

Analýza složení kapalin a plynů

Učební text VOŠ a SPŠ Kutná Hora

Úvod

- | použití analyzátorů
 - | kontrola řízení chemických procesů
 - | zjišťování informací o složení surovin
 - | kontrola složení ovzduší v pracovních prostorech
 - | signalizace nebezpečné koncentrace výbušných plynů
 - | signalizace výskytu toxických látek
- | funkce analyzátorů
 - | rozbor plynů, kapalin i tuhých látek
 - | kontinuálně nebo v krátkých časových intervalech
 - | v odebraném vzorku automaticky zjišťují
 - | koncentraci sledované látky
 - | výsledek ukazují či zapisují
 - | signalizují překročení nastavené meze

Funkční principy analyzátorů

- ┆ **Analyzátorů na principu fyzikálním**
 - ┆ měří některou fyzikální veličinu, která má vztah ke složení analyzované látky
 - ┆ analyzátor nezpůsobí kvantitativní ani kvalitativní změnu analyzované směsi
 - ┆ využívané fyzikální veličiny
 - ┆ hustota, viskozita, tepelná vodivost, magnetická susceptibilita, absorpce záření, index lomu a další
- ┆ **Analyzátorů na principu fyzikálně-chemickém**
 - ┆ sledování fyzikálních jevů provázejících chemickou reakci, které se účastní určovaná látka
 - ┆ v některých případech obsahuje analyzovaná směs dostatečné množství látky potřebné k reakci
 - ┆ jindy se musí přivádět do analyzované směsi pomocná látka (plyn nebo kapalina)
 - ┆ k fyzikálně-chemickým analyzátorům patří např. přístroje založené na měření reakčního tepla a elektrochemické analyzátorů

Měření hustoty kapalin

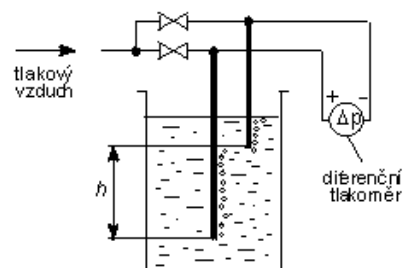
- ┆ **definice hustoty**
 - ┆ podíle hmotnosti m a objemu V :
- ┆ **rozdělení hustoměrů dle principu:**
 - ┆ hustoměry na principu vážení
 - ┆ hustoměry hydrostatické
 - ┆ hustoměry vztlkové
 - ┆ hustoměry s radioaktivním zářičem
 - ┆ hustoměry vibrační

Hustoměry na principu vážení

- ▮ **princip**
 - ▮ vychází z definice hustoty
- ▮ **provedení**
 - ▮ nádoba tvaru ležaté U-trubice, kterou protéká měřená kapalina
 - ▮ trubice je spojena pružnými spojkami s přívodem a odvodem vzorku a je otočně zavěšena
 - ▮ při vážení trubice se využívá např. pneumatického převodníku

Hydrostatické hustoměry

- ▮ **princip**
 - ▮ závislost hydrostatického tlaku na hustotě
 - ▮ pro závislost platí vztah:
 - ▮ a při zachování konstantní výšky h bude hydrostatický tlak přímo úměrný hustotě

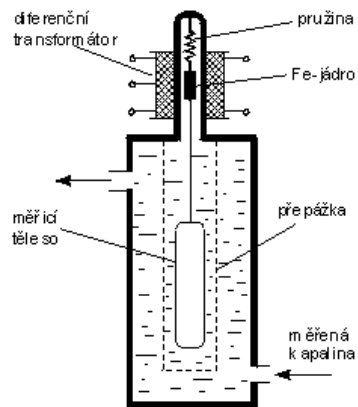


- ▮ dvě trubice různé délky
- ▮ trubice se přivádí malé množství plynu (vzduchu)
- ▮ rozdíl tlaků se měří diferenčním tlakoměrem
- ▮ údaj tlakoměru je úměrný hustotě podle vztahu:

Vztlakové hustoměry

princíp

- | využívají Archimedova zákona
- | ponořený skleněný plovák se zatavenou tyčinkou z měkkého železa
- | direktivní síla je vyvolávána pružinou
- | poloha se snímá indukčním vysílačem
- | teplotní závislost hustoty se kompenzuje např. elektrickým obvodem s odporovým teploměrem
- | přesnost až $1 \cdot 10^{-4} \text{ kg m}^{-3}$

