



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»

С.А. Некрасова

ПРАКТИКУМ ПО ТЕХНОЛОГИИ КЕРАМИКИ

*Утверждено Редакционно-издательским советом университета
в качестве практикума*

Магнитогорск
2015

УДК 666.3
ББК 38.31

Рецензенты:

Кандидат технических наук,
директор управления информационных технологий,
ООО «ВЕЛД»
И.В. Шишкин

Кандидат технических наук,
доцент кафедры управления недвижимостью и инженерных систем,
ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический
университет им. Г.И. Носова»
Ю.А. Морева

Некрасова С.А.

Практикум по технологии керамики [Электронный ресурс] : практикум / Светлана Анатольевна Некрасова ; ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». – Электрон. текстовые дан. (1,02 Мб). – Магнитогорск : ФГБОУ ВПО «МГТУ», 2015. – 1 электрон. опт. диск (CD-R). – Систем. требования : IBM PC, любой, более 1 GHz ; 512 Мб RAM ; 10 Мб HDD ; MS Windows XP и выше ; Adobe Reader 8.0 и выше ; CD/DVD-ROM дисковод ; мышь. – Загл. с титул. экрана.

В практикуме описаны в соответствии с имеющимися стандартами основные методики экспериментов и приведено краткое описание принципиальных теоретических положений, на которых основана экспериментальная работа.

Практикум предназначен для студентов, обучающихся по направлениям подготовки 270800.62 «Строительство» (профиль подготовки «Производство строительных материалов, изделий и конструкций») и 240100.62 «Химическая технология» (профиль подготовки «Технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов»).

УДК 666.3
ББК 38.31

© Некрасова С.А., 2015
© ФГБОУ ВПО «Магнитогорский
государственный технический
университет им. Г.И. Носова», 2015

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	5
1. МАКРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ	6
2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ГЛИНЫ	9
2.1. Определение воздушной влажности высушиванием в сушильном шкафу	9
2.2. Определение влажности шликера с помощью мерной колбы	10
2.3. Определение влажности пластичной массы по плотности	11
3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ	11
3.1. Определение гранулометрического состава глинистого сырья по методу Б.И. Рутковского	12
3.1.1. Определение содержания глинистых частиц	12
3.1.2. Определение содержания песчаных частиц	13
3.1.3. Определение содержания пылеватых частиц	13
3.2. Определение гранулометрического состава седиментационным методом	14
4. ПОТЕРИ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ	15
5. ВОДОЗАТВОРЯЕМОСТЬ ГЛИНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ	16
5.1. Определение нормальной формовочной консистенции на приборе Вика	16
5.2. Определение нормальной формовочной влажности органолептическим способом	17
6. ПЛАСТИЧНОСТЬ ГЛИН	18
6.1. Определение числа пластичности	18
6.2. Определение верхнего предела пластичности на приборе Васильева и нижнего предела пластичности по границе раскатывания	18
6.3. Определение верхнего предела пластичности с помощью балансирного конуса и нижнего предела пластичности по величине максимальной молекулярной влагоемкости	20
7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ МАСС МЕТОДОМ КОНИЧЕСКОГО ПЛАСТОМЕТРА	22
8. СВЯЗУЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ ГЛИН	23
9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУШИЛЬНЫХ СВОЙСТВ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ	24
9.1. Определение воздушной усадки	24
9.2. Определение коэффициента чувствительности глин к сушке	26
9.3. Определение коэффициента усадки	27
10. ПЛОЩАДЬ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКА	27
10.1. Определение удельной поверхности прибором ПСХ-2	27
11. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЕСС-ПОРОШКОВ	29
11.1. Сыпучесть пресс-порошков	29
11.2. Прессуемость пресс-порошков	30
12. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ВОДНЫХ ШЛИКЕРОВ	32
12.1. Определение текучести с помощью ротационного вискозиметра	32
12.2. Разжижение шликера электролитом	33
12.3. Определение текучести шликера по наклонной плоскости	34
13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ И ОГНЕВОЙ УСАДОК	34
14. СПЕКАЕМОСТЬ ГЛИН И КЕРАМИЧЕСКИХ МАСС	36
14.1. Стандартная методика определения спекаемости глин	37
15. ПЛОТНОСТЬ И СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	37
15.1. Пикнометрический метод определения плотности	38
15.2. Определение средней плотности, пористости, водопоглощения	38
16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ	39
16.1. Определение предела прочности при сжатии	39

16.2. Определение предела прочности при изгибе	40
17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ.....	41
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	43

ВВЕДЕНИЕ

Керамическая технология относится к одной из наиболее древних областей знания, в которых накоплен опыт многих тысячелетий. Уникальность сырья, многообразие методов формования и декорирования, многостадийность керамической технологии, делают ее весьма сложным предметом для изучения. Осваивая элементарные приемы работы с материалом на лабораторных занятиях дисциплин «Строительная керамика» и «Декоративная керамика», студентам 3 и 4 курсов необходимо познакомиться с терминологией, оборудованием, некоторыми свойствами керамических материалов и с основами физико-химических превращений, происходящих с материалами в процессе их обработки.

