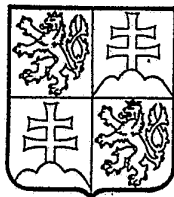


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 434

(21) PV 8353-88.L
(22) Přihlášeno 16 12 88

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 03 02 92

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
G 01 N 1/28

(75) Autor vynálezu CHROMÝ STANISLAV RNDr. DrSc., BRNO

(54) Způsob mikroskopického stanovení obsahu
volného oxidu vápenatého v nábrusu
ze slínku portlandského cementu

(57) Předmětem řešení je způsob stanovení
obsahu volného oxidu vápenatého ve slínku
portlandského cementu, spojený s mikro-
skopickým zkoumáním nábrusu, zhotoveného
ze vzorku slínku. Za účelem zvýšení re-
prezentativnosti výsledků stanovení se
na rozdíl od dosavadního způsobu, kdy se
zkoumá nábrus jednotlivé granálie slínku,
u navrhovaného způsobu použije zrnového
nábrusu, který se zhotoví ze slínkové
drti a obarví působením par kyseliny oc-
tové. Zrnový nábrus se výhodně vytvoří
ze dvou vrstev epoxidové pryskyřice, vy-
tvrzených při teplotě 90 až 110 °C, z
nichž první, obsahující slínkovou drt,
se obrousí a vyleští.

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu volného oxidu vápenatého, při němž se mikroskopicky zkoumá nábrus, zhotovený ze vzorku slínku.

Při výrobě portlandského cementu je informace o obsahu volného oxidu vápenatého ve slínku nejdůležitějším předpokladem správného vedení výpalu a kvality produkce. Dosud se toto stanovení provádí chemicky extrakční metodou nebo mikroskopicky v nábrusech jednotlivých granálií slínku. V prvním případě je stanovení časově náročné a neposkytuje současně informaci o obsahu ostatních fází ve slínku, která je nezbytná pro správnost zásahů do úrovně výpalu i určení kvality slínku. Ve druhém případě jsou sice informace k dispozici v krátké době, rozdílly ve stupni výpalu jednotlivých granálií slínku, které se vyskytují při některých způsobech jeho výroby, však hodnotu těchto informací značně snižují.

Odstranění těchto nedostatků řeší vynález, jehož podstata spočívá v tom, že vzorek slínku se podrtí a ze slínkové drti se zhotoví zrnový nábrus, který se obarví působením par kyseliny octové, načež se v něm mikroskopicky stanoví počet zrn volného oxidu vápenatého na jednotku jeho plochy. Zrnový nábrus se k uvedenému účelu s výhodou zhotoví tak, že se ze slínkové drti vytvoří vodorovná stejnoměrná vrstva o maximální tloušťce 3 mm, která se zahřeje na teplotu 90 až 110 °C, prosytí epoxidovou pryskyřicí a udržuje při této teplotě až do ztuhnutí pryskyřice, potom se na první vrstvě vytvoří druhá vrstva téže pryskyřice o větší tloušťce a zahřívá na stejnou teplotu, načež se po ztuhnutí druhé vrstvy první vrstva částečně obrousí a vyleští.

Způsob podle vynálezu zaručuje vysokou reprezentativnost stanovení volného oxidu vápenatého při současném posouzení reálného obsahu ostatních fází v produkovaném slínku, tím umožňuje optimalizovat zásahy do výpalu v rotační peci i do surovinové skladby, a tak udržovat požadovanou kvalitu produkce při nízké spotřebě energie. Vysoké pohotovosti stanovení je dosahováno dvoufázovou přípravou nábrusu, kdy malý objem pryskyřice ve vrstvě slínku zabrání spontánní silně exotermní polymerizaci a zpěnění vrstvy. Ve druhé vrstvě je tento jev naopak vítaný, protože urychlí vyplnění použité formy a vytvrzení první vrstvy, kterou lze hned opracovat. Úhrnná doba, potřebná ke zhotovení nábrusu, je kratší než 10 min, od dodání slínku do laboratoře včetně stanovení volného oxidu vápenatého nepřekročí 15 min. Obarvení nábrusu parami kyseliny octové zaručí jednoznačnou identifikaci volného oxidu vápenatého i všech ostatních slínkových fází. Stanovení měrného počtu zrn se provádí počítáním v jednotlivých, navzájem se nepřekrývajících zorných polích mikroskopu. Obsah volného oxidu vápenatého ve slínku je lineární funkcí středního měrného počtu jeho zrn, přičemž charakteristická směrnice této závislosti se pro každou výrobní lokalitu stanoví paralelním počítáním a stanovením volného oxidu vápenatého ve zbytkové slínkové drti chemickou cestou.