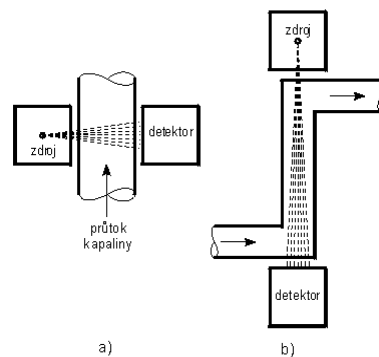


Hustoměry s radioaktivním zářičem

princíp

- | zeslabení intenzity radioaktivního záření při průchodu kapalinou
- | zdroj - izotopy produkující záření γ
- | detekce záření - Geigerova trubice
- | měření:
 - | ad a) - potrubí s velkým průměrem
 - | ad b) – průměry do 150 mm
- | vlastnosti
 - | průtočné měření
 - | měření za velmi náročných a provozních podmínek
 - | měření kapalin se značným obsahem nečistot, kapalin silně viskózních, za vysokého přetlaku i podtlaku

- Φ tok záření zdroje
- Φ_0 naměřený tok
- μ koeficient útlumu
- d vrstva kapaliny



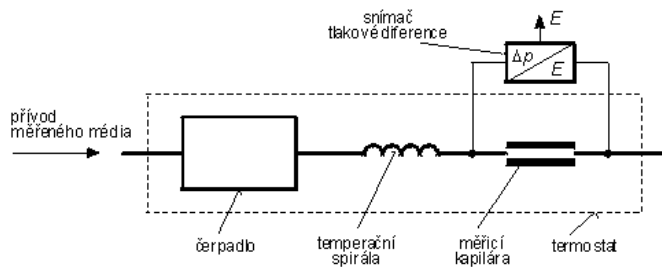
Měření viskozity kapalin

- | souvisí s měřením chemického složení látek
- | aplikace, které se využívají měření viskozity k řízení procesu
 - | výroba lepidel, barev a laků, olejů
 - | výroba farmaceutických a kosmetických přípravků
 - | výroba produktů potravinářského průmyslu
- | principy viskozimetrů
 - | viskozimetry průtokové (kapilární)
 - | viskozimetry rotační a vibrační
 - | viskozimetry tělískové

Průtokové viskozimetry

- | **princip**
 - | měření tlakové ztráty v kapiláře při laminárním proudění kapaliny
 - | podle Hagen-Poiseuillova zákona platí:
 - η viskozita
 - r poloměr kapiláry
 - l délka kapiláry
 - Q_v průtok kapaliny
 - Δp tlakový rozdíl
 - | za předpokladu konstantního průtoku a pro kapiláru daných rozměrů platí:

Uspořádání průtokových viskozimetrů



- ┆ Základní podmínkou správné funkce přístroje je:
 - ┆ konstantní průtok kapilárou - je zajištěn čerpadlem
 - ┆ konstantní teplota - udržovaná termostatem
- ┆ snímač tlakové difference poskytuje na výstupu unifikovaný elektrický signál

Rotační viskozimetry

- ┆ Princip
 - ┆ měření odporu, který klade měřené prostředí otáčivému či kmitavému pohybu vhodných těles
 - ┆ v ustáleném stavu platí pro moment síly M , vyvolávaný třením tělesa v kapalině vztah:

η viskozita

M moment síly

ω úhlová rychlost rotujícího tělesa

- ┆ měření momentu síly při $\omega = \text{konst.}$
 - ┆ rotační těleso vhodného tvaru (válec, kotouč apod.) je ponořeno do měřené kapaliny
 - ┆ těleso je poháněno synchronním motorkem prostřednictvím spojky tvořené kalibrovanou pružinou
 - ┆ deformace pružiny, která je úměrná viskozitě je převedena na analogový či digitální výstupní signál

Vibrační a tělískové viskozimetry

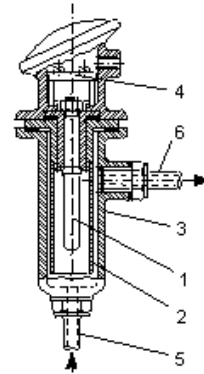
- | Vibrační viskozimetry s kmitajícím elementem
 - | vyhodnocuje se amplituda vibrující tyčinky ponořené v měřené kapalině
 - | obvod pro automatickou kompenzaci závislosti viskozity na teplotě
- | Tělískové viskozimetry
 - | princip - měření času
 - | padající kuličky nebo pístu či stoupající bubliny ve svislé či šikmé trubici
 - | časový interval pro danou vzdálenost je úměrný viskozitě kapaliny
 - | proces měření je periodický
 - | přístroje tohoto typu nejsou vhodné pro provozní účely

Měření elektrolytické vodivosti

- | elektrolytická vodivost charakterizuje druh i koncentraci látky
- | velmi citlivá metoda umožňují měřit látky od velmi malých až po vysoké koncentrace
- | jednoduché měřicí metody
- | v provozní praxi značně rozšířené
- | měří se obvykle dvěma elektrodami, ponořenými do roztoku
- | Elektrická vodivost G je:
 - | nepřímo úměrná vzdálenosti elektrod l
 - | přímo úměrná jejich ploše S
 - | měrné elektrické vodivosti (konduktivitě) γ podle vztahu:
- | měří se střídavým proudem
- | korekce teplotní závislosti