Данный практикум предназначен для закрепления знаний по основным теоретическим положениям лекционного курса и получение практических навыков исследования глинистого сырья, оценки пригодности его для технологии керамических материалов и исследования физико-механических свойств глин с применением стандартизованных и современных методов испытаний

1. МАКРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

Макроскопическое описание глинистого сырья составляют по результатам визуального осмотра пробы глинистого сырья с помощью лупы, микроскопа или невооруженным глазом (рис. 1).

При визуальном осмотре устанавливают: внешний вид, цвет и оттенок (в сухом и влажном состоянии), структуру, текстуру (плотное, рыхлое, пастообразное, жирное на ощупь), наличие и виды включений (органические, железистые, галька, гипс и т.д.), степень вскипания пробы сырья при взаимодействии с 10%-ным раствором соляной кислоты для определения наличия карбонатных включений [4].

Оборудование и материалы: глина, лупа, 10%-ый раствор соляной кислоты, часовое стекло или стеклянная пластина, деревянный молоток.

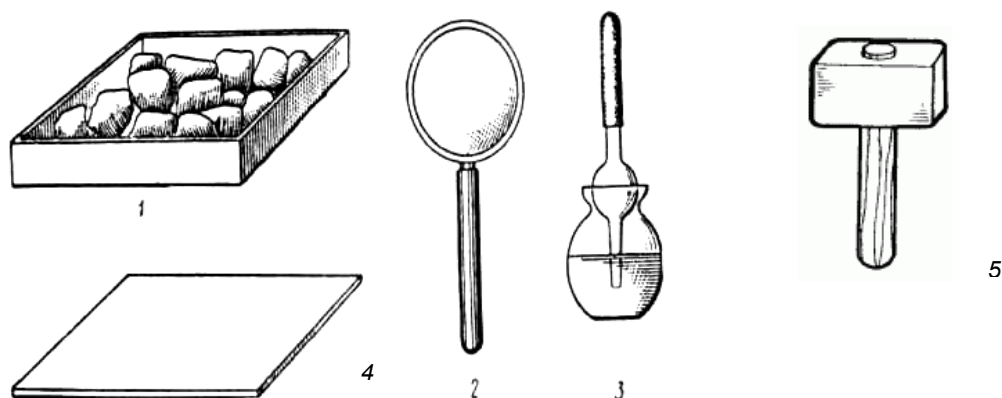


Рис. 1 Материалы, используемые при составлении макроскопической характеристики глинистого сырья:

1 - проба; 2 - лупа, 3 - раствор 10%-ной HCl; 4 - пластинка стекла, 5 – деревянный молоток

Результаты визуального осмотра пробы глинистого сырья заносят в табл. 1.

Таблица 1

Макроскопическое описание глинистого сырья

Наименование исследуемого сырья	Цвет и оттенок	Структура, текстура, запесоченность	Наличие карбонатных включений и их распределение*	Содержание других примесей

* В гр. 4 отмечается реакция сырья на HCl: +++ – бурное вскипание; ++ – интенсивное вскипание; + слабое вскипание; – – глина не вскипает.

Цвет. Окраска глин разнообразна и меняется в зависимости от минерального состава основной массы глин, так называемого пелитового вещества, и присутствия в ней красящих компонентов. Примеси ряда соединений даже в незначительном количестве вызывают изменение основного цвета глины. Окрашивающими являются тонкодисперсные окислы и гидроокислы железа, органические вещества и, реже, окислы марганца. Гидроокислы и окислы железа окрашивают глины в различные оттенки желтого, красного и фиолетового цветов, окислы марганца – в бурый цвет. Часто встречаются глины неоднородной окраски – пятнистые, что обусловливается неравномерным распределением в массе глины красящих компонентов.

Структура и текстура. Характер строения частиц (зерен) минеральных пород называется структурой, а их взаимное расположение – текстурой.

Куски высушенной глины дробят ударом деревянного молотка и делают заключение о структуре.

По структуре различают глины: рыхлые, слоистые, плотные, камнеподобные.

Структура считается рыхлой, если кусок высушенной глины при сжатии или при ударе измельчается в порошок. Рыхлая структура присуща супесям, сильно запесоченным суглинкам, лессовидным суглинкам.

Слоистая структура глины характеризуется способностью глины при измельчении разделяться на отдельные пластины.

Глины с плотной структурой при ударе не измельчаются в порошок, а дробятся на сравнительно крупные куски.

Камнеподобные глины требуют значительных усилий при измельчении.

