(19) DANMARK

PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **156922 B**

(21) Patentansøgning nr.: **3080/82**

(51) Int.Cl.[4] **G 01 N 15/08**

(22) Indleveringsdag: **09 jul 1982**

(41) Alm. tilgængelig: **10 jan 1984**

(44) Fremlagt: **16 okt 1989**

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: -

(71) Ansøger: ***VYZKUMNY USTAV STAVEBNICH HMOT; Hnevkovskeho 65; Brno, CS**

(72) Opfinder: **Milan *Zavadil; CS**

(74) Fuldmægtig: **Larsen & Birkeholm A/S Skandinavisk Patentbureau**

# (54) Fremgangsmåde til måling af den specifikke overflade af pulveriserede materialer og apparat til udøvelse af fremgangsmåden

(56) Fremdragne publikationer

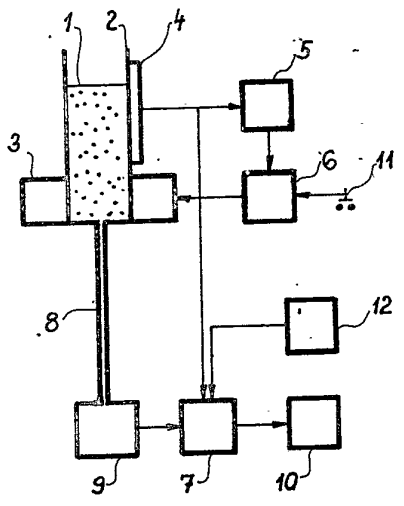
DK freml. skrift nr. 130665, 130896

(57) Sammendrag:

3080-82

Opfindelsen angår en fremgangsmåde og et apparat til måling af den specifikke overflade af pulveriserede materialer såsom cement eller pulverformig kalk i byggningsindustrien, cacaopulver eller tørmælk i fødevareindustrien eller pulveriseret kul. Formålet med opfindelsen er at åbne mulighed for måling på materialer af enhver struktur og med enhver massefylde samt ligeledes forbedring af målenøjagtigheden. Dette formål opnås ved at vibrationssammentrykke en løst ophældt prøve til en veldefineret form, en efterfølgende måling af prøvens volumen og prøvens pneumatiske modstand efterfulgt af en omsætning af de målte og kendte værdier til den specifikke overflade i overensstemmelse med den givne ligning. Apparatet til at udøve fremgangsmåden omfatter et målekar (2) udformet med en prøvevolumenmåler (4), idet målekarret (2) er fæstnet til vibratoren (3) og apparatet yderligere er udformet med et trykluftindtag i bunden af målekarret (2), idet trykluftindtaget er udformet med en pneumatisk modstandsmåler (9), hvis output er forbundet til det første input på vurderingsenheden (7), hvilken vurderingsenhed (7) er udformet med et andet input forbundet til den terminal, hvor indstillingen af prøvens massefyldefaktor finder sted, og yderligere med et tredie input, der er forbundet til output på prøvemængdemåleren (4).

3080-82




DK 156922 B

# FREMGANGSMÅDE TIL MÅLING AF DEN SPECIFIKKE OVERFLADE AF PULVERISEREDE MATERIALER OG APPARAT TIL UDØVELSE AF FREMGANGSMÅDEN

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til måling af den specifikke overflade for pulveriserede materialer, hvor man tildanner en prøve af materialet og måler prøvens modstand over for en strøm af luft gennem prøven. Opfindelsen angår også et apparat til udøvelse af fremgangsmåden.

Når pulveriserede materialer skal fremstilles og anvendes på forskellige industrielle områder, er den specifikke overflade et af de karakteristiske kriterier for produktionsprocessen og selve produktet. De hidtil kendte fremgangsmåder til måling af denne referenceværdi er enten baseret på fastsættelsen af den pneumatiske modstand for et defineret prøvefundament med konstant volumen og konstant masse eller baseret på princippet om diffraktion af lys ved de enkelte partikler i det målte materiale.

