



УКРАЇНА

(19) UA (11) 50766 (13) U
(51) МПК (2009)
G01N 27/22МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФІЗИЧНОЇ ВОДИ У ДИСПЕРСНИХ РЕЧОВИНАХ

1

2

(21) u200912974

(22) 14.12.2009

(24) 25.06.2010

(46) 25.06.2010, Бюл.№ 12, 2010 р.

(72) ГУРИН ВАСИЛЬ АРСЕНТІЙОВИЧ, СКРИПНИК
ІГОР ГАВРИЛОВИЧ, БІЛЬЧУК ВАСИЛЬ ОЛЕКСА-
НДРОВИЧ, КОРЕНЬ ДМИТРО МИХАЙЛОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ВОДНОГО
ГОСПОДАРСТВА І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ(57) Спосіб визначення вмісту фізичної води у ди-
сперсних речовинах, подрібнених чи таких, що
знаходяться у дрібнодисперсному стані (у вигляді

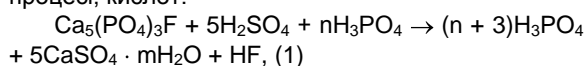
порошків) із застосуванням методу діелектрометрії, який **відрізняється** тим, що для вимірювання використовують зразки досліджуваних, ущільнених під пресом до товщини і форми поверхні відповідно геометричним розмірам, обкладинок конденсатора-комірки, вимірюють електроємність за допомогою містка Шеринга і встановлюють вологість за залежністю $\varepsilon = f(W)$, де ε - відносна діелектрична проникність матеріалу, а W - вміст фізичної води у досліджуваному зразку.

Корисна модель належить до використання методу діелектрометрії у визначенні вологості гіпсового каменю, фосфогіпсу, борогіпсу та інших подрібнених речовин.

Насичення речовин чи матеріалів водою істотно позначається на інших властивостях: підвищується середня густина, теплопровідність, знижується міцність, морозостійкість. Вологість матеріалу залежить від вологості навколишнього середовища, атмосферних явищ (дощ, танення снігу та ін.). Будівельні матеріали та вироби під час транспортування, зберігання і використання зазнають дії води або водяної пари. При цьому капілярно-пористі матеріали звожуються за рахунок поглинутої води з оточуючого повітря або при безпосередньому контакті з водою (гігроскопічність, капілярне всмоктування).

Дигідрат сульфату кальцію $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в природі зустрічається у вигляді мінералу гіпсу, що містить за масою у % : CaO - 32,56; SO_3 - 46,51; H_2O - 20,93. Природна вологість гіпсового каменю відносно невелика і знаходиться в межах від 2...3 до 10...12%. Вміст основної речовини знаходиться в межах 75...95%.

Фосфогіпс є відходом виробництва екстракційної фосфорної кислоти, яка одержується із фосфатної сировини фторатиту шляхом розчинення у суміші сірчаної і фосфорної, яка утворилась в процесі, кислот:



В залежності від температури процесу розкла-

дання і вмісту в рідкій фазі реакційної пульпи H_3PO_4 та домішок може осаджуватись ангидрит ($m = 0$), напівгидрат ($m = 0,5$) або дигидрат ($m = 2$) сульфату кальцію. Найбільш поширений дигидратний процес при температурі 70...80°C і концентрацією P_2O_5 у рідкій фазі 25...32% з теплотою реакції 384,4 кДж/моль.

Кристалічний осад сульфату кальцію відокремлюється від фосфатної кислоти фільтруванням і він може бути представлений однією із трьох форм: дигідратом $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, напівгидратом $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ або ангидритом CaSO_4 .

В залежності від пори року вологість відвального фосфогіпсу знаходиться в широких межах від 15 до 40%. За хімічним складом фосфогіпс на 96...98% складається із сірчаноокислого кальцію, який залежить від умов виробництва фосфорної кислоти і може знаходитись в двохводній, напівводній або безводній модифікаціях.