Текстура глинистых пород (рис. 2) бывает трех основных типов: беспорядочная (неориентированная) – комковатая, плотная; микрослоистая (ориентированная); флюидальная (спутанная) – типа сланцеватой.

При беспорядочной текстуре частицы расположены без какой-либо ориентировки. Эта текстура характерна для грубозернистых и, реже, тонкозернистых пород. Она может быть рыхлой, комковатой и т.п. При слоистой текстуре частицы породы располагаются ориентированно, как бы слоями. По характеру и расположению слоев различают текстуры горизонтально-слоистые, косослоистые, линзовидно-слоистые и сложные, определяемые сочетанием трех первых разновидностей слоистой текстуры. Флюидальная текстура распространена мало и представляет результат вторичного нарушения слоистой структуры [10].

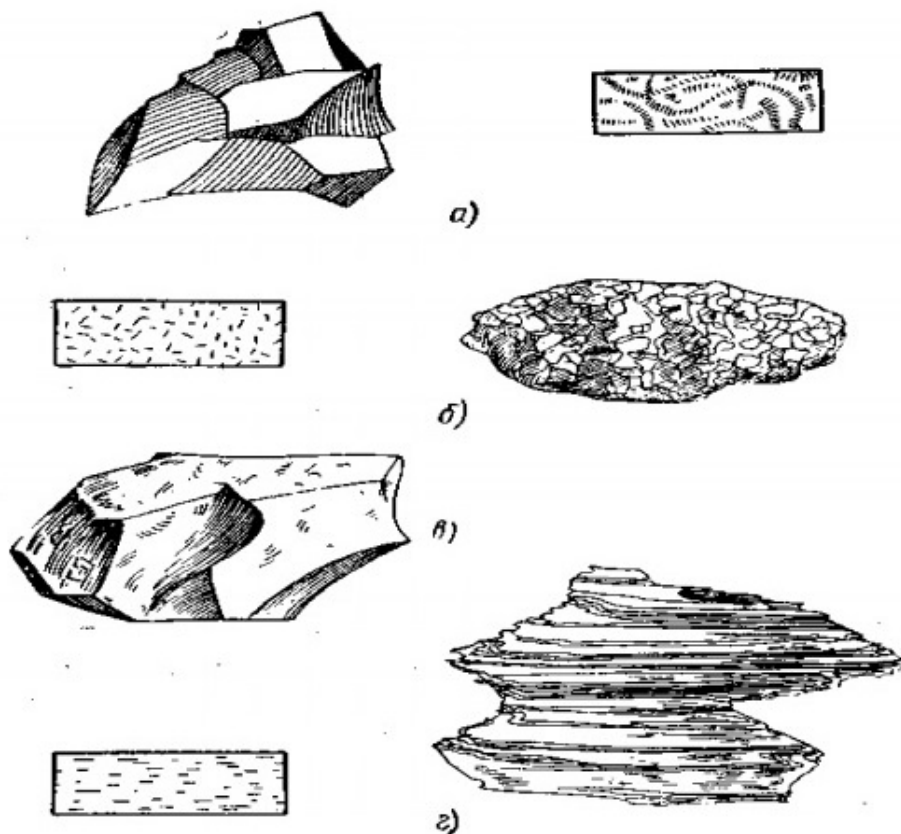


Рис. 2 Основные типы текстур глинистых пород:

а – сланцеватая; б – комковатая; в – плотная; г – горизонтально-слоистая

Примеси и включения. Минеральные примеси и включения обычно определяются визуально. Наиболее распространены в глинах, особенно низкого качества, карбонаты кальция и магния. В глине карбонаты встречаются в тонкодисперсном состоянии или в виде грубых включений. В тонкодисперсном состоянии при обжиге изделий они играют роль плавней. Грубые включения карбонатов (более 0,5 мм – «дутики») приводят к образованию в процессе обжига кусочков CaO, которые гидратируются в готовых изделиях, поглощая влагу из воздуха по реакции, идущей со значительным увеличением объема, и разрушают структуру кирпича.

Наличие «дутиков» служит основанием для заключений о непригодности глинистого сырья для керамического производства, особенно по пластическому способу. Примеси CaCO₃ в глине легко обнаружить по выделению углекислого газа при действии на влажную глину 10%-й HCl (вскипание); примеси MgCO₃ – при действии горячей 10%-й HCl.

Из отобранной для испытания средней пробы глины, высушенной до воздушно-сухого состояния, берут навеску 100 г, замачивают теплой водой с таким расчетом, чтобы объем воды в 3-4 раза превышал объем глины, выдерживают в течение суток. Затем суспензию тщательно перемешивают и пропускают через сито с размером отверстий 0,63 мм. Остаток на сите промывают до полного удаления глинистого вещества (о чем судят по достижению прозрачности промывных вод), высушивают при T = 60°C и взвешивают с точностью до 0,1 г.

