

Nr B 11

Utgåva 1 - Aug. 1996

(Ersätter nr 14)

Information angående torrhaltsbestämning på svartlut

Bakgrund

Svartlut är i huvudsak en vattenlösning av organiskt och oorganiskt material. I viss utsträckning, bland annat beroende av torrhalten, förekommer också suspenderat material. I svartluten återfinns oorganiska kemikalier från kokningen, återfört stoft från sodapannan, eventuella täckningskemikalier och restsyra från kloridoxid-tillverkningen samt organiskt material i form av utlöst lignin och sönderdelningsprodukter av cellulosa och hemicellulosa från veden. Det är dessa komponenter som utgör lutens torrs substans (TS).

Med torrs substanshalt avses den totala viktsandelen fast material, som återstår efter torkning av lut, dvs kg TS per kg ursprunglig lut.

Vid torkning av svartlut till 100% TS-halt sker också en avdrivning av lättflyktiga organiska föreningar från lut och definitionen av TS-halt är därför beroende av betingelserna vid torrhaltsbestämningen. Torkningstid och temperatur samt provmängd är av avgörande betydelse. Torrhaltsbestämningen kan tyckas vara enkel med få möjliga felkällor, men det är ändå vanligt att spridningen i resultatet är relativt stor.

Det saknas f.n. teknik för on-line mätning av TS-halt. De mätgivare, som används för ändamålet idag, dvs refraktometer och gamma-densitetsmätare, mäter, brytningsindex respektive densitet. För båda mätprinciperna gäller att de svarar mot förändringar i TS-halt endast under förutsättning att torrs substansens sammansättning och andelen olöst substans i lut är konstant.

1. Kontinuerligt arbetande instrument

1.1 Refraktometri

1.1.1 Mätning av brytningsindex

Med refraktometer mätes en lösningens brytningsindex. De olika komponenterna i svartlut har olika specifika brytningsindex. Lutens brytningsindex utgöres av den viktade summan av

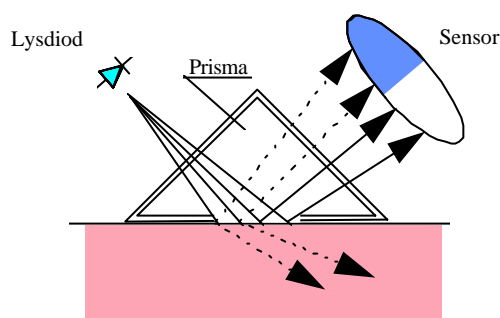
brytningsindex för lutens komponenter och bidraget från respektive komponent står i proportion till dess viktsandel.

Generellt kan sägas att brytningsindex för lösta organiska komponenter är betydligt högre än för lösta oorganiska salter respektive för vatten. Detta innebär att mätning av brytningsindex är känsligast för ändringar av halten organiskt material.

Mätningen av brytningsindex påverkas inte av andelen olöst material i luten, t ex olöst stoft.

1.1.2 Mätinstrument, princip.

När en ljusstråle passerar gränsskiktet mellan två olika media, exempelvis en fast kropp och en vätska så kommer vid en viss infallsvinkel mot gränsskiktet totalreflexion att inträda (se fig. 1). När ljusstrålens infallsvinkel är mindre än den kritiska vinkeln går strålen in i vätskan; när den kritiska vinkeln överskrids så totalreflekteras strålen från gränsskiktet. Den kritiska vinkeln beror av brytningsindex för de båda medierna.



Figur 1. Ljusstrålars brytning

Fördelar :

1. Mätningen påverkas ej av luftblåsor, ångblåsor eller fasta partiklar.
2. **Normalt liten eller ingen sensordrift.**
3. **Kalibrering kan ske enkelt genom att man applicerar vätskor med kända brytningsindex på prisma.**
4. Mätningen är snabb, tidsfördröjningen är mindre än 1 sekund.

Nackdelar :

1. **Prisma** måste normalt rengöras regelbundet, vilket lätt åtgärdas med installation av automatisk rensning med ånga.