Popsaný způsob stanovení volného oxidu vápenatého je dále podrobněji objasněn na příkladu:

V závodě se suchým způsobem výroby cementu bylo přímo z výpadu z rotační pece odebráno v časovém období 20 dnů 20 vzorků slínku o hmotnosti 5 kg. Z každého vzorku bylo vybráno pro zhotovení zrnového nábrusu 10 granálií velikosti 10 až 15 mm. Zbytek každého vzorku slínku byl podrcen, pomlet a zhomogenizován a byl v něm stanoven obsah volného oxidu vápenatého obvyklým postupem chemickou metodou, používanou v závodě. Granálie vybrané pro zhotovení nábrusu byly podrceny na průchod sítím s velikostí oka 1 mm. Ze zbytku na sítě s velikostí oka 0,5 mm bylo vždy odebráno takové množství, aby se vytvořila vrstva silná 2 mm na dně válcové formy o průměru 15 mm z hliníkové fólie, postavené na kovové desce, temperované na 100 °C. Slínková drť byla nasycena několika kapkami epoxidové pryskyřice CHS 110. Po jejím zatuhnutí za 2 až 3 min byla vždy na tuto první vrstvu nalita další vrstva téže epoxidové pryskyřice o větší

tloušťce, která po několika minutách vypěníla a ztuhla, přičemž zcela vyplnila formu. Vzniklý odlitek byl snát ze zahřívací desky, vrstva se slínkovou drtí byla pod vodou odbroušena na brusných papírech asi o 0,5 mm a nábrus byl obvyklým způsobem vyleštěn diamantovou pastou. Všechny tyto připravené nábrusy byly obarveny položením na textilní přepážku na hrdle láhve s ledovou kyselinou octovou po dobu 1 sekundy. Ve všech nábrusech bylo provedeno počítání zrn volného oxidu vápenatého (vol. CaO) v deseti zorných polích mikroskopu s průměrem 2,2 mm. Průměrné počty zrn v jednom zorném poli (n) byly vyneseny proti obsahům chemicky stanoveného oxidu vápenatého a směrnice přímky, proložené metodou nejmenších čtverců, činila 7,2 zr. 1 % vol. CaO^{-1} . Tím byla stanovena charakteristická konstanta závodu a mohlo být zahájeno provozní využívání způsobu podle vynálezu k řízení výroby v závodě. Slínek se odebíral pravidelně každou hodinu, popsaným způsobem se z něho zhotovil vždy pouze jediný zrnový nábrus, ve kterém se stanovil průměrný počet zrn volného CaO v deseti zorných polích mikroskopu, obsah volného oxidu vápenatého ve slínku se vypočítal ze vztahu

$$\text{vol. } \text{CaO} (\%) = n/7,2.$$

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob mikroskopického stanovení obsahu volného oxidu vápenatého v nábrusu ze slínku portlandského cementu, vyznačený tím, že vzorek slínku se podrtí, ze slínkové drti se zhotoví zrnový nábrus, který se obarví působením par kyseliny octové, načež se v něm mikroskopicky stanoví počet zrn volného oxidu vápenatého na jednotku jeho plochy.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se ze slínkové drti vytvoří vodorovná stejnoměrná vrstva o maximální tloušťce 3 mm, která se zahřeje na teplotu 90 až 110 °C, prosytí epoxidovou pryskyřicí a udržuje při této teplotě až do ztuhnutí pryskyřice, potom se na první vrstvě vytvoří druhá vrstva téže pryskyřice o větší tloušťce, celek se zahřívá na stejnou teplotu, načež se po ztuhnutí druhé vrstvy první vrstva částečně obrousí a vyleští.