Полученный остаток рассеивают на ситах с размером отверстий 1,25; 2,5; 5,0 мм и определяют частные остатки в процентах к первоначальной массе пробы [10].

Вычисления производятся по формулам:

$$A_{1,25} = \frac{B_{1,25}}{B_{\Gamma}} * 100; \quad A_{2,5} = \frac{B_{2,5}}{B_{\Gamma}} * 100; \quad A_{5,0} = \frac{B_{5,0}}{B_{\Gamma}} * 100, \quad (1)$$

где A_{1,25}; A_{2,5}; A_{5,0} - содержание (%) в глине примесей крупностью 1,25; 2,5 и 5,0 мм;

B_{1,25}; B_{2,5}; B_{5,0} - остаток на сите (г) с отверстием 1,25; 2,5 и 5,0 мм;

B_Г - масса глины до замачивания, г.

Другие примеси и включения. Кварц (SiO₂) обычно присутствует в глинах в виде окатанных бесцветных или окрашенных зерен, которые можно увидеть невооруженным глазом или с помощью лупы.

Нередко в глине можно обнаружить зерна полевого шпата (ортоклаза и микроклина), пирит или черный колчедан и гипс.

Пирит (FeS₂) встречается в глинах в виде скоплений иногда значительных размеров. Он отличается металлическим светло-желтым блеском и при достаточных размерах может быть отделен в результате сортировки глины.

Гипсовый камень, или двуводный гипс (CaSO₄*2H₂O), часто содержится в глинах, образуя иногда скопления и двойниковые кристаллы.

Пирит и гипс являются сильными плавнями. При обжиге пирит сплавляется в черный железистый легкоплавкий шлак и вытекает из изделия, образуя на поверхности пустоты, или «мушки»; гипс сплавляется с глиной в прозрачное стекло в виде выплавов.

Примесью иногда также являются органические вещества, в том числе и мелкие частицы угля в количестве до 15–20%, которые увеличивают пористость, а при неравномерном распределении снижают прочность керамического черепка [4, 10].

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ГЛИНЫ

Влажность является одним из основных параметров, контролируемых на стадиях подготовки массы, формования и сушки керамического полуфабриката. Содержание воды в исходном сырье, керамической формовочной массе или полуфабрикате выражают в процентах по отношению к общей массе влажного или сухого материала. Первую величину называют относительной влажностью - $W_{отн}$ (%), вторую - абсолютной влажностью - $W_{абс}$ (%). Между этими характеристиками существуют следующие соотношения:

$$W_{абс} = \frac{100 * W_{отн}}{100 - W_{отн}}, \quad W_{отн} = \frac{100 * W_{абс}}{100 + W_{абс}}. \quad (2)$$

В некоторых случаях, например для сравнения содержания воды в смесях из материалов разной истинной плотности; целесообразно использовать не массовые, а объемные соотношения. Объемное содержание φ (%) воды или другой жидкости (временной технологической связки), входящей в состав массы:

$$\varphi = \frac{W_{отн} * \rho_{тв}}{W_{отн} * \rho_{тв} + (100 - W_{отн}) * \rho_{ж}} * 100, \quad (3)$$

где $\rho_{тв}$ и $\rho_{ж}$ – истинная плотность сухого вещества и жидкости, г/см³.

Относительная влажность связана с объемным содержанием жидкости соотношением [11]:

$$W_{отн} = \frac{\varphi * \rho_{ж}}{(100 - \varphi) * \rho_{ж} * \varphi * \rho_{тв}} * 100. \quad (4)$$

2.1. Определение воздушной влажности высушиванием в сушильном шкафу

Навеску материала массой 10-20 г взвешивают в тарированном бюксе, на технических весах с точностью $\pm 0,01$ г и сушат в сушильном шкафу при 105-110°C до постоянной массы в течение 2 ч. Бюкс с высушенным материалом закрывают крышкой, переносят в эксикатор, охлаждают над слоем хлорида кальция до 20-25°C и взвешивают. При необходимости цикл высушивания повторяют до тех пор, пока расхождение в массе высушенного образца не станет меньше 0,02 г при двух последовательных определениях. Определения проводят на 2-3 параллельных пробах.

Оборудование и материалы: глина, технические весы, сушильный шкаф с термометром, тигельные щипцы, эксикатор, бюксы с крышками.

Значения влажности рассчитывают по формулам:

$$W_{абс} = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100\%; \quad W_{отн} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100\%, \quad (5)$$

где m_1 и m_2 - масса влажного и сухого материала, г.

Результаты записывают в табл. 2.

