



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

266 754

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 1/26

(21) PV 3971-88.M
(22) Přihlášeno 08 06 88

(40) Zveřejněno 11 04 89
(45) Vydáno 29 06 90

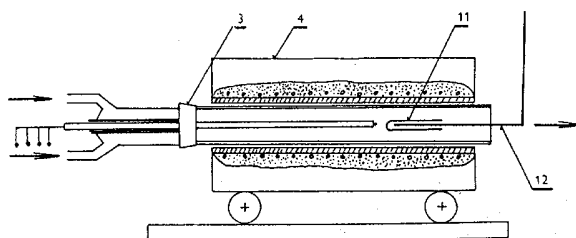
(75)
Autor vynálezu

SPITZER ZDENĚK ing.CSc.,
ČERMÁK BOJAN RNDr.CSc.,
ŘEHÁK KAREL ing.,
TOMA JAN ing.,
FÜLLSACK KAREL ing.,
LISÝ JAROMÍR ing., PRAHA

(54)

Zařízení pro stanovení reaktivity
kalcinátů vápenců

(57) Řešení se týká zařízení pro stanovení reaktivity kalcinátů vápenců vystavených proudu plynů s obsahem oxidu siřičitého. Podstata řešení je v tom, že vzorkovnice se vzorkem vysušené suspenze vápence je nasunuta na horizontální část vahadla elektromagnetických termovah. Vynález je možno použít zejména k měření aktivačních energií a frekvenčních faktorů.



OBR. 2

Vynález se týká zařízení pro stanovení reaktivity kalcinátů vápenců vystavených proudů plynů s obsahem oxidu siřičitého.

Dosud nejsou známy způsoby či zařízení, které by umožňovaly jednoduché, rychlé kontinuální stanovení reaktivity kalcinátů vápenců s oxidem siřičitým, při sledování procesu přenosu hmoty v celém rozsahu od 0 do 100 % konverze.

V mnoha případech známé postupy pro stanovení reaktivity kalcinátů zkoumají vzorek diskontinuálně, opakovaným krokovým postupem s následujícím analytickým stanovením obsahu síranů v produktech. Diferenciální vsádkové reaktory nebo reaktory s fluidním ložem neumožňují měření nízkých stupňů konverze oxidu vápenatého vzhledem k časové náročnosti ustavení ovládacích prvků aparatur a parametrů procesu.

V některých případech je sledovaný vzorek kalcinátu umístěn v misce na vertikálním vahadle starších typů elektromagneticky kompenzovaných vah typu Cahn, u nichž není dostatečně zajištěna poloha při bočním namáhání. Proto se používá v těchto případech proudění plynu s obsahem oxidu siřičitého ve svislém směru, čímž se sledovaný vzorek nadlehčuje a tak výrazně ovlivňuje údaj vah. Při takovémto postupu se musí volit nízké průtoky plynu, asi do $200 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ a koncentrace oxidu siřičitého v plynu od 5 do 50 % obj., což mnohonásobně překračuje koncentrace oxidu siřičitého ve spalínách paliv a tudíž neodpovídá skutečnosti.

Nevýhody odstraňuje zařízení podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že vzorkovnice 11 se vzorkem vysušené suspenze vápence je nasunuta na horizontální část vahadla 12 elektromagnetických termovah 6.

Vynález umožňuje kontinuální měření reaktivity kalcinátů s oxidem siřičitým, v podmínkách diferenciálního reaktoru, při přenosu hmoty vodorovného bočního proudění, jehož aerodynamické účinky působí na vzorek vodorovně, takže neovlivňují měření ani při zvýšené rychlosti proudění plynu s oxidem siřičitým až do průtoků $6000 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$, při libovolně nastavitelných koncentracích oxidu siřičitého. Vyšší účinek vynálezu vyplývá z možnosti kontinuálního měření reaktivity kalcinátů vápenců s oxidem siřičitým od nejnižších stupňů konverze až do 100 % konverze, při vysokém průtoku plynů odpovídajícímu podmínkám diferenciálního reaktoru, bez potřeby analytického stanovení obsahu produktu sulfatační reakce, neboť proces se sleduje při teplotách nad 800°C , kdy jediným produktem reakce v oxidačním prostředí je síran vápenatý.