Kontaktní snímače

- | provedení
 - | ponorný nebo průtočný typ
 - | skládají se ze dvou vzájemně izolovaných elektrod
- | materiál:
 - | nerezová ocel, titano-paladiová slitina nebo grafit
- | velikost elektrod a jejich vzdálenost určuje elektrodovou konstantu snímače (rozsah)
- | odporový teploměr ke kompenzaci teplotní závislosti
- | ponorný snímač je odvozen od průtočného
- | nemá průtočnou nádobu
- | je určen pro měření v otevřených nádržích



- 1, 2 elektrody válcového tvaru
- 3 těleso snímače
- 4 svorkovnice
- 5,6 šroubení

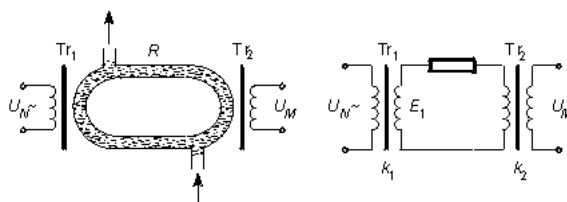
Kontaktní snímače - dokončení

- | kalibrační kontrola
 - | roztokem chloridu sodného
 - | jeho konduktivita leží přibližně uprostřed řady technicky důležitých látek
- | vyhodnocení vodivosti
 - | nevyvážený můstek se střídavým napájením
 - | obvod pro automatickou teplotní kompenzaci
- | nevýhody kontaktních snímačů
 - | znečištění elektrod vyloučenými či usazenými látkami
 - | obtížné přizpůsobení snímače pro daný měřený roztok
 - | např. při měření roztoků s velkou vodivostí je nutno používat snímače s vysokou konstantou
 - | malý povrch elektrod - citlivost na polarizaci elektrod, která působí chyby měření
- | řešení:
 - | bez elektrodové snímače

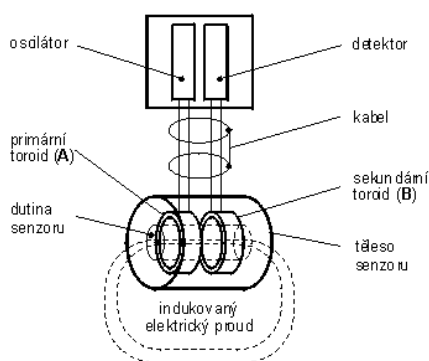
Bezelektrodové snímače

Princip

- ┆ měřicí transformátory
- ┆ Vazba mezi Tr_1 a Tr_2 je provedena závitem z izolační trubky, ve které proudí měřená kapalina
- ┆ tato vazba představuje závit nakrátko pro transformátor Tr_1
- ┆ proud procházející závitem se měří pomocí transformátoru Tr_2
- ┆ lze odvodit:
 - ┆ kde R je odpor kapaliny
 - ┆ na uvedeném principu pracuje celá řada přístrojů pro měření koncentrace kyselin, zásad a solí



Provedení snímače



Primární toroidní vinutí A je napájeno střídavým napětím

v měřeném vodivém roztoku je indukován střídavý proud

v sekundárním toroidním vinutí B se indukuje napětí

elektronické obvody vyhodnocují výstupní signál

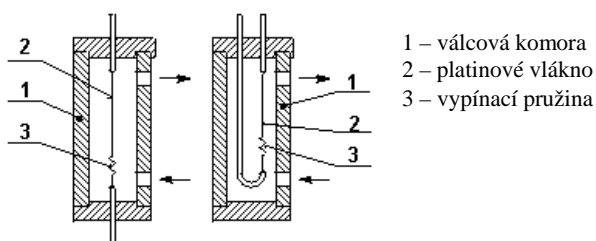
Tepelně – vodivostní analyzátory plynů

- Teplotná vodivost
 - ovlivňuje průnik tepla daným prostředím
 - hodnota tepelné vodivosti určuje daný plyn
 - λ_0 tepelná vodivost při 0° C
 - Kteplotní koeficient

<i>plyn</i>	λ_0 (mW ⁻¹ K ⁻¹)	$A \cdot 10^2$ (K ⁻¹)
A	16,3	0,31
He	143,0	0,18
H ₂	172,0	0,27
N ₂	24,0	0,28
O ₂	24,5	0,30
vzduch	24,1	0,28
CO ₂	14,3	0,48
SO ₂	8,4	0,60