Ulempen ved den første fremgangsmåde er, at omfanget af målingen er begrænset, da sammenpresseligheden for materialet, der er komprimeret til det forud fastsatte konstante volumen ved hjælp af vibrationer eller stempelkomprimering, afhænger af partikelstørrelsen. For en vis prøvevolumenindstilling er det kun muligt at måle den pneumatiske modstand i et forholdsvis lille område, men målingsnøjagtigheden i det øvre og nedre grænseområde for målingen falder på grund af en utilstrækkelig homogenitet, porøsitet og form for prøven. En ulempe består endvidere i det forskelligartede tidsinterval, der kræves for ved vibration at bringe prøvevoluminet til den forud fastsatte værdi, da dette afhænger af materialets finhed. Et andet uønsket træk ved den eksisterende fremgangsmåde er målings-

omfangets afhængighed af det målte materiales massefylde. Prøver af tunge eller grove materialer presses ved hjælp af vibrationer sammen på kort tid til den forud fastsatte volumenværdi i målekarret, dog uden at opnå den nøjagtige form, der som oftest er cylindrisk. Eventuelt allerede efter en løs ihældning i målekarret af en afvejet mængde kan dens øvre niveau ligge under den fastsatte volumengrænse. Derimod må sammenpresningen ved hjælp af vibrationer for meget fine materialer udføres over meget lang tid, hvilket resulterer i en uensartet homogenitet for prøveporøsiteten, af og til mislykkes det endda at presse prøven sammen til det forud fastsatte volumen.

Ved den anden fremgangsmåde til måling afhænger nøjagtigheden af materialets partikelform, og det tilsvarende måleudstyr er ret kompliceret og yder derfor lavere driftsstabilitet, og investeringen samt driftsomkostningerne er også store.

Fra DK fremlæggelsesskrifterne nr. 130.665 og nr. 130.896 kendes lignende fremgangsmåder til måling af de omhandlede specifikke overflader, og ved den herfra kendte teknik forsøger man at undgå vejning af prøven ved at frembringe en prøve af standard porøsitet ved at sammenpresse materialet og sideløbende hermed måle prøvens elektriske kapacitet. Da dette er et resultat af en funktion af porøsiteten og den dielektriske konstant for det pågældende materiale, vil kapacitetsmåleresultatet, når det har nået en forud fastsat værdi, indikere, at prøven har nået den forudsatte porøsitet. På dette tidspunkt standses sammenpresningen, og målingen af prøvens permeabilitet i dens længderetning foretages derefter ved kendt måleteknik.

Ved den første af disse to fremgangsmåder sammenpresses

prøven med et stempel, hvorefter man måler længden af prøven, og ved den anden sammenpresses prøven ved vibrering og bibringes et standardvolumen.

Tunge eller grove materialer frembyder allerede, når de hældes i et målekar, en porøsitet, hvis værdi er lavere end de forud fastsatte standardværdier, medens lette eller fine materialer ikke nødvendigvis kan komprimeres til den forudsatte værdi. Som anført ovenfor, er målingen af porøsiteten baseret på måling af prøvens kapacitet, så den er afhængig af materialets dielektricitetskonstant. Denne kan imidlertid variere signifikant inden for det selvsamme materiale.

Dette er således tilfældet for cementklinker, hvis dielektricitets konstant afhænger betydeligt af brændingsgraden og sammensætningen af råmaterialerne samt deres blanding. I cementproduktion forekommer der ofte variationer i disse parametre, og dette ville føre til en hyppigt tilbagevendende omkalibrering af måleudstyret, hvilket er helt uacceptabelt i masseproduktion.

Sammenlignet med de ovenfor anførte ulemper er den kendsgerning, at stempelkompression af materialet er tilbøjeligt til at frembringe en uensartet homogenitet af prøven dog af mindre betydning.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen undgås disse ulemper, idet formålet med denne fremgangsmåde er at give mulighed for hurtigt og yderst nøjagtigt at måle pulveriserede materialer af vilkårlig struktur og vilkårlig masse.

