čas a náklady je založeno na pneumaticky ovládaném pístu s integrovanými komponentami, které efektivně vyčistí prostor spalovací pece a nasávací trysku včetně prachového filtru (“Dust Filter” Obr 3). Čištění je provedeno automaticky po dokončení každé analýzy (trvá jednotky vteřin).

Jednou z výhod tohoto konceptu je to, kde se shromažďují vedlejší produkty spalování: prach je v průběhu procesu čištění plně automaticky setřen ze stěn prachového filtru a rozstříknuté a napařené kovové částice jsou odstraněny z nasávací trysky pomocí čepele umístěné na pístu čistícího mechanismu. Toto vše podpořené krátkým pulzem stlačeného kyslíku nasměruje po dokončení analýzy veškerý prach, nečistoty a částice zpět do kelímku! Již tedy není zapotřebí žádných kartáčů, které by čistily spalovací trubici, již není třeba žádného vysavače, který by byl hlučný a potřeboval výměnu sáčků/filtrů a generoval zbytečný hluk. Efektivita, se kterou jsou vedlejší produkty spalování zcela automaticky a spolehlivě odstraněny umožňuje u G4 ICARUS provádět běžně až 1 000 analýz bez potřeby jakékoliv údržby analyzátoru! Následná údržba po 1 000 měřeních pak obnáší jen velmi jednoduchou demontáž a opětovnou montáž čistícího mechanismu, čímž je dosaženo dalších až 1 000 analýz opětovně bez jakékoliv údržby a čištění. Od července 2012 je modul automatického čištění standardní součástí všech dodávaných analyzátorů **G4 ICARUS HF**.

Toky plynů a čistění plynů

Tok spalin opouští prostor spalovací pece, tak jak je znázorněno na Obr. 3 a je vysušen pomocí reagentu (chloristan hořečnatý). Sušení je důležité proto, aby zbytková vlhkost v kombinaci s SO_2 nevytvářela kyselinu sírovou. Vznik kyseliny by vedl jak ke snížení citlivosti / schopnosti detekce síry a

*Obr 6. Nový modul automatického čištění analyzátoru **G4 ICARUS**.*

navíc je nežádoucí pro komponenty analyzátoru.

Pro zajištění zcela reprodukovatelného procesu spalování je analyzátor vybaven přesnými regulačními komponentami s digitální zpětnou vazbou (není obsaženo v obr 3.). Tyto rovněž zajišťují monitoring a opakovatelnost transportu vzniklých spalin mezi jednotlivými analýzami. Analyzátor rovněž obsahuje funkci detekce nežádoucích netěsností systému, tzv. „leak check“, který je k dispozici v ovládacím SW.

DETEKCE

Očištěný a vysušený proud spalin skládající se z O_2, CO_2, SO_2 a případně malého množství CO je po vysušení připraven pro kvantifikaci. Kvantifikace v analyzátoru **G4 ICARUS** je dosaženo použitím vysoce selektivních a stabilních **N**on-**D**ispersive **I**nfrared **D**etektorů (NDIR)**.**

Plyny jsou nejprve vedeny přes infračervené detektory, které selektivně stanovují pouze obsah SO_2. Jakmile proud plynu opustí tyto detektory, je dále směřován do vyhřívané oxidační pece s oxidačním reagentem ($PtSiO_2$). Tato pec provede katalýzu CO na CO_2 a ve stejný moment převede již dříve detekovaný SO_2 na SO_3. Protože je množství uhlíku stanovováno selektivním CO_2 IR detektorem, je tato konverze CO na CO_2 důležitá pro maximální reprezentativnost stanovení celkového uhlíku. Následně je proud plynu směřován do trubice s celulózou, kde je SO_3 zachyceno. Proud plynu nyní tedy obsahuje jen O_2, CO_2.

Celková doba jedné analýzy na analyzátoru **G4 ICARUS CS HF** je typicky 40 vteřin v závislosti na aplikaci a množství vzorku.

Výhody řešení

Spolu s již uvedenými výhodami přináší nový koncept analyzátoru G4 ICARUS CS HF následující:

- Výrazně nižší spotřebu nosného plynu (kyslíku) jelikož v době mimo měření se žádný nespotřebovává.
- Nižší celkové provozní náklady díky nižší spotřebě materiálu (např. spalovací trubice, speciální kartáče na čištění atd).
- Snížení celkové hmotnosti a tzv. mrtvého objemu
- Zvýšená přesnost a citlivost analýzy
- Akreditovatelná a plošně uznávaná metoda.

Ukázka výkonnosti

Nyní byly popsány základní vlastnosti a výhody analyzátoru **G4 ICARUS CS HF** a to včetně nového modulu pro automatické čištění. Firma BAS Rudice má k dispozici převáděcí analyzátor, na kterém Vám bude prakticky demonstrována výkonnost, přesnosti a použitelnost přímo pro Vaši aplikaci. V případě zájmu o bližší informace, analýzu Vašich vzorků, praktickou ukázku analyzátoru nebo doprovodné informace nás prosím kontaktujte na bas@bas.cz nebo na tel +420 516 417 449.

© 2012 BAS Rudice spol. s .r.o., www.bas.cz