Таблица 2

Определение воздушной влажности глинистого сырья

Наименование материала							
Номер пробы	Масса, г					Влажность, %	
	буксы			материала		относи- тельная	абсо- лютная
	без матери- ала	с влажным	с сухим	влажного	сухого		

2.2. Определение влажности шликера с помощью мерной колбы

Метод используют для экспресс-анализа содержания воды и твердой фазы в суспензиях и литейных шликерах с точностью $\pm 1\%$. Он основан на определении массы шликера, занимающей определенный объем.

Оборудование и материалы: испытуемый материал, мерная колба, технические весы, фильтровальная бумага.

Для определения используют мерную колбу вместимостью 100 мл. Колба представляет собой стеклянный сосуд, имеющий узкую длинную шейку с уширением. Вблизи уширения сверху и снизу нанесены деления или риски.

Вначале определяют рабочий объем колбы. Колбу тщательно моют, высушивают и взвешивают на технических весах с точностью $\pm 0,01$ г. Взвешенную колбу заполняют водой до верхней риски или одного из делений шкалы и взвешивают повторно.

Для определения плотности шликера высушенную и взвешенную колбу заполняют шликером, доводя его уровень до метки на горловине колбы. Излишки шликера удаляют, протирая шейку колбы с помощью фильтровальной бумаги, и взвешивают колбу, заполненную шликером. Испытания повторяют 2-3 раза.

Плотность шликера ρ (г/см³) с точностью $\pm 0,01$ г/см³ рассчитывают по формуле:

$$\rho_{\text{шл}} = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1}, \quad (6)$$

где m_1 - масса пустой колбы; m_2 - масса колбы, наполненной шликером; m_3 - масса колбы, наполненной водой, г.

Влажность шликера можно определить:

$$W_{\text{отн}} = \frac{\rho_{\text{тв}} - \rho_{\text{шл}}}{\rho_{\text{шл}} (\rho_{\text{тв}} - 1)} * 100\%, \quad (7)$$

где $\rho_{\text{тв}}$ – плотность твердой фазы (минеральных компонентов).

Для масс на основе глин, используемых в производстве фарфорофаянсовых изделий и некоторых видов строительной керамики, можно принимать плотность твердой фазы ориентировочно равной 2,65 г/см³ [11].

Результаты записывают в табл. 3.

Определение влажности шликера

Номер пробы	Масса, г			Плотность шликера, г/см ³	Влажность шликера, %
	колбы	колбы с во- дой	колбы со шликером		

2.3. Определение влажности пластичной массы по плотности

Для быстрого определения влажности пластичной массы применяют метод режущего кольца. Используют режущие кольца из нержавеющей стали с внутренним диаметром не менее 50 мм, высотой 75 мм и толщиной стенки не более 0,02 диаметра.

Оборудование и материалы: испытуемый материал, режущее кольцо, технические весы, штангенциркуль, нож.

Штангенциркулем измеряют внутренний диаметр и высоту режущего кольца с точностью $\pm 0,01$ мм, рассчитывают его внутренний объем с точностью до второго десятичного знака. Режущее кольцо взвешивают с точностью $\pm 0,1$ г и вдавливают его в пласт массы, а излишки массы срезают ножом и снова взвешивают с точностью $\pm 0,01$ г. Массу определяют по разности масс заполненного и пустого колец, а затем вычисляют ее плотность по отношению массы к объему. Влажность рассчитывают по формуле (7), подставляя вместо плотности шликера плотность массы [11].

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

Глинистые породы состоят из отдельных составных частей различной величины, формы и состава. Основная задача анализа – определить количественное содержание частиц разных размеров в процентах от веса исследуемой пробы, что характеризует гранулометрический (зерновой) состав глинистой породы. От него зависят такие важные характеристики свойств глинистого сырья, как пластичность, сопротивление сдвигу, усадка, набухание и т.д.

Методы анализа гранулометрического состава основаны на различных принципах: определения размеров зерен под микроскопом, разделения на ситах, набухания, оседания в спокойной и движущейся воде под действием силы тяжести или центробежной силы. Все известные методы анализа гранулометрического состава объединены в две группы: прямые и косвенные [10].

Прямые методы позволяют непосредственно установить размер частиц, составляющих породу, и определить содержание последних. Сюда относятся: ситовой метод анализа, где используется набор сит с диаметрами отверстий: 3, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,1 мм; метод подсчета частиц различных размеров под микроскопом и метод электронно-микроскопический с обработкой микрофотографий [10].

Ситовой анализ может проводиться двумя способами: мокрым и сухим.