При звичайних умовах дигидрат сульфату кальцію $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ являє термодинамічну стійку тверду фазу із мінімальним значенням вільної енергії і знаходиться у рівноважному стані. При нагріванні його проходить зміна рівноважного стану, тобто дегідратація, основним продуктом якої є утворення α - чи β -модифікацій напівгидрату сульфату кальцію $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ($2\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$): α - $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ утворюється при обробці $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ при температурі вищій за 97...115°C у середовищі насиченої пари і у воді чи розчинах деяких солей, тобто в умовах при яких вода із двохводного гіпсу виділяється у капельно-рідкому

(13) U

(11) 50766

(19) UA

стані. Він кристалізується у вигляді добре утворених крупних, щільних, прозорих голок чи призм; α - $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ одержується при звичайному нагріванні $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ при температурі $100 \dots 160^\circ\text{C}$ при видаленні з нього води у вигляді перегрітої пари. Він складається із дрібних агрегатів погано виражених кристалів, внаслідок чого його частинки одержують структуру із значно розвиненою внутрішньою поверхнею (питома поверхня $\text{S}_{0\beta}$ - $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ в 2..2,5 разів вища, ніж α - $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$).

Відомий спосіб визначення масової частки гігроскопічної вологи у вогкому камені шляхом прямих вимірювань втрати маси досліджуваного зразку при його нагріванні в бюксах, попередньо висушених при температурі $50 \pm 5^\circ\text{C}$ на протязі 6 годин, у сушильній шафі при температурі $50 \pm 5^\circ\text{C}$ протягом 10 годин з послідовним визначенням вологості W за формулою:

$$W = \frac{m - m_c}{m_c} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

де: m - маса матеріалу з природною вологістю, г; m_c - маса матеріалу, висушеного до сталої маси, г.

(Камінь гіпсовий штучний із фосфогіпсу. Технічні умови. ДСТУ.2.7-3-93, 10С., с.6-7).

Недоліком відомого способу є значні затрати часу на підготовку устаткування і проведення випробування досліджуваного зразка гіпсового каменю та визначення його вологості. Окрім зазначеного, метод не гарантує повного видалення фізичної води та потребує створення стаціонарних лабораторних умов.

Найбільш близьким технічним рішенням є спосіб визначення вмісту вологи у порошках методом прямого вимірювання, при якому безпосередньо встановлюється залежність між відносною діелектричною проникністю ε і вмістом вологи W завдяки високому значенню ε для води, яка становить при 20°C 80,38 (Эме Ф. Диелектрические измерения. - М.: Химия, 1967. - 223 с., 58-65 с., 129 с).

Недоліком відомого способу є те, що виникає проблема пов'язана з заповненням вимірювальної комірки досліджувальним матеріалом: форма і розміри твердих частинок порошкоподібних і зернистих матеріалів, які істотним чином впливають на кількість повітря, яке знаходиться в матеріалі і, тим самим, на відтворення результатів. Внаслідок зазначеного змінюється насичення густини досліджуемого матеріалу:

$$\rho_n = \frac{m}{V_n}, \quad (3)$$

де: m - маса матеріалу; а V_n - його об'єм у комірці.

Отже змінюється коефіцієнт щільності:

$$K_{\text{щ}} = \frac{\rho_n}{\rho} \quad (4)$$

та пустотність:

$$P = (1 - \frac{\rho_n}{\rho}) \cdot 100 \%, \quad (5)$$

де: ρ - істинна густина речовини.

Завданням корисної моделі є підвищення точ-

ності визначення вмісту фізичної води і одержання надійних, стабільних та відтворюваних результатів.