Další výhoda je v tom, že před vlastní sulfatací lze sledovat při vhodně zvoleném programu vzestupu teploty kontinuálně postup a stupeň kalcinace vápence. K vyhodnocení výsledků není nutno provádět žádné další rozborů vzorků.

Příklad zařízení podle vynálezu je znázorněn na výkresech obr. 1 a obr. 2. Obr. 1 znázorňuje zařízení, které je tvořeno reaktorem 3 z křemenného skla, umístěným v horizontální pojízdné elektrické peci 4 vybavené programovatelným regulátorem 5 teploty; v reaktoru 3 je umístěna horizontální část vahadla 12 s nasunutou zkumavkou 11 z křemenného skla s naneseným jemně zrnitým kalcinátem, zpravidla o zrnitosti pod $90/\mu\text{m}$. Do reaktoru 3 je čelně zaústěn přívod plynu s obsahem oxidu siřičitého nebo spalín, přiváděných přes regulační ventil 1 a průtokoměr 2. Z opačné strany reaktoru je zavedena horizontální část vahadla 12 elektromagneticky kompenzovaných vah 6 s nasunutou vzorkovnicí 11; ostatní volný průřez reaktoru slouží k odvodu nezreagovaných komponent vstupní plyné směsi. Elektrováhy 6 umístěné mimo elektrickou pec, zpravidla bočně nad pecí ve výšce asi 200 mm, což je délka vertikální části pravoúhlého vahadla, jsou ovládány pomocí

266754

elektronické části 7 vah 5 udržující vahadlo v nulové poloze. Váhy 6 jsou napojeny na vyhodnovací zařízení 8, jímž je digitální milivoltmetr a liniový kompenzační zapisovač 9 udávající okamžitou hmotnost kalcinátu nebo změněnou hmotnost v důsledku reakce kalcinátu s oxidem siřičitým na síran vápenatý.

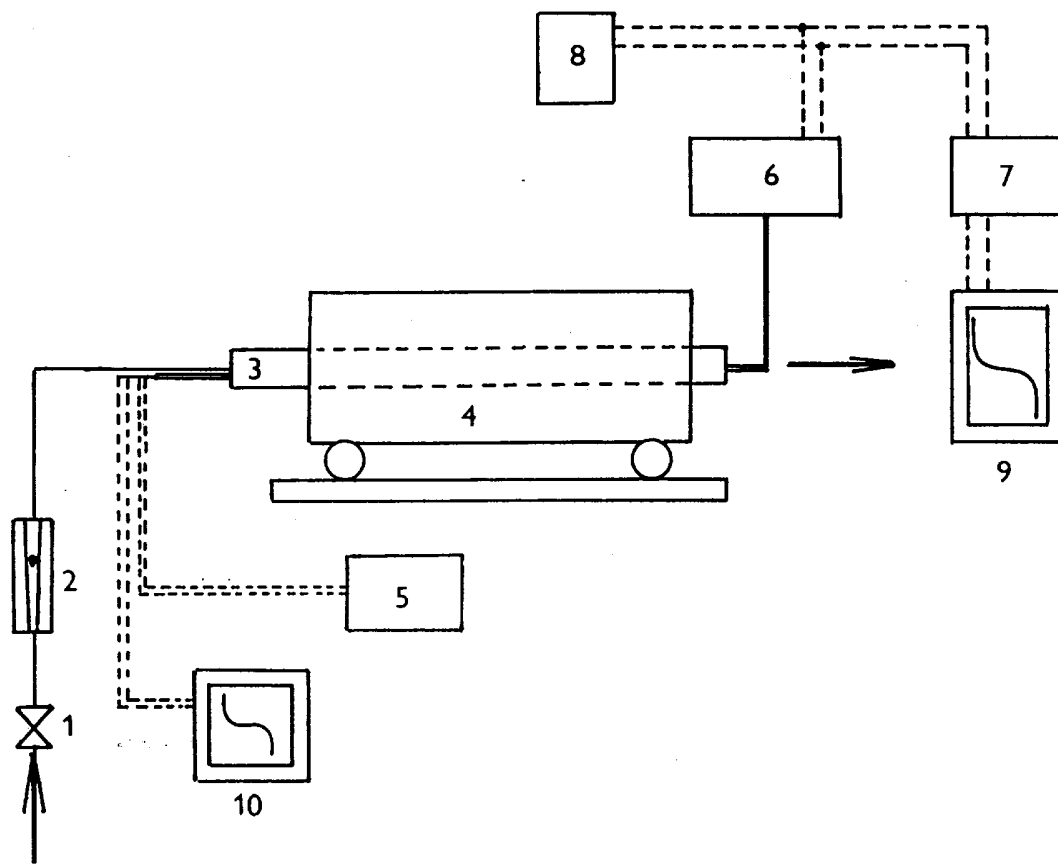
Směs plynů obsahující oxid siřičitý se přivádí z zneznázorněného zdroje přes regulační ventil 1 a průtokoměr 2 do reaktoru 3 o světlosti asi 20 mm, umístěného v elektrické pídce 4, vybavené programovatelným regulátorem 5 teploty. Plyn prochází reaktorem a při styku se vzorkem dochází k přenosu hmoty. Hmotnostní změny jsou zachyceny elektrickými termovahami 6, ovládanými elektronickou částí 7 vah 6. Vystupující elektrický signál přichází do digitálního milivoltmetru 8 a rovněž v časové závislosti do lineárního kompenzačního zapisovače 9. Časový průběh teploty vzorku je zaznamenáván na zapisovači 10 teplot pomocí termočlánku umístěného v reaktoru 3 poblíž vzorkovnice - obr. 1.

Způsob podle vynálezu se uskuteční takto: Jemně mletý vápenec, zpravidla o zrnitosti pod $90\mu\text{m}$, se smíchá s vodou a vytvoří se suspenze vhodné konsistence. Zkumavka 11 o světlosti cca 5 mm se upne jako vřeteno sklíčidla ruční vrtačky. Ponořením do větší zkumavky se suspenzí vápence ve vodě a krouživým pohybem sklíčidla se nanese na vnější část vzorkovnice 11 potřebné množství suspenze. Po vysušení vody pomocí infralampy se diferenčně stanoví hmotnost vápence, obvykle kolem 100 až 200 mg. Zkumavka 11 se vsune na horizontální část vahadla 12 vah 6 a pomocí pojezdových koleček se najede s reaktorem a elektrickou pecí do měřicí polohy - obr. 2. Při programovém růstu teploty, obvykle $5\text{ až }10^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, vzorek vápence kalcinuje až do teploty asi o 50°C vyšší než bude reakční teplota při měření reaktivity kalcinátu s oxidem siřičitým. Vzorek vápence se nechá zkalcinovat na konečné teplotě po dobu minimálně 15 min., pokud není ustavena rovnováha - hmotnost se nemění. Kalcinace se provádí v proudě vzduchu nebo dusíku při průtoku asi $4000\text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$, rovněž tak ochlazení kalcinátu na reakční teplotu sulfatace po skončení kalcinace. Po záměně vzduchu, resp. dusíku za modelovou směs plynů nebo spalín s obsahem oxidu siřičitého se na kalcinát přivádí směs plynů v množství až $6000\text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$. Teplota pece se udržuje konstantní na $\pm 2^{\circ}\text{C}$ pomocí regulátoru teploty. Měření reaktivity kalcinátu s oxidem siřičitým se provádí při konstantním průtoku směsi plynů a konstantní teplotě reakce až do ukončení reakce, které je signalizováno konstantním údajem milivoltmetru 8 a nebo neměnnou výchylkou zapisovače 9. Takto je pro každý vzorek vápence, resp. kalcinátu zajištěna závislost změny hmotností na čase, což umožňuje vypočítat následující charakteristické veličiny pro vzorek; časovou závislost stupně konverze vápence na kalcinát, rychlostní konstanty a řád sledované reakce kalcinace, reakční časy pro určité stupně kalcinace, časovou závislost stupně konverze kalcinátu vápence na síran vápenatý, rychlostní konstanty sulfatace, reakční časy pro určité stupně sulfatace a reaktivitu kalcinátu jako podíl skutečného zreagovaného množství oxidu siřičitého k množství teoretickému.