Косвенные методы позволяют установить размер частиц по какому-либо косвенному признаку: весу частиц, скорости падения частиц в воде или другой жидкости, способности к набуханию, отражению света и т.д. Косвенные методы можно разделить на две группы: методы определения частиц различных размеров с полным выделением фракций (методы отмучивания Рутковского, Сабанина); методы определения количества частиц различных размеров без выделения фракций: метод Робинсона, основанный на различной скорости падения в воде частиц разных размеров; метод Фигуровского и метод с применением торзионных весов, основан-

ные на непрерывном взвешивании осадка, выпадающего из суспензии; метод нефелометрии, связанный с измерением степени мутности глинистой суспензии, когда по номограмме определяется весовое количество частиц в суспензии; метод ареометрический с измерением плотности суспензии ареометром через определенные промежутки времени и др. [10].

3.1. Определение гранулометрического состава глинистого сырья по методу Б.И. Рутковского

С помощью метода Рутковского при оценке зернового состава выделяют три основные фракции:

глинистую - с размером частиц менее 5 мкм (0,005 мм),

пылеватую - с размером частиц 5-50 мкм (0,005-0,05) мм,

песчаную - с размером частиц от 50 мкм и более (0,05-2) мм.

Оборудование и материалы: глина, воронка, цилиндр мерный 100 мл, секундомер, мешалка, сито №1, раствор CaCl_2 , чашка фарфоровая, ступка фарфоровая, цилиндр мерный 25 мл, пестик резиновый (рис. 3) [6, 7].

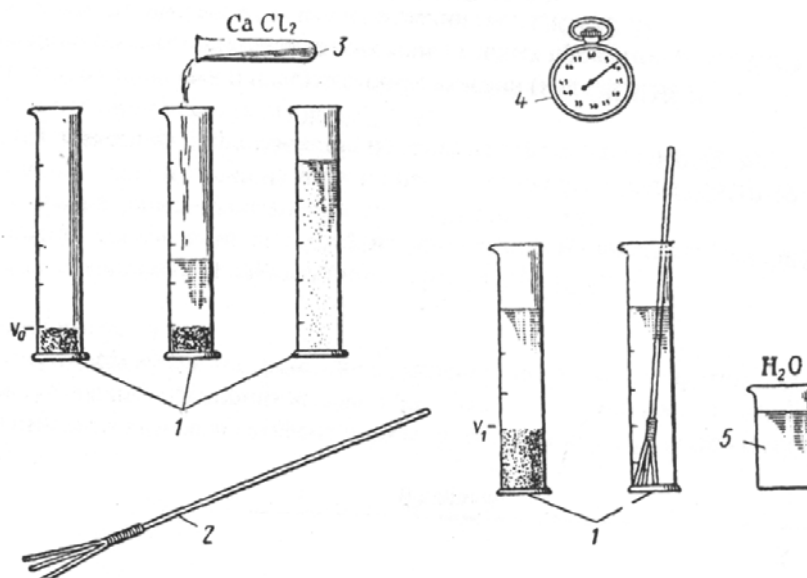


Рис. 3 Материалы, необходимые для определения гранулометрического состава глин по методу Рутковского

3.1.1. Определение содержания глинистых частиц

Анализируемое сырье в воздушно-сухом состоянии растирают резиновым пестиком в порошок и просеивают через сито с диаметром отверстия 2 мм.

Приготовленную пробу всыпают в цилиндр емкостью 100 см³ в таком количестве, чтобы после уплотнения ее постукиванием о ладонь руки, в цилиндре получился объем пробы $V = 10 \text{ см}^3$

Разрыхляют пробу в цилиндре, после чего доливают 50-60 см³ воды и размешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником до тех пор, пока на стенках цилиндра при растирании пробы не исчезнут мазки глины.

Прибавляют к полученной суспензии 2,5-3 см³ раствора CaCl_2 (5,5 г на 100 см³ воды) в качестве коагулятора. Суспензию размешивают, затем добавляют воды до 100 см³ и оставляют на 24-48 ч до полного отстаивания.

Содержание глинистого вещества определяют по приращению объема осадка на 1 см³ первоначального взятой пробы по формуле:

$$K = \frac{V - V_0}{V_0}, \quad (8)$$

где V_0 - первоначальный объем глины в цилиндре (10 см³),

V - объем пробы после отстаивания, см³.

Процентное содержание глинистых частиц в пробе определяют по формуле:

$$A_{\Gamma} = 22,7 \cdot K. \quad (9)$$

3.1.2. Определение содержания песчаных частиц

Берется тот же цилиндр, в котором определялось набухание глинистого сырья. Содержимое тщательно размешивается стеклянной палочкой, далее отстаивается 90 с. После чего мутную воду осторожно сливают из цилиндра до метки 40 см³.

Оставшуюся суспензию снова доливают водой до 100 см³, взмучивают и сливают через 90 с то же количество. Отмучивание производят до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной.

После окончания отмучивания доливают цилиндр водой до 100 см³, дают песку отстояться 15-20 мин и определяют его объем (в см³).

Количество песка в пробе вычисляют из расчета: 1 см³ песка соответствует 10% его содержания в пробе.