Поставлене завдання досягається тим, що у способі визначення вмісту фізичної води у дисперсних речовинах подрібнених чи таких що знаходяться у дрібнодисперсному стані (у вигляді порошків) із застосуванням методу діелектрометрії, що для вимірювання використовують зразки досліджуваних ущільнених під пресом до товщини і форми поверхні відповідно геометричним розмірам обкладинок конденсатора-комірки, вимірюють електроємність за допомогою містка Шеринга і встановлюють вологість за залежністю $\varepsilon = f(W)$, де ε - відносна діелектрична проникність матеріалу, а W - вміст фізичної води у досліджуваному зразку.

Сутність способу полягає в тому, що однією з характеристик стану речовини є відносна діелектрична проникність ε .

$$\varepsilon = \frac{E_0}{E}, \quad (6)$$

яка вказує у скільки разів напруженість електричного поля у вакуумі E_0 більша за напруженість електричного поля в присутності діелектрика E .

Відомо, що електроємність плоского конденсатора C в системі одиниць СІ визначається за формулою:

$$C = \frac{\varepsilon_0 S}{d}, \quad (7)$$

де: ε_0 - електрична стала, що дорівнює $8,84 \cdot 10^{-12} \text{Ф/м}$; S -площа поверхні однієї пластини конденсатора, м; d - відстань між пластинами, м.

Виходячи з формули (6) відносна діелектрична проникність для вакууму $\varepsilon=1$, тому електроємність з врахуванням формули (7) запишеться у вигляді:

$$C = \frac{\varepsilon_0 S}{d} \cdot (8)$$

Із співвідношення (7) та (8) одержимо вираз для ε :

$$\varepsilon = \frac{C}{C_0}, \quad (9)$$

який є робочою формулою у метод діелектрометрії. Процеси, які протікають в речовині, супроводжуються зміною діелектричної проникності, яка визначається за зміною електроємності конденсатора-комірки, між обкладками якого знаходиться досліджувальний зразок під впливом внутрішніх чи зовнішніх факторів, наприклад, фізичної вологи, температури, або зазнав такого впливу, наприклад, подрібнення і фіксуються які зміни при цьому відбулись.

Класичний метод вимірювання електроємності базується на застосуванні різних модифікацій відомої схеми містка Уїтстона, але для досліджень діелектричної характеристики ε використали міст Шеринга (Дворкін Л.І., Скрипник І.Г. «Фізико-хімічні і фізичні методи досліджень будівельних матеріалів» - Рівне: НУВГП, 2006. - 220с., 115-119).

Спосіб здійснюється наступним чином. Із дисперсних речовин, наприклад, фосфогіпсу досліджені зразки виготовляють методом пресування

циліндричної чи іншої форми, яка відповідає геометричним розмірам пластин конденсатора-комірки та відстані між ними. За допомогою містка Шеринга визначають електроємність конденсатора-комірки без зразка C_0 та із досліджуванним зразком гіпсової речовини C . Одночасно методом гравіметрії (термічна сушка) послідовно визначають вміст води W у досліджувальних зразках (Ничуговський Г.Ф. Определение влажности химических веществ. - Л.: Химия, 1977. - 20 с., с. 143-146) при температурі нижчій за дегідратацію дигідрату сульфату кальцію $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 70...90°C. Потім будують графічну залежність $\varepsilon = f(W)$. Тарировочну криву використовують при визначенні фізичної води у зразках-пробах гіпсових речовин.

В такий спосіб стає можливим одночасне визначення фізичної води W у гіпсових речовинах, які зазнали технологічного подрібнення чи були дрібнодисперсними у вигляді техногенних відходів (фосфо- чи борогіпсу), можливих для послідовного використання як сировини у виготовленні тих чи інших матеріалів, наприклад, брикетованих для виробництва портландцементу, на стадії сумісного помелу із клінкером чи в'язучих або виробів на їх основі.

Корисна модель зручна для практичних цілей у виробничому процесі при здійсненні контролю якості сировини-гіпсових речовин та у проведенні науково-пошукових робіт при розробці матеріалів із особливими властивостями.