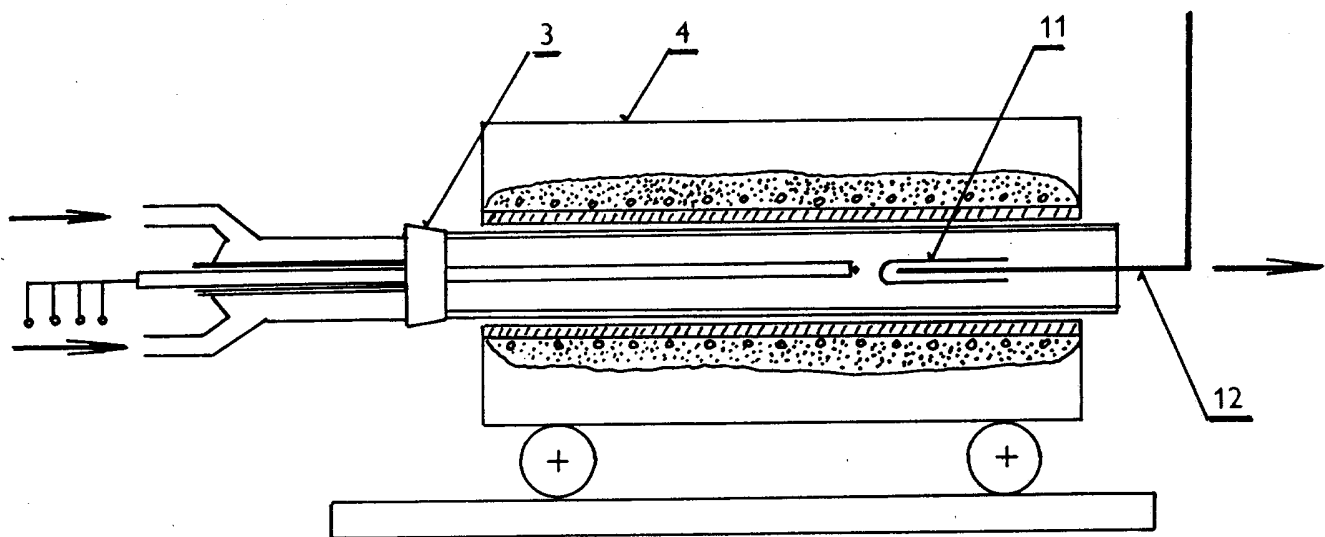
Vynález je možno použít zejména k měření aktivačních energií a frekvenčních faktorů.

1. Zařízení pro stanovení reaktivity kalcinátu vápenců vystavených proudu plynů s obsahem oxidu siřičitého při stálém průtoku a konstantní teplotě vyšší než 800°C , tvořené zejména reaktorem, vzorkovnicí, pecí s programovatelným regulátorem a vyhodnocovacím zařízením vyznačené tím, že vzorkovnice /11/ se vzorkem vysušené suspenze vápence je nasunuta na horizontální část vahadla /12/ elektromagnetických termovah /6/.

2 v ý k r e s y



OBR.1



OBR. 2