

Roman ŚWIERCZEK

Katedra Technologii Chemicznej Węgla

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SIARKI CAŁKOWITEJ
W NIEKTÓRYCH PRODUKTACH WĘGŁOPOCHODNYCH
METODĄ POCHŁANIANIA PROMIENIOWANIA RENTGENOWSKIEGO

Spośród instrumentalnych metod oznaczania zawartości siarki w mieszaninach węglowodorów, a zwłaszcza w produktach petro- i karbochemicznych, na szczególną uwagę zasługują metody, wykorzystujące zasadę pochłaniania promieniowania rentgenowskiego [1, 2]. Umożliwiają one bowiem przeprowadzenie oznaczenia w stosunkowo krótkim czasie, nie przekraczającym zwykle około 10 min., przy czym wynik obarczony jest błędem około $\pm 0,02\%$. Metody te nadają się więc do szybkiej oceny i kontroli przebiegu przemysłowych procesów rafinacyjnych.

W referowanej pracy przystosowane do oznaczania zawartości siarki całkowitej w rafinowanym benzenie i naftalenie metodę, w której mierzy się stopień pochłonięcia polichromatycznej wiązki promieniowania rentgenowskiego [3]. Pomiar przeprowadzono metodą różnicową, wykorzystując jako źródło promieni lampę wielozwiązkową. Próbkę umieszczano w kiuwetach (benzen) lub też nadawano im kształt cylindrycznych kształtek o płaskorównoległych podstawach. Wielkości próbek dobierano w ten sposób, aby masy materiału badanego na drodze pochłaniania były identyczne. Kalibrację układu przeprowadzono przy zastosowaniu wzorców, sporządzonych oddzielnie dla każdego z badanych produktów. W pomiarach wyeliminowano w ten sposób wpływ zmian gęstości i składu chemicznego podstawowej masy anali-

zwanego materiału na wynik końcowy. Dodatkowo uniezależniono się od składu chemicznego mieszaniny węglowodorów przez dobranie odpowiedniego napięcia szczytowego, podawanego na anodę lampy rentgenowskiej. Wartość tego napięcia dobierano w zależności od badanego materiału i grubości pochłaniającej warstwy materiału, uzyskując efektywną długość fali promieniowania, dla której wartości masowych współczynników pochłaniania dla wodoru i węgla są równe. Odrębnym zagadnieniem była detekcja i pomiar natężenia promieniowania oraz stabilizacja natężenia wiązki. Różnicowy pomiar pociągających za sobą konieczność stosowania dwóch detektorów o identycznej charakterystyce. Jako czujniki zastosowano w referowanej pracy fotooporniki PbS-AgS, o czułości dla światła żółtego wynoszącej około 600 mikroamperów/lumen. dla zwiększenia czułości na promieniowanie rentgenowskie oraz w celu zmniejszenia fluktuacji rejestrowanego prądu zastosowano ekraniki, pokryte luminoforem, jako luminoforu użyto fosforu ZnS (Cu, Cd), o czasie poświaty około 3 sekund i jasnożółtej barwie świecenia. Urządzenie rentgenowskie zasilano z sieci poprzez elektroniczny stabilizator o mocy 5 kVA, o zdolności stabilizującej przy pełnym obciążeniu około 0,3%. Dodatkowo dla stabilizacji natężenia wiązki wykorzystano wielkość prądu anodowego lampy rentgenowskiej do sterowania indukcyjnością dławika, umieszczonego w obwodzie żarzenia.

W wyniku zastosowanych środków można było osiągnąć stosunkowo dużą dokładność pomiarów, charakteryzującą się błędem oznaczenia siarki $\pm 0,015\%$, co wystarczało do analizy przebiegu procesów rafinacji frakcji benzolowej i naftalemu destylowanego.

LITERATURA

- [1] Levine S.W., Okamoto A.H.: Anal.Chem. 23, 699-704 (1951).
[2] Komowski G.F., Nikolskij W.S., Woskresienskaia L.A.: Zaw.Lab. 20, 571-574 (1954).
[3] Chanston R.W., Matthews F.W.H., Evans N.J.: J.Inst.Petrol. 40, 55-63 (1954).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ В БЕНЗОЛЕ
И НАФТАЛИНЕ МЕТОДОМ АБСОРЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙDETERMINATION OF TOTAL SULPHUR IN BENZENE AND NAPHTALENE
BY X-RAY ABSORPTION