3.1.3. Определение содержания пылеватых частиц

Определение производят по разности между 100% и количеством в процентах глинистых и песчаных частиц, результаты анализа заносят в табл. 4.

Таблица 4

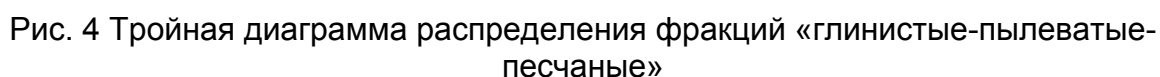
Гранулометрический состав исследуемой глины, определенный по методу Рутковского

Наименование исследуемого сырья	Содержание фракций, % мас.		
	Песчаные частицы	Пылеватые частицы	Глинистые частицы

Недостатком метода Рутковского является прямо пропорциональная зависимость между величиной набухания и содержанием глинистых частиц в породе.

В действительности эта зависимость значительно сложнее, так как объем набухшей в воде породы определяется не только количеством глинистых частиц, но также их минеральным составом (содержанием каолинита, монтмориллонита, гидрослюда и т. д.). Анализ по Рутковскому является достаточно объективным при выявлении литологических разностей одного месторождения с единым минералогическим составом.

Полученные результаты наносятся на тройную диаграмму Охотина (рис. 4).



На сторонах треугольника находят точки, соответствующие процентному содержанию компонентов, из них проводят линии, параллельные основанию. Все три линии пересекаются в точке **m**, определяющей тип глинистой породы. По данным анализа делают вывод: *исследуемая глинистая порода относится к пылеватым глинам.*

Для определения полного гранулометрического состава глины используется седиментационный метод. Он основан на законе Стокса, согласно которому частицы шарообразной формы, оседающие в вязкой среде, имеют скорость осаждения, пропорциональную своему диаметру. Общая формула, устанавливающая зависимость между размерами частиц и условиями осаждения:

τ - продолжительность оседания, мин.

4. ПОТЕРИ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

Для контроля состава сырьевых материалов и обожженных изделий широко применяют химический анализ, который выполняют различными методами в зависимости от природы основного вещества, вида контролируемых примесей и их количества. В обычном химическом анализе величина потерь при прокаливании (*ППП*) включает общее содержание улетучивающихся при термической обработке веществ (за счет удаления физически и химически связанной воды, выгорания органических веществ, разложения сульфатов, карбонатов и т.п.). В технологии керамики определения *ППП* позволяют оценить состав и соотношение составляющих керамической шихты без выполнения полного химического анализа. Таким способом определяют качество каолиновых глин, степень гидратации порошков обожженного магнезита и т.п.

Оборудование и материалы: глина, муфельная печь, технические весы, тигельные щипцы, эксикатор, тигли, хлорид кальция.

Потери при прокаливании определяют на пробах массой 20-50 г при взвешивании на технических весах с точностью $\pm 0,01$ г или на пробах 1-2 г при взвешивании на аналитических весах с точностью $\pm 0,0001$ г. Пробу предварительно высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при 105-110°C. Затем ее переносят в тигель, предварительно прокаленный при 900-1000°C до постоянной массы. Тигли с пробой помещают в муфельную печь и нагревают до 900-1000°C с выдержкой при максимальной температуре 2-4 ч. После извлечения тигля из печи его охлаждают в эксикаторе над слоем хлорида кальция до комнатной температуры и взвешивают. Потери при прокаливании (%) рассчитывают с точностью до 0,1 или 0,02% по формуле:

$$ППП = \frac{m_2 - m_3}{m_3 - m_1} * 100, \quad (11)$$

где m_1 - масса тигля без навески, г; m_2 - масса тигля с непрокаленной навеской, г; m_3 - масса тигля с прокаленной навеской, г.

Определения проводят на 2-3 параллельных пробах. Результаты записывают в табл. 5.

Таблица 5

Потери при прокаливании глины				
Наименование материала				
Номер пробы	Масса тигля, г			ППП, %
	прокаленного	с исходной навеской	с прокаленной навеской	

Метод можно использовать также для определения содержания одного из компонентов в двухкомпонентной смеси, например глины в шамотной массе, содержания временной технологической связки в литейных термопластичных шликерах и т.п. Если известны *ППП* каждого из компонентов смеси, то, определив *ППП* смеси (шихты), можно найти содержание (%) каждого компонента по соотношению:

$$a = (a_1 * k_1 + a_2 * k_2) * 0,01, \quad (12)$$

где a , a_1 , a_2 - потери при прокаливании смеси первого и второго компонентов, %; k_1 , k_2 - массовая доля каждого компонента, % [9, 11].