Dette formål opnås ved en fremgangsmåde af den indledningsvist angivne art, hvilken fremgangsmåde ifølge opfin-

delsen er særegen ved, at en prøve af kendt masse og kendt massefylde hældes løst ned i et målekar og presses sammen ved hjælp af vibrationer til en geometrisk definerbar form, hvorefter prøvens volumen måles, og prøven udsættes for en forud fastsat trykdifferens, så nævnte strøm af luft frembringes gennem prøven, hvorunder prøvens pneumatiske modstand måles, idet den pneumatiske modstand defineres ved passagetiden for en konstant mængde trykluft gennem prøven, og den specifikke overflade P bestemmes ved brug af ligningen:

$$P = \frac{k \cdot \sqrt{\varepsilon^3} \cdot \sqrt{t}}{\gamma \cdot (1 - \varepsilon)} \qquad (I)$$

hvor

k er en instrumentkonstant,

t er passagetiden for den konstante mængde trykluft gennem prøven,

$\gamma$ er emnets massefylde, og

$\varepsilon$ gives af ligningen

$$\varepsilon = 1 - \frac{Q}{V \cdot \gamma} \qquad (II)$$

hvor

Q er prøvens masse, og

V er prøvens volumen.

Apparatet til udøvelse af nævnte fremgangsmåde er særegent ved, at det omfatter et målekar forsynet med et middel til måling af prøvevoluminet, idet målekarret er stift fæstnet til en vibrator, at apparatet har en tryklufttindgang, der

udmunder i bunden af målekarret, hvilken trykluftindgang er forsynet med et måleorgan til måling af pneumatisk modstand, at måleorganets udgang er forbundet til en første indgang på en vurderingsenhed, idet vurderingsenheden er forsynet med en anden indgang forbundet til en terminal til indstilling af prøvens massefyldefaktor og med en tredie indgang forbundet med udgangen fra midlet til måling af prøvevoluminet.

Fordelene ved denne fremgangsmåde og apparat er, at der kan udføres måling af materialer af enhver struktur og enhver massefylde, idet apparatets måleomfang kun er begrænset af måleomfanget af det middel, som måler prøvevoluminet, hvilket middel kan arbejde enten trinvist eller kontinuerligt. Den begrænsende og praktiske stabilisation af tidsintervallet for prøver af ethvert materiales sammenpresning resulterer ikke blot i accellerering af denne procedure, men særligt i væsentlig forbedring af homogeniteten for prøvens porøsitet og deraf følgende højere målenøjagtighed for den pneumatiske modstand. Kombineret med vurderingsenheden, der arbejder efter et indstillet program, udgør nævnte apparat en let tilgængelig enhed, der giver en meget høj reproducerbarhed og omfattende anvendelse.

Opfindelsen skal beskrives nærmere ved hjælp af et eksempel med henvisning til vedlagte tegning, der i hovedtræk viser en opstilling af enkelte elementer i apparatet.

Apparatet til måling af pulveriserede materialers specifikke overflade omfatter et målekar 2 udformet med en prøvevolumenmåler 4, idet målekarret 2 er fæstnet til vibratoren 3 til sammenpresning af prøven 1 i karret 2. Prøvemængdemåleren 4 kan løbende konstatere den dannede prøve-

mængde, eller den kan måle trinvist, hvilket lettere lader sig styre. Der er en trykluftindgang 8, der åbner ind i målekarrets 2 bund, idet trykluftindgangen 8 er forsynet med en pneumatisk modstandsmåler 9. Den pneumatiske modstandsmålers 9 udgang er forbundet med vurderingsenhedens 7 første indgang, hvilken enheds anden indgang er forbundet til terminalen 12 til indstilling af massefyldefaktoren for det målte materiale, og den tredie indgang er forbundet til prøvemængdemålerens 4 udgang. Netop denne udgang er forbundet også til niveauændringsindikatorens 5 indgang, hvilken indikators udgang er forbundet til styringsindgangen for driftskontakten 6 på vibratoren 3. Der er til vurderingsenheden 7 knyttet et digitalt lyspanel 10.

Apparatet beskrevet ovenfor fungerer som følger:

Et afmålt prøvemateriale 1 af en given masse hældes løst ned i et målekar 2, og prøvens massefyldefaktor indstilles på terminalen 12. Startknappen 11 aktiverer vibratorens 3 driftskontakt 6, og prøven presses ved hjælp af vibrationer ind i den definerede form, som hensigtsmæssigt er af en cylindrisk type. Forudsat at prøvemængdemåleren 4 måler løbende, registreres den opnåede mængde straks. Når målingen foregår trinvist, arbejder vibratoren 3, indtil den allerede udjævnede øvre overflade for prøven falder til den nærmeste nedre, forud fastsatte værdi for prøvemængden. I et sådant øjeblik aktiverer signalet fra prøvemængdemåleren 4, hvilket signal føres ikke blot til vurderingsenhedens 7 indgang men også til niveauændringsindikatorens 5 indgang, og vibratorens 3 driftskontakt 6, og prøvesammenpresningen stoppes. Herefter sker målingen af en pneumatisk modstand for prøven. Signalet, som repræsenterer denne variabel defineret som et tidsinterval krævet

for den konstante mængde af trykluft at passere gennem det målte prøvefundament, føres til vurderingsenheden 7, hvor de målte og indstillede værdier omsættes til et udgangssignal, der indikerer den specifikke overflade P for det målte materiale, idet dannelsen af signalet sker i overensstemmelse med ligningen:

$$P = \frac{k \cdot \sqrt{\varepsilon^3} \cdot \sqrt{t}}{\delta \cdot (1 - \varepsilon)} \qquad (I)$$

hvor

k er en instrumentkonstant, det vil sige en for det givne apparat hørende konstant, som skal dannes ved kalibrering,

t er tidsintervallet krævet for passage af en konstant mængde trykluft gennem prøven,

$\delta$ er prøvens massefylde, og

$\varepsilon$ er givet ved ligningen

$$\varepsilon = 1 - \frac{Q}{V \cdot \delta} \qquad (II)$$

hvor

Q er prøvens masse, og

V er prøvens volumen.

Målemetoden illustreres yderligere ved følgende måleoptegnelse:

En cementprøve med en massefylde på $\delta = 3{,}1$ g/cm$^3$ og en

total masse Q = 110 g blev hældt løst ned i et cylindrisk målekar med en indre diameter på 30 mm. Prøven blev ved hjælp af vibrationer i 10 sekunder presset sammen til en cylindrisk form. Af den målte prøvehøjde på 72,5 mm blev der beregnet et prøvevolumen V = 51,25 $cm^3$. Tidsintervallet for trykluftens passage gennem prøven t = 44,2 sekunder. Instrumentkonstanten k = 4578. Ved anvendelse af ovenstående ligning (II) blev først udregnet den variable

$$\varepsilon = 1 - \frac{110}{51,25 \cdot 3,1} = 0,308 \qquad \text{(II)}$$

og udskiftes dette tal i ligning (I), fås den specifikke overflade

$$P = 4578 \cdot \frac{\sqrt{0,308^3} \cdot \sqrt{44,2}}{3,1 \cdot (1 - 0,308)} = 2424 \ cm^2/g \qquad \text{(I)}$$

Apparatet til måling af pulveriserede materialers specifikke overflade er egnet til brug i produktion af byggningsmaterialer som cement og pulverformig kalk, i kemiske- eller levnedsmiddelindustri, det vil sige i fremstillingen af stivelse, cacaopulver, tørmælk etc. eller i olieproduktion, det vil sige til opnåelse af pulveriseret kuls egenskaber.

## P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til måling af den specifikke overflade af pulveriserede materialer, hvor man tildanner en prøve af materialet og måler prøvens modstand over for en strøm af luft gennem prøven, k e n d e t e g n e t ved, at en prøve af kendt masse og kendt massefylde hældes løst ned i et målekar og presses sammen ved hjælp af vibrationer til en geometrisk definerbar form, hvorefter prøvens volumen måles, og prøven udsættes for en forud fastsat trykdifferens, så nævnte strøm af luft frembringes gennem prøven, hvorunder prøvens pneumatiske modstand måles, idet den pneumatiske modstand defineres ved passagetiden for en konstant mængde trykluft gennem prøven, og den specifikke overflade P bestemmes ved brug af ligningen:

$$P = \frac{k \cdot \sqrt{\varepsilon^3} \cdot \sqrt{t}}{\gamma \cdot (1 - \varepsilon)} \qquad (I)$$

hvor

k er en instrumentkonstant,
t er passagetiden for den konstante mængde trykluft gennem prøven,
$\gamma$ er emnets massefylde, og
$\varepsilon$ gives af ligningen

$$\varepsilon = 1 - \frac{Q}{V \cdot \gamma} \qquad (II)$$

hvor

Q er prøvens masse, og

V er prøvens volumen.

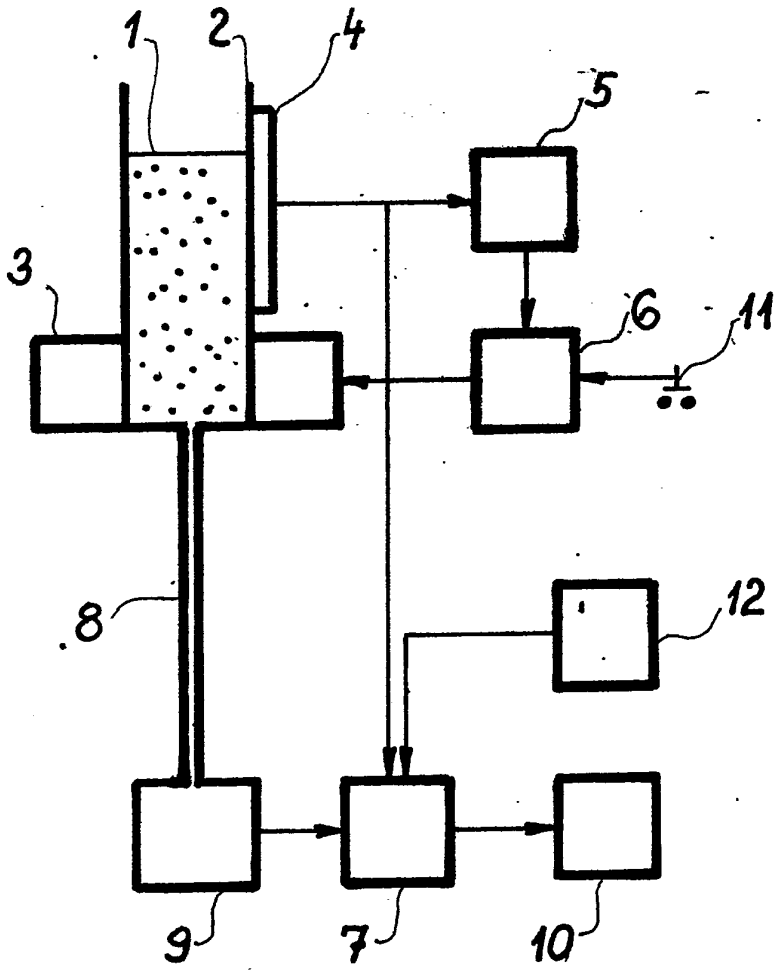
2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at prøven efter opnåelse af geometrisk definerbar form presses yderligere sammen ved hjælp af vibrationer til det næste målelige volumen.

3. Apparat til brug ved udøvelse af fremgangsmåden ifølge krav 1, hvilken fremgangsmåde tjener til måling af den specifikke overflade af pulveriserede materialer, hvor man tildanner en prøve af materialet og måler prøvens modstand over for en strøm af luft gennem prøven, k e n d e - t e g n e t ved, at apparatet omfatter et målekar (2) forsynet med et middel (4) til måling af prøvevoluminet, idet målekarret (2) er stift fæstnet til en vibrator (3), at apparatet har en trykluftindgang (8), der udmunder i bunden af målekarret (2), hvilken trykluftindgang (8) er forsynet med et måleorgan (9) til måling af pneumatisk modstand, at måleorganets (9) udgang er forbundet til en første indgang på en vurderingsenhed (7), idet vurderingsenheden (7) er forsynet med en anden indgang forbundet til en terminal til indstilling af prøvens massefyldefaktor og med en tredie indgang forbundet med udgangen fra midlet (4) til måling af prøvevoluminet.

4. Apparat ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at vurderingsenheden (7) er forsynet med en udgang, som er forbundet med et digitalt lyspanel (10).

5. Apparat ifølge krav 3 eller 4, k e n d e t e g n e t ved, at udgangen fra midlet (4) til måling af prøvevoluminet også er forbundet til en indgang på et niveauændringsindikerende middel, hvilket middels udgang er forbundet til en styringsindgang for et middel (6) til driftstil- og

fraslutning fra vibratoren (3).


1
2
4
5
3
6
11
8
12
9
7
10