

## E X P E R I M E N T Á L N A T E C H N I K A

### Prístroj na volumetrické stanovenie hustoty práškových materiálov

Z. PÁNEK, E. KANCLÍŘ

*Ústav anorganické chémie Slovenskej akadémie vied, Bratislava*

Opisuje sa prístroj na stanovenie hustoty práškových materiálov o veľkosti častíc menšej než  $60\ \mu\text{m}$  na volumetrickom princípe. Činnosť prístroja sa overila na viacerých práškových látkach.

Pri niektorých práškových surovinách, najmä silikátových medziproduktoch i výrobkoch sa hustota veľmi často uvádza ako požiadavka kvality a jej stanoveniu sa venuje veľká pozornosť. Stanovenie hustoty pyknometrickou metódou je pri rade výrobkov normované. Pyknometrické stanovenie hustoty práškových materiálov častíc menších než  $60\ \mu\text{m}$  a najmä menších než  $5\ \mu\text{m}$  spôsobuje značné ťažkosti, pretože vo zvolenom prostredí dochádza k sedimentácii častíc veľmi pomaly. Za týmto účelom sa na stanovenie hustoty zvolila volumetrická metóda a zostrojil sa prístroj na stanovenie hustoty práškových materiálov.

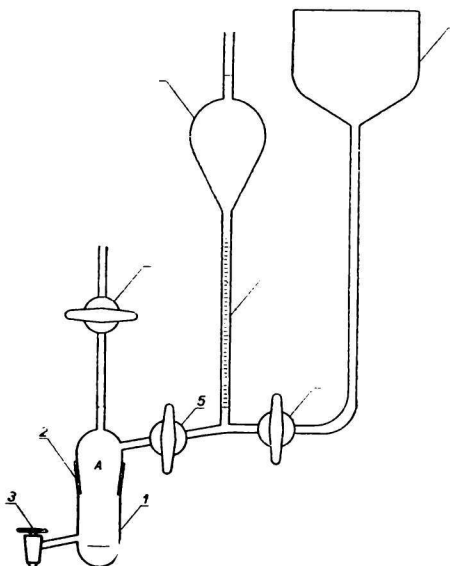
#### Experimentálna časť

##### *Opis prístroja*

Prístroj (obr. 1) sa skladá z troch častí. Časť *A* je zložená z nádoby 1 s ryskou, ktorá vyznačuje objem maximálneho navažku, so zábrusom 2 a s vypúšťacím kohútom 3. Zábrus 2 vyúsťuje kapilárou ukončenou dvojcestným kohútom 4, ktorý slúži na evakuáciu a zavzdušnenie celého prístroja. Časť *B* zahrnuje dvojcestný kohút 5, mikrobyretu 6 s dielkovaním po  $0,01\ \text{cm}$  a zásobníkom zakončeným kapilárnou trubicou s ryskou 7. Časť *C* sa skladá z prepúšťacieho kohúta 8 a trubice so zásobníkom kvapaliny 9.

##### *Funkcia prístroja*

Pri stanovení hustoty sa pred vlastným meraním zistí tzv. nulová hodnota prístroja, a to týmto spôsobom:

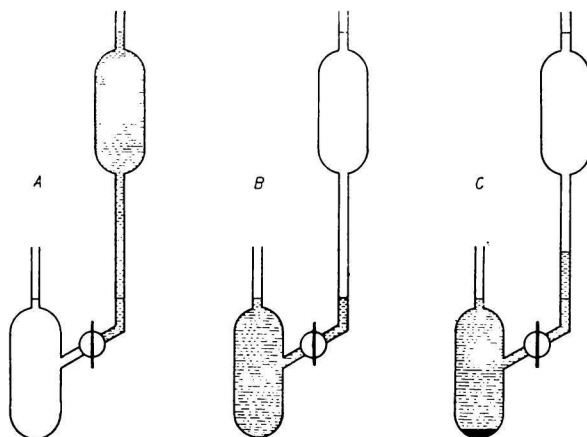


Obr. 1.

Kvapalinu zo zásobníka 9 časti C prepustíme prepúšťacím kohútom 8 do zásobníka 7 časti B až do kapilárnej trubice po rysku. Priestor dvojcestného kohúta 5 časti A evakuujeme rotačnou olejovou vývevou cez kohút 4 na hodnotu  $3 \cdot 10^{-2}$  torr. Uzatvorením kohúta 4 a otvorením kohúta 5 zaplníme nádobku 1 časti A po rysku. Po dosiahnutí rysky zavzdušňujeme dvojcestným kohútom 4 priestor v nádobke 1 a prepustíme zvyšok kvapaliny z nádobky 7. Odčítaním hodnoty na mikrobyrete 6 stanovíme tzv. nulovú hodnotu, ktorá znázorňuje rozdiel objemu kvapaliny medzi časťou A a B.

Vlastné meranie sa robí tak, že do nádobky 1 navážime na analytických váhach určité množstvo práškoveho materiálu, pri uzatvorení kohúta 5 evakuujeme na žiadané vákuum priestor v časti A a ďalší postup je zhodný so stanovením tzv. nulovej hodnoty. Na mikrobyrete s presnosťou 0,005 cm odčítame rozdiel, ktorý vyjadruje objem, ktorý zaujala skúšaná vzorka.

Obr. 2 schematicky znázorňuje celý postup.



Obr. 2.

Činnosť prístroja sa overila na celom rade práškových látok ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{B}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}_2$ ) a jeho presnosť sa porovnala s hodnotami získanými pyknometrickým stanovením hustoty brazílskeho kremeňa o veľkosti častíc menších než  $60 \mu\text{m}$  ( $\gamma = 2,65 \text{ g/cm}^3$  [1]). Ako kvapalina sa upotrebil etylalkohol, ktorý sa používa pri pyknometrickom stanovení látok schopných hydratácie.

## Diskusia a chyby merania

Uskutočnilo sa desať meraní pri teplotách v rozsahu  $20\text{--}25 \text{ }^\circ\text{C}$  a získané hodnoty sa prepočítavali na teplotu  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Výpočtom výberového rozptylu  $s$  [2] sa zistilo, že  $s = 0,0088$ .

Keďže sa táto hodnota požaduje len v niektorých prípadoch, stanovil sa Studentovým testom [2] postačujúci počet meraní pre určitú zvolenú hranicu rozptylu, konkrétne v našom prípade  $\pm 0,025$ . Podľa rovnice pre počet nevyhnutných meraní [2] sa zistilo, že pre žiadanú presnosť postačujú dve

merania. Uvedený prístroj a postup na stanovenie hustoty má v porovnaní s pyknometrickým stanovením tieto prednosti:

Za hranicu výhodnosti považujeme rozptyl  $\pm 0,01$ , pri ktorom je potrebné urobiť osem meraní. Týchto osem meraní možno urobiť v oveľa kratšom čase než paralelné merania pyknometrické. Pri použití tohto prístroja za dodržiavania konštantných podmienok kompenzujeme chyby vzniknuté odparením do vákuu a presnosť výsledku v závislosti od rýchlosti výtoku kvapaliny z časti *B* do *A* môžeme takisto eliminovať. Chyby pri tomto stanovení sa dopúšťame pri nedodržaní konštantnej teploty prístroja. Keď však uvážime, že jedno meranie (stanovenie nulovej hodnoty a vlastné meranie) netrvá dlhšie než 15 minút a že rozťažnosť kremeňa možno vzhľadom na rozťažnosť alkoholu zanedbať, nedopúšťame sa v danom intervale ani príliš veľkej chyby. Je však nevyhnutné pamätať na to, že pri zaplňovaní rovnako ako pri rýchlom zavzdušňovaní časti *A* dochádza k výraznému ochladeniu a tým aj k objemovým zmenám, čím sa môžeme dopúšťať nežiadúcich chýb. Prístroj, ako z uvedeného vidieť, spĺňa všetky podmienky pre rýchle stanovenie hustoty práškových materiálov s dostatočnou i žiadúcou presnosťou.

#### ПРИБОР ДЛЯ ВОЛЮМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

З. Панек, Э. Канцлирж

Институт неорганической химии Словацкой академии наук, Братислава

Был описан прибор для волюметрического определения плотности порошкообразных материалов с размерами частиц меньше  $60\mu\text{m}$ , была описана его функция, его работа была проверена на ряде порошкообразных материалов. В качестве примера привели определение удельного веса бразильского кварца. На основе 10 измерений была рассчитана дисперсия и тестом Студента было определено количество измерений, которое соответствует наперед заданной точности.

*Preložila T. Dillingerová*

#### GERÄT FÜR DIE VOLUMOMETRISCHE BESTIMMUNG DER DICHTEN PULVERFÖRMIGER STOFFE

Z. Pánek, E. Kanclíř

Institut für anorganische Chemie der Slowakischen Akademie der Wissenschaften,  
Bratislava

Es wurde ein Gerät für die volumetrische Bestimmung der Dichte pulverförmiger Stoffe mit geringerer Teilchengröße als  $60\mu\text{m}$  beschrieben. Die Funktion des Gerätes, das nach dem volumetrischen Prinzip arbeitet, wurde beschrieben und an einer

Reihe keramischer Stoffe überprüft. Als Beispiel wird die Dichtebestimmung des Quarzes brasilianischer Provenienz angeführt. Aus einer Gruppe von 10 Messungen wurde die Streuung der Ergebnisse ermittelt, und mit Hilfe des Studentischen Tests wurde die einer bestimmten Genauigkeit entsprechende Anzahl von Messungen festgestellt.

*Preložil M. Liška*

#### LITERATÚRA

1. Winchell A. N., *Elements of Optical Mineralogy*, New York 1951, preklad *Optičeskaja mineralogija*, 234. Izdatelstvo inostrannoj literatury, Moskva 1953.
2. Felix M., Bláha K., *Matematickostatistické metody v chemickém průmyslu*, 83. Státní nakladatelství technické literatury, Praha 1962.

Do redakcie došlo 6. 8. 1963

V revidovanej podobe 7. 12. 1963

*Adresa autorov:*

*Inž. Zdeněk Pánek, dr. inž. Edmund Kancelíř, C. Sc., Ústav anorganické chémie SAV, Bratislava, Dúbravská cesta.*