För mätning av brytningsindex finns både analog och digital sensorteknologi att tillgå

1.2 Absorption av gammastrålar

1.2.1 Densitetsbestämning

Tjocklutens densitet kan bestämmas genom att mäta dess absorption av gammastrålar. När en gammastråle passerar genom ett ämne avtar intensiteten. Intensitetsminskningen är beroende av ämnets densitet och kan beskrivas med följande samband :

$$- \mu d$$

$I = I_0 \times e^{-\mu \rho d}$ där
 I = strålningsintensiteten efter absorptionen
 I_0 = strålningsintensiteten från källan
 μ = massabsorptionskoefficienten
 ρ = ämnets densitet
 d = mätsträckan (t ex diametern hos mätröret)

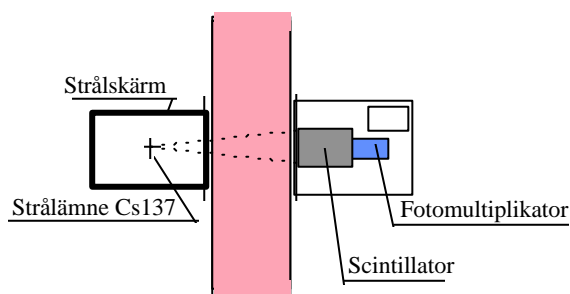
Massabsorptionskoefficienten är specifik för olika grundämnen och därmed för olika föreningar samt beror på strålkällan. Koefficienten kan dock betraktas som lika för de ämnen som finns i svartlut, med undantag för väte, när Cesium 137 används som strålkälla. Eftersom viktandelen väte är liten och ej varierar alltför mycket så kan massabsorptionskoefficienten för tjocklut betraktas som konstant.

Om en konstant strålkälla användes för mätning på tjocklut erhålles således ett mått på densiteten hos mediet i mätröret. Detta innebär också att luft och gasbubblor i luten kommer att vägas in med sin densitet och således ge upphov till en skenbar störning i densitetsbestämningen.

Densitetsmätningen kan utnyttjas som mätning av TS-halt endast under förutsättning att sambandet mellan densitet och TS-halt ej förändras. Sambandet mellan tjocklutens densitet och TS-halt ändras om tjocklutens sammansättning varierar, t ex när andelen olöst material i luten stiger till följd av ökad stoftinblandning.

1.2.2 Mätinstrument, princip.

Ett gammastrålande preparat, normalt Cesium 137, ordnas på ena sidan om mätröret som på den andra sidan har en detektor känslig för gammastrålar (jonkammare eller scintillationsdetektor).



Figur 2. Arrangemang av gamma-densitetsmätare

Fördelar :

1. Man behöver ingen speciell processanslutning utan kan mäta direkt genom en normal rörledning.
2. Mätvärdet ger medelvärde av densiteten i strålgången.

Nackdelar:

1. Luftbubblor påverkar mätningen, liksom fasta partiklar och eventuell beläggningstillväxt i rörledningen.

2. Strålkällan försvagas med tiden, vilket kompenseras automatiskt till dess att strålkällan måste bytas ut.
3. Radioaktiva mätmetoder kräver tillstånd och att en ansvarig person, utbildad enligt Statens Strålskyddsinstitut (SSI:s) normer, finns på företaget. Villkor angivna av SSI (C438) måste följas.
4. Mätmetoden innebär medelvärdesbildning av strålintensiteten under viss tid, detta medför att man får en tidsfördröjning på i normalfallet ca 20 sekunder. Tidsfördröjningen går att minska med starkare preparat.

1.3 Kommentarer

För att kunna erhålla ett någorlunda bra samband mellan de bägge instrumenttypernas mätvärden och torrhalten måste mätvärdena temperaturkompenseras innan sambandet upprättas.

