ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203664
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[3]
G 01 N 25/20

/22/ Přihlášeno 02 01 79
/21/ /PV 41-79/

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)
Autor vynálezu BRANDŠTETR JIŘÍ doc. ing. CSc. a PLEVA MILAN dr., BRNO

(54) Způsob stanovení obsahu aktivní složky v páleném vápně a vápenném hydrátu

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu aktivní složky, to jest využitelného vápna v páleném vápně a vápenném hydrátu vhodného pro provozní chemické laboratoře.

Vzhledem k mnohoúčelovému použití páleného vápna se pro posouzení výrobku používá celá řada zkušebních metod, zjišťujících jednotlivé vlastnosti vápna. Detailnější znalost jeho složení je často rozhodujícím faktorem, určujícím jeho vhodnost pro konkrétní účely.

Nejdůležitější součástí páleného vápna je aktivní kysličník vápenatý, jehož obsah je rozhodující při posouzení kvality výrobku, u vápenného hydrátu je to pak hydroxid vápenatý. Jako aktivní složka se uplatňuje též ta hydrolyzovatelná část hlinitanu a křemičitanu vápenatého, která reaguje s vodou v přiměřeně krátké době, případně některé hořečnaté složky.

Pro stanovení obsahu aktivní složky v páleném vápně bylo navrženo několik metod, převážně titračních, z nichž je relativně nejpřesnější metoda, označovaná jako sacharátová metoda, podle níž se navážka vápna vyhasí malým množstvím vody za horka a po přídavku studené vody a sacharosy, která zvyšuje rozpustnost kysličníku vápenatého, se titruje odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové na fenolftalein jako indikátor.

Tato metoda je však zdlouhavá, dává nevalně reprodukovatelné výsledky jednak pro nehomogennost vzorku při malých navážkách a též vzhledem k různému stupni karbonatace hydroxidu v roztoku vzorku během postupu stanovení, takže není vhodná pro sériové provozní rozbory. Proto se provádí pouze chelatometrické stanovení celkového kysličníku vápenatého, které ovšem nedává správný obraz o kvalitě výrobku, poněvadž výsledek zahrnuje i neaktivní, tvrdě pálené vápno, vápník vázaný ve formě uhličitanu a jiné. Pro stanovení obsahu aktivního vápna v páleném vápně je též doporučováno použít výsledků měření získaných při stanovení aktivity vápna v Dewarově nádobě s teploměrem, kde z časového průběhu změn teploty soustavy při hašení vzorku vodou se určí aktivita vápna a z maximální dosažené teploty se pak vypočítává obsah aktivní složky, avšak s nevyhovující přesností a špatnou reprodukovatelností.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob stanovení obsahu aktivní složky v páleném vápně

a vápenném hydrátu podle vynálezu, jehož podstatou je, že do přesně odměřeného objemu reakčního roztoku, tvořeného například zředěnou kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 1 až 6 mol/litr, se vpraví navážka tuhého vzorku, načež se změří změna teploty roztoku před a po průběhu reakce, která je úměrná obsahu stanovované složky.

Ze známých zařízení použitelných k tomuto účelu jsou to především reakční kalorimetry pro stanovení rozpouštěcích tepel, jejichž složité konstrukce však vylučují možnost jejich využití k rychlým chemickým rozborům, kde je nutná snadná výměna vzorků. Pro analytické využití reakcí tuhé látky s roztokem není znám žádný dostupný kalorimetr. Proto bylo pro způsob stanovení obsahu aktivní složky v páleném vápně a vápenném hydrátu podle vynálezu zkonstruováno jednoduché zařízení, které je vhodné pro sériové provozní analýzy, kde je nutná rychlá výměna vzorků. Navíc na základě různé reakční schopnosti některých jiných činidel lze na daném zařízení ve vápně stanovit i doprovodné složky, jako například hlinitany a křemičitany vápenaté a další. Zařízení umožňuje připojení registračního přístroje výsledků pro sledování průběhu reakce v časové závislosti. Provedení celého měření je velmi snadné a netrvá déle než tři minuty.

Zkonstruované zařízení je znázorněno na výkrese, který představuje schematický řez zařízení v nárysu.

Zařízení je tvořeno reakční nádobou 1 z plastického materiálu, která je vložena v Dewarově nádobě 2. Ta je uložena v izolačním bloku 3 například z pěnového polystyrenu. Reakční nádoba 1 je opatřena víkem 4, v němž je vloženo míchadlo 5 připojené k neznázorněnému pohonnému ústrojí. Ve víku 4 je dále vloženo teplotní čidlo 6, například termistor. Dále je víko 4 opatřeno otvorem 7 pro vložení dávkovače 8 tuhých vzorků 9 s pístem 10 a vodotěsným víčkem 11. Teplotní čidlo 6 je elektricky spojeno s Wheastonovým můstkem 12, k němuž je elektricky připojen digitální milivoltmetr 13. K němu může být připojen ještě registrační přístroj 14, například zapisovač nebo tiskárna.

Příkladný způsob stanovení obsahu aktivní složky, uskutečněný na popsaném zařízení, je následující:

Do reakční nádoby 1 se odměří přesně 100,0 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 2 mol/litr, aby v něm reagovala pouze aktivní složka daného vápna. Teplota tohoto reakčního roztoku se nemá lišit více než ± 0,5 °C od teploty laboratoře. Reakční nádoba 1 se přikryje víkem 4 s míchadlem 5 a teplotním čidlem 6. Do dávkovače 8 na tuhé vzorky 9 se odváží stanovené množství, například 1 g práškového vzorku 9 vápna nebo vápenného hydrátu s přesností ± 2 mg. Dávkovač 8 se pak uzavře vodotěsným víčkem 11, zasune do otvoru ve víku 4 tak, aby vzorek 9 byl obklopen reakčním roztokem, a uvede se do chodu míchadlo 5. Na Wheatstonův můstek 12 se vloží napětí o takové hodnotě, aby při navážce 1 g čerstvě přežíhaného kysličníku vápenatého displej připojeného digitálního milivoltmetru 13 ukazoval přesně 100,0. Digitální milivoltmetr 13 se nastaví na nulu, vzorek 9 se z dávkovače 8 pístem 10 zvolna vytlačí do reakčního roztoku a na displeji digitálního milivoltmetru 13 se odečte maximální dosažená hodnota, udávající obsah využitelného vápna ve vzorku přímo v procentech. Připojení neznázorněného paměťového zařízení podržujícího na displeji maximální dosaženou hodnotu a registračního přístroje 14, například zapisovače nebo tiskárny, umožní získání písemného záznamu o provedeném rozboru.

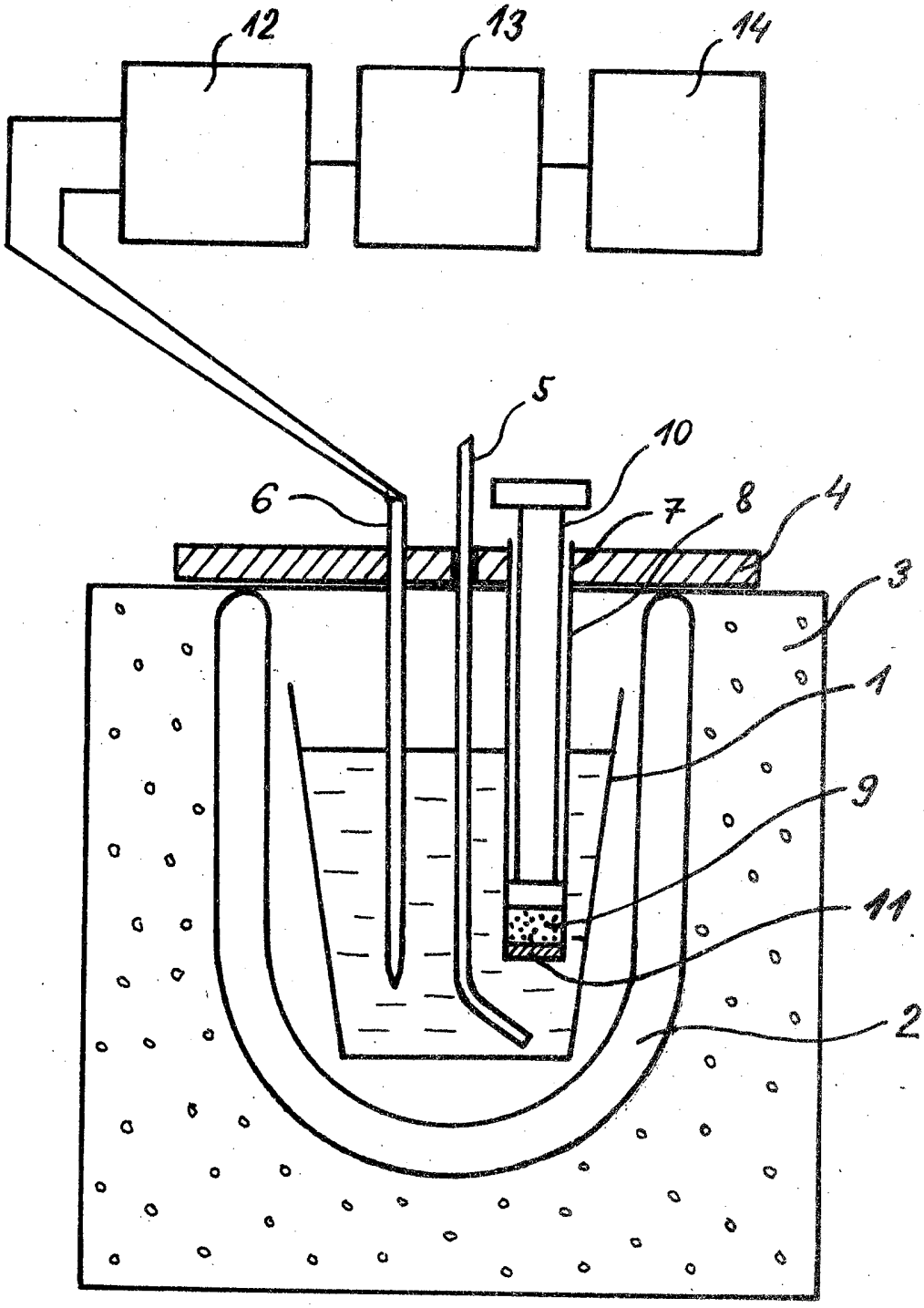
Zařízení lze využít obecně při rychlých sériových rozborech výrobků i surovin maltovinářského průmyslu, při stanovení hydratačních tepel cementů, při studiu kinetiky různých reakcí, například aktivity vápna a podobně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení aktivní složky v páleném vápně a vápenném hydrátu, vyznačující se tím, že do přesně odměřeného objemu reakčního roztoku, tvořeného například zředěnou kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 1 až 6 mol/litr, se vpraví navážka tuhého vzorku, načež se změří změna teploty roztoku před a po průběhu reakce, která je úměrná obsahu stanovované aktivní složky.

1 list výkresů

Severografia, n. p., závod 7, Most


12
13
14
5
10
6
7
8
4
3
1
9
11
2