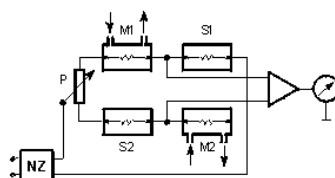
Provedení snímače

- vlákno je vyhříváno elektrickým proudem na teplotu 100 až 150 °C
- stálý stav teploty vlákna je dán rovnováhou mezi elektrickým výkonem a tepelným tokem přecházejícím na stěny komory
- se změnou tepelné vodivosti plynu dochází ke změně v odvodu tepla z vyhřívávaného vlákna
- mění se teplota vlákna i jeho elektrický odpor
- měřicí vlákna - Pt nebo W, vyhřívávané termistory



Provozní měření tepelné vodivosti

- ┆ měření se provádí diferenčně ve dvou komorách, z nichž jedna obsahuje analyzovaný, druhá pak referenční plyn
- ┆ vlákna dvojice měřicí a srovnávací komory se zapojují do Wheatstoneova můstku
- ┆ pro zvýšení citlivosti se používají dva páry komor
- ┆ měřicími komorami M1 a M2 prochází analyzovaný plyn
- ┆ srovnávací komory S1 a S2 jsou obvykle uzavřeny a naplněny srovnávací plynem, např. vzduchem
- ┆ rovnováha můstku se seřizuje potenciometrem P při nulové koncentraci měřeného plynu



Magnetické analyzátory

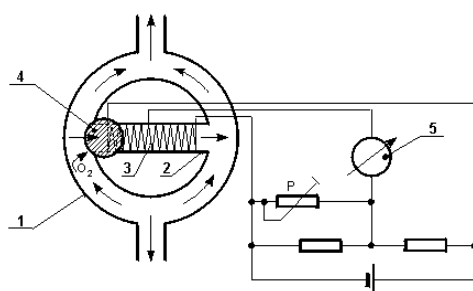
- ┆ Princip
 - ┆ měření magnetické susceptibility
 - ┆ diamagnetické látky – susceptibilita < 0 , látky jsou odpuzovány z magnetického pole
 - ┆ paramagnetické látky susceptibilita > 0 , látky jsou vtahovány do magnetického pole
 - ┆ diamagnetické – většina plynů
 - ┆ paramagnetické – např. O_2 , NO_2 , NO , ClO_2
 - ┆ poměrná susceptibilita (vztažená ke kyslíku):
 - ┆ teplotní závislost magnetické susceptibility

látky	<i>poměrná magnetická susceptibilita</i>
O_2	100,00
NO	44,00
H_2	-0,12
N_2	-0,36
CO_2	-0,63

C konstanta
T termodynamická teplota

Principy automatických analyzátorů

- statické metody
 - měří se síla, kterou působí nehomogenní magnetické pole na určitý objem plynu
- dynamické metody
 - měří se proudění vznikající tzv. termomagnetickou konvekcí



- 1 prstencová komora
- 2 tenkostěnná skleněná trubice
- 3 odporové platinové vinutí
- 4 permanentní magnet
- 5 měřicí přístroj

Magnetický analyzátor

- analyzovaný plyn přichází do prstencové komory
- odporové vinutí je vyhříváno elektrickým proudem
- vinutí je rozděleno na dvě poloviny, které tvoří dvě větve Wheatstoneova můstku
- jedna část vinutí je umístěna mezi pólovými nástavci permanentního magnetu
- magnet vytváří nehomogenní pole
- trubicí plyn neproudí, není-li v něm obsažen O_2
- jestliže je v měřeném plynu kyslík obsažen, pak je vtahován do magnetického pole
- plyn je ohříván – jeho susceptibilita klesá a je vypuzován chladnějším plynem o vyšší susceptibilitě
- vzniká termomagnetická konvekce - proudění plynu způsobuje nestejně ochlazování obou částí platinového vinutí
- rozdávení Wheatstoneova můstku

Vlastnosti magnetického analyzátoru

- | Měřicí přístroj v diagonále můstku je kalibrován přímo v jednotkách objemové koncentrace
- | potenciometr slouží k seřízení nulové polohy měřicího přístroje
- | analyzátor tohoto typu umožňuje měření v různých rozsazích objemové koncentrace kyslíku od 0 do 100 %
- | Nakloněním příčné trubice lze potlačit část měřicího rozsahu
 - | např. na 20 až 21 % O₂, nebo 95 až 100 % O₂
- | nejmenší rozsahy jsou 0 až 1% O₂ s relativní chybou ± 2 % z rozsahu
- | Předpokladem správné funkce přístroje je:
 - | temperování prostoru prstencové komory
 - | stabilizace napájecího proudu měřicího můstku
 - | korekce vlivu barometrického tlaku na údaj analyzátoru
 - | justace polohy analyzátoru
- | použití - kontrola spalovacích a dalších oxidačních procesů v chemickém průmyslu, hutnictví, cementárnách, teplárnách ..