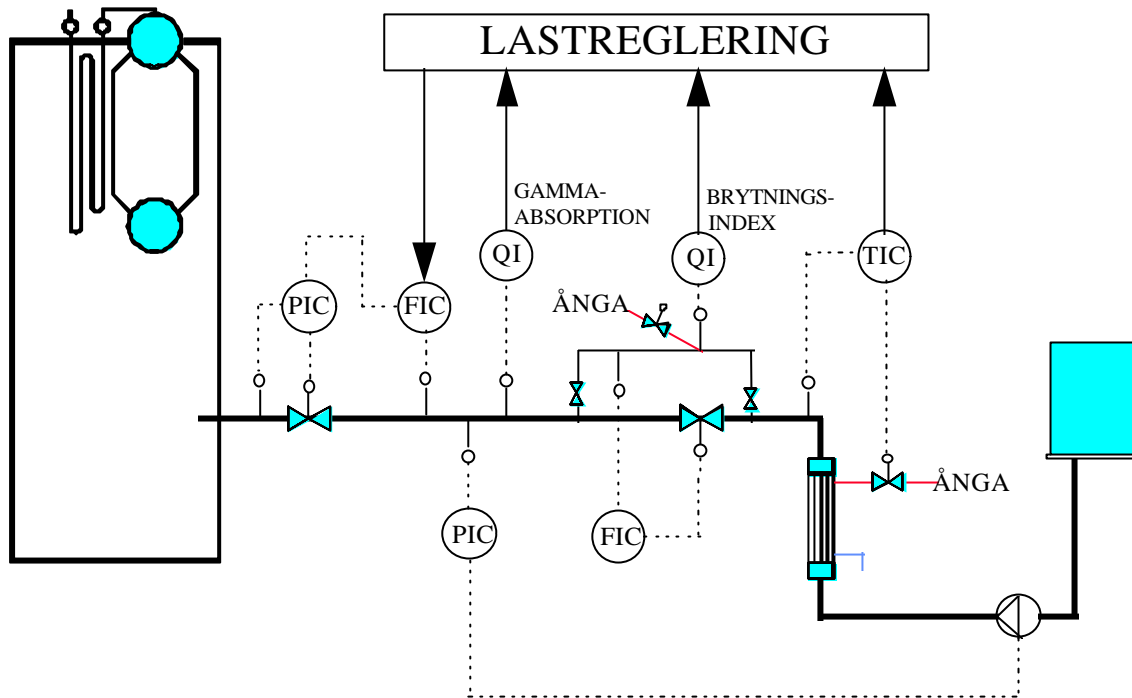
Rent fysikalisk har ingen av de beskrivna mätprinciperna förutsättning att ge ett direkt och exakt mått på TS-halten i stoftblandad tjocklut och de bör utnyttjas mot den bakgrunden. Det är således ej meningsfullt att fortlöpande försöka kalibrera signalen från mätgivarna mot TS-halter bestämda på laboratorium. Under kortare perioder, då det är rimligt att antaga att processen och råvaran inte förändrats nämnvärt och därmed att torrs substansens sammansättning varit konstant, är det möjligt att erhålla ett bra samband mellan TS-halt och brytningsindex respektive densitet.

Vill man förvissa sig om, att på ett ur säkerhetssynpunkt **bra** sätt, kunna kalibrera **och reparera** en refraktometer under drift, bör instrumentet monteras på en avstängningsbar mätslinga enligt nedanstående schema (figur 3). Om instrumenten installeras på det föreslagna sättet bör gammastråleinstrumentet användas som torrhaltsvakt eftersom brytningsindexmätaren kan kopplas bort.

Refraktometer med slussventil kan användas som torrhaltsvakt om den monteras på brännlutledningen före lutsprutorna.

Gammastråleinstrumentet bör monteras på en vertikal rörledning för att minimera risken för problem med luft i strålgången.

Värmevärdet på svartlut till sodapannan kan beräknas relativt bra om man kombinerar informationen från ett gammastråleinstrument och en refraktometer (se figur 3). Detta kan exempelvis utnyttjas för att reglera flödet till pannan allt efter variationer i lutens värmevärde och på så sätt hålla en jämn bränsloeffekt (konstant last).



Figur 3 Principiellt arrangemang av mätgivare i lutledning samt s.k. lastregulator.

2. Instrument för stickprovsmätning

2.1 Snabbtorkning och vägning

Torrhalten kan analyseras med snabbmetod enligt nedanstående principer.

Prover med torrhalt över 50 % måste spädas före analysen. Provmängden som används är 1-2 gram av den väl omblandade utspädda lösningen.

Torkningen kan utföras på ett glasfiberfilter placerat på en aluminiumfolie i en ugn vid 105 °C med vägning på en yttre våg före och efter torkningen (aluminiumfolien är till för att snabbt kunna tillsluta torrsubstansen efter torkningen).

Torkningen kan också utföras på ett glasfiberfilter, placerat på en aluminiumfolie direkt på en våg med IR-torktillsats. Torkningen avslutas automatiskt när ingen viktminskning längre sker.

Analysmetoden där IR-torkning används är lämplig för bruk ute i sodahuset, metoden har dock 3-4 ggr sämre noggrannhet än ugnsmetoden.

2.2 Areometer

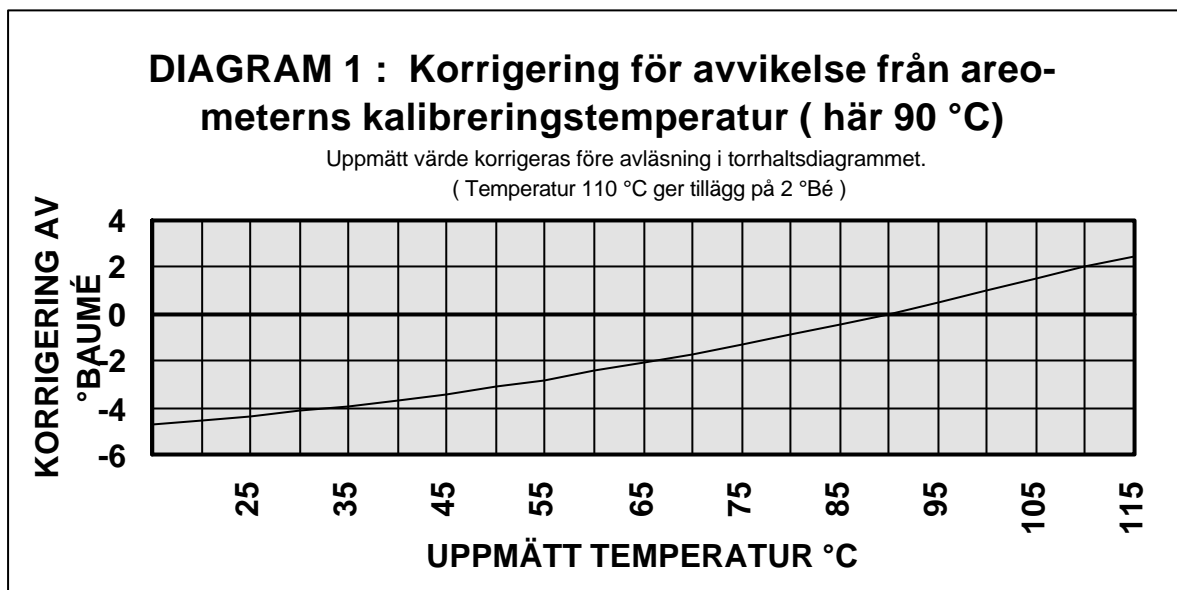
Med en areometer mätes svartlutens densitet baserat på Archimedes princip. En fast kropp, som flyter i en vätska, sjunker så långt att den undanträngda vätskans vikt är lika med kroppens vikt.

Vid användandet av en areometer, som visar Rationell Baumé, kan densiteten beräknas som $144,3/(144,3 - ^\circ\text{Bé}) \text{ kg/dm}^3$.

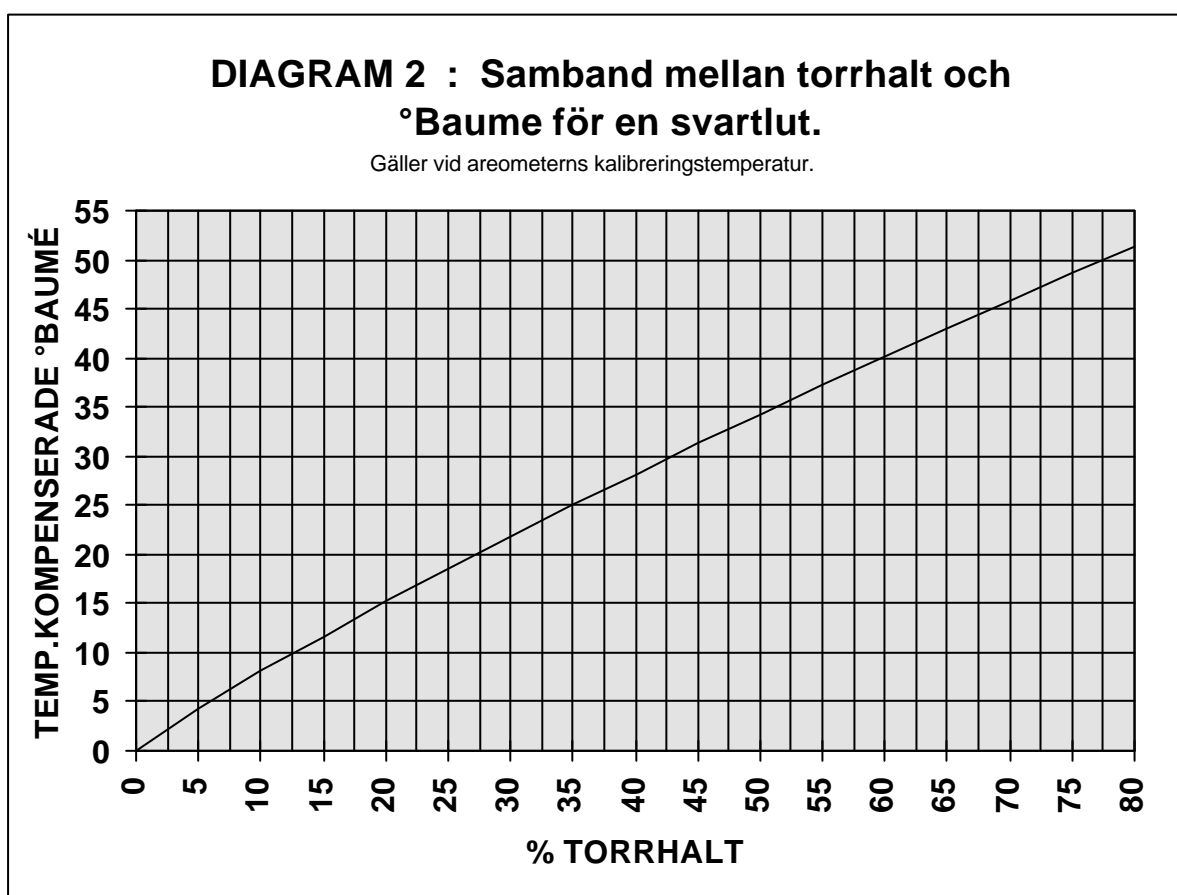
För att komma från °Bé till torrhalt måste en kurva som beskriver sambandet för den aktuella luten upprättas. Färdigupprättade kurvor som används (ex.vis figur 4 och 5) är gjorda för "normal" svartlut.

Vid mätning med areometer mätes samtidigt temperaturen på luten. Det avlästa °Bé-värdet korrigeras för luttemperaturens avvikelse från den på areometern angivna kalibreringstemperaturen enligt diagram 1 (figur 4). Med hjälp av det korrigerade °Bé-värdet kan man i diagram 2 (figur 5) avläsa luttorrhalten.

Areometer kan ej användas när luten är tixotrop, vilket kan förekomma hos lövlutar.



Figur 4



Figur 5