5. ВОДОЗАТВОРЯЕМОСТЬ ГЛИНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Состояние массы, содержащей глину, при котором она может изменять форму под действием руки человека (нагрузки 0,1-0,2 МПа), не прилипая к рукам или металлу, называется нормальной (рабочей) консистенцией, а соответствующая ей влажность - формовочной влажностью.

Следует различать абсолютную и относительную формовочную влажность.

Абсолютной формовочной влажностью (%), или водозатворяемостью B_3 , называют массу воды, которую необходимо добавить к абсолютно сухой глине для получения глины нормальной формовочной консистенции:

$$B_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100, \quad (13)$$

где m_1 , m_2 – масса влажной и сухой глины, г.

Полным водосодержанием, или **относительной формовочной влажностью** B_n (%), называют массу воды, содержащейся в глине рабочей консистенции:

$$B_n = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100. \quad (14)$$

Иногда в керамической технологии используют понятие **рабочее водосодержание** B_p , которое показывает количество воды (%), добавляемое к воздушно-сухой глине для получения теста нормальной формовочной консистенции:

$$B_p = \frac{m_1 - m_3}{m_1} * 100, \quad (15)$$

где m_3 – масса воздушно-сухой навески, г.

Определение нормальной формовочной влажности можно вести двумя методами:

- 1) с помощью прибора Вика;
- 2) органолептическим способом.

5.1. Определение нормальной формовочной консистенции на приборе Вика

Оборудование и материалы: глина, прибор Вика, металлическая форма, секундомер, технические весы, сушильный шкаф, тигельные щипцы, эксикатор, бюксы.

Прибор Вика (рис. 5) состоит из металлического стержня 3, в нижнюю часть которого вставлена полированная стальная игла 7 диаметром $1,1 \pm 0,04$ мм, длиной 50 ± 1 мм. Игла закреплена винтом 6. На верхней части стержня установлена площадка 2 для размещения груза 1. Стержень свободно перемещается в обойме металлической станины 11 и фиксируется на произвольной высоте стопором 5. К обойме прикреплена металлическая пластина 13 с миллиметровой шкалой. Для отсчета глубины перемещения стержня имеется стрелка-указатель 4. На площадку 8 станины помещают стеклянную пластинку 9, на которую ставят образец для испытаний 10 [11].

Пробу глины в количестве 600 г измельчают до прохождения через сито № 1,25. Навеску глины 400 г затворяют водой до образования пластичного теста. Кольцо прибора Вика наполняют в один прием глиняным тестом и хорошо уплотняют. Поверхность теста выравнивают, срезая избыток теста ножом. После этого проводят испытание, предварительно проверив, свободно ли опускается стержень прибора Вика и нулевое показание прибора.

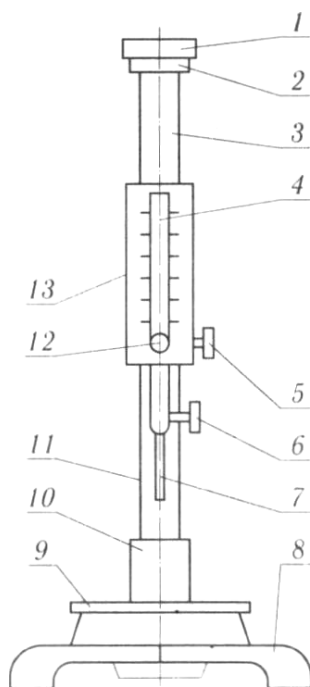


Рис. 5 Прибор Вика

Стержень опускают до соприкосновения иглы с поверхностью образца, отмечают положение стрелки-указателя и, освободив стопор 5, опускают иглу в образец.

Считают, что тесто имеет нормальную формовочную консистенцию, если при усилии 3 Н игла опустится на глубину 30-40 мм за 5 мин. Испытания повторяют 3 раза, смещая каждый раз образец относительно предыдущего отверстия, образованного иглой. Иглу перед каждым погружением протирают. Если игла погружается на глубину 40 мм быстрее, чем за 5 мин, то массу доводят до рабочего состояния, подсушивая или добавляя сухую глину. Слишком сухую массу (глубина погружения иглы менее 30 мм) разбавляют водой (доувлажняют).

Результаты определений записывают в табл. 6.

Таблица 6

Определение формовочной влажности

Наименование сырья	Масса, г		Абсолютная влажность, %	Относительная влажность, %
	Влажная навеска	Сухая навеска		

5.2. Определение нормальной формовочной влажности органолептическим способом

Для этого из глины, доведенной до нормальной формовочной влажности, берут навеску теста 50 г, добавляют воду порциями по 0,5 см³ и тщательно перемешивают тесто после каждой добавки. Если после прибавления воды глиняное тесто начинает прилипать к тыльной стороне ладони, то первоначальное определение нормальной формовочной влажности было произведено правильно, если же прилипание не наблюдается, то глина увлажнена недостаточно и ее следует дополