

Free CaO. 迅速分析方法

現代시멘트 丹陽工場 試驗課

유 창 길

1. 概 要

크링카 및 시멘트 중의 Free CaO 含有量은 燒成度와 品質을 推算할 수 있기에 이것을 迅速히 把握하는 것은 燒成 및 製品工程管理上 크게 要求되고 있다. 現在當工場에서도 Free CaO 定量方法은 ASTM 規格에 依한 Ethylene Glycol 을 使用하고 있으므로 이에 따른 적지않은 經費가 所 要되고 있으며 測定所要時間도 30~35 分을 要하게 된다. 本方法에서는 分析精度에 대하여 若干의 問題點이 다르나 迅速性 및 經濟性으로 보아 實用가치가 至大하므로 本方法을 研究檢討코져 합니다.

2. 分析 方法

a) 試藥

- ① 1/10 N HCl
- ② 抽出助劑(Na₂ So₄ 0.8% 溶液)
- ③ phenolphthalein 指示藥

b) 操 作

粉末試料 6g을 250 ml △Flask 에 取하여 抽出助劑溶液 80 ml 을 加하여 密封하고 正確히 시멘트는 10 分 크링카는 5 分間 室溫(10~30°C) 에 서 充分히 分散시켜 濾過用 Flask 로 吸引濾過하여 250 ml volummetric Flask 에 濾液을 채우고 여기서 50 ml 을 △Flask 에 分取하여 phenolph-

thalein 指示藥 3~4 滴을 加하여 1/10 N 規定鹽酸 溶液으로 滴定한다 終點은 赤色에서 無色으로 되는 點을 定한다.

3. 比較試驗結果

ASTM 規格에 依한 Ethylene Glycol 을 使用한것과 本方法을 適用시켜 當工場製品인 시멘트 및 크링카를 比較檢討하여 보면 그 誤差는 다음과 같다.

a) 시멘트

Sample No.	Glycol 使用	本 方 法	差 異
No. 1	1.08	1.10	0.02
" 2	1.31	1.32	0.01
" 3	2.04	2.10	0.06
" 4	2.12	2.14	0.02
" 5	1.48	1.50	0.02
" 6	1.47	1.39	0.08
" 7	1.33	1.23	0.10
" 8	1.61	1.50	0.11
" 9	1.50	1.39	0.11
" 10	1.48	1.33	0.15
" 11	1.14	1.21	0.07
" 12	1.39	1.46	0.07
" 13	1.08	1.15	0.07
" 14	1.25	1.32	0.07
" 15	1.30	1.31	0.01
平 均	1.44	1.43	0.06

b) 크링 카

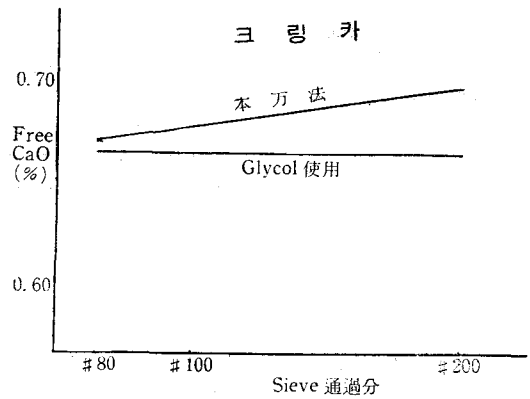
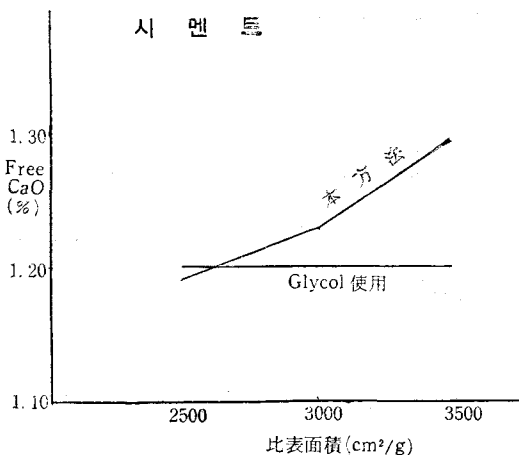
Sample No.	Glycol 使用	李 方 法	差 異
No. 1	1.79	1.77	0.02
2	1.40	1.38	0.02
3	1.53	1.50	0.03
4	0.92	0.91	0.01
5	0.73	0.75	0.02
6	1.81	1.81	0.00
7	0.50	0.45	0.05
8	0.76	0.71	0.05
9	1.64	1.55	0.09
10	1.53	1.55	0.02
11	1.48	1.41	0.07
12	2.05	1.99	0.06
13	0.77	0.70	0.07
14	1.74	1.70	0.04
15	1.30	1.22	0.08
平 均	1.33	1.29	0.05

4. 特別豫備試驗結果

特別豫備試驗으로서 粉末度에 의한 影響, 抽出 時間에 對한 影響, 抽出溫度에 對한 影響을 各 變化比較檢討하여 보면 다음과 같다.

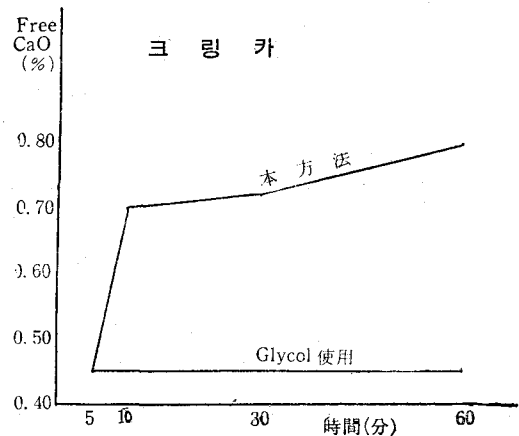
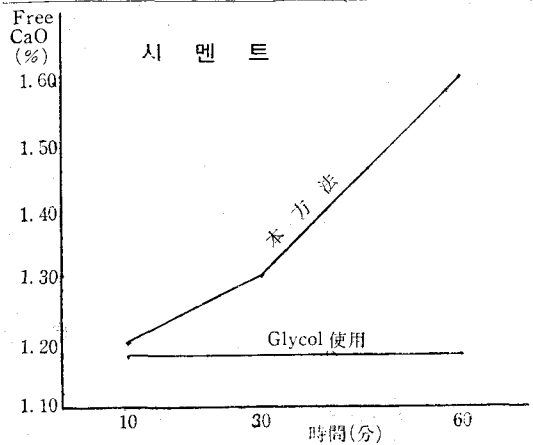
b) 粉末度の 影響

試驗	試料				
	시 멘 트	크 링 카			
本 方 法	Glycol 使用	2530 cm ² /g	1.20	Sieve # 80 통과	0.67
		2530 cm ² /g	1.19	" # 80 통과	0.68
		3020 cm ² /g	1.22	" #100 통과	0.69
		3540 cm ² /g	1.30	" #200 통과	0.70



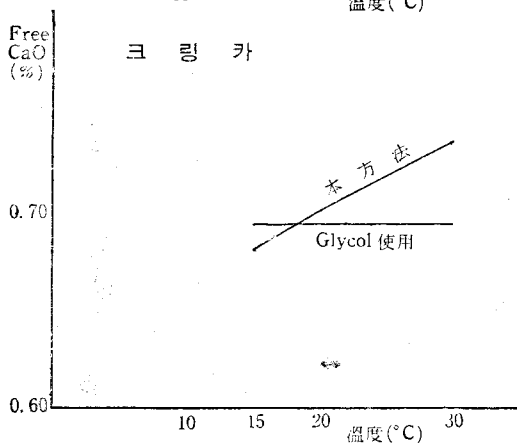
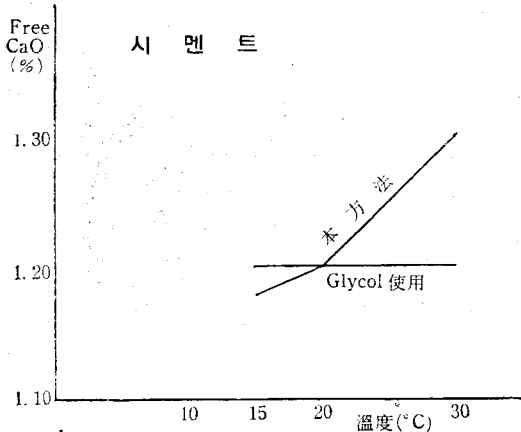
b) 抽出時間의 影響

試驗	試料 時間	시 멘 트	크 링 카	
		Glycol 使用	20分	1.18
本 方 法	}	5分	—	0.47
		10分	1.19	0.69
		30分	1.33	0.72
		60分	1.62	0.80



c) 抽出溫도의 影響

試驗	試料 試度	시멘트		크링카	
		시멘트	크링카	시멘트	크링카
Glycol 使用	65°C	1.19	0.67		
	15°C	1.18	0.66		
本方法	20°C	1.19	0.69		
	30°C	1.29	0.73		



5. 豫備試驗結果에 對한 考察

a) 시멘트

抽出時間에 依하여 試驗値의 差가 현저히 달라지고 있으므로 Glycol 使用時와 가장 最適値인 10分으로 一定시켜야 할 必要가 있으며 粉末度 및 抽出 溫度에 對하여는 別差異가 發見되지 않아 문제되지 않는다.

b) 크링카

抽出 CaO는 抽出時間 5分서부터 急激히 增加하나 그후 增加速度는 적어지는 傾向을 보여 주고 있다. 따라서 抽出時間도 Glycol 使用時와 가

장 最適値인 5分으로 一定시킬 必要가 있고 抽出溫度에 따라서는 溫度가 높을수록 若干增加하는 傾向은 있으나 大差없으며 粉末度에 關하여서도 別差異가 나타나지 않는다.

6. 本方法適用時 經濟性比較

本方法適用時와 Ethylene Glycol 使用 時間에 經濟性을 들어 比較檢討하여 보면 다음과 같다. 試驗은 試料 1000件 處理하는데 所要되는 經費를 算出하였으며 試藥 單價는 1970年度 1月 市販價格으로 하였다.

a) 試藥單價

- ① 에칠렌그리콜 500 g당 1100원
- ② 메칠알콜 500 g당 550원
- ③ 유산소다(Na₂SO₄) 500 g당 800원
- ④ phenolphthalein 25 g당 10,000원
- ⑤ 염산(Hcl) 500 g당 500원
- ⑥ α-naphthol-phthalein 25 g당 16,000원

b) 試藥消耗量 및 價格比較

區分 種目(시약)	Glycol 使用		本方法	
	消耗量	價格	消耗量	價格
Ethylene Glycol	57,000 ml	125,400원	—	—
메칠알콜	47,500 ml	55,250원	—	—
Na ₂ SO ₄	—	—	608 g	973원
phenolphthalein	2.8 g	1,120원	2.8 g	1,120원
HCL	475 g	48원	47.5 g	48원
α-naphthol-phthalein	2.5 g	1,600원	—	—
燕溜水	생략	—	—	—
電熱使用	생략	—	—	—
合計		183,418원		2,141원

7. 本方法의 實用性

上記 比較試驗結果에서 나타난 것과 같이 시멘트에서 Free CaO 1.43%인데 Glycol 法으로 1.44% 크링카 1.29% Glycol 法으로 1.33%의 若干에 誤差가 있으나 特別한 精確을 要할 必要가 없는한 實施成工程上 빠른 時間內에 結果를 얻고자하며 또한 많은 양의 試料를 處理하여야 되기에 經濟性을 고려할 必要가 있게 된다. 따라서 本方法은 特히 經濟性과 迅速性이 높은 것으로 보아 實用價値가 至大하다고 思料됩니다.

<參考文獻: 시멘트 技術年報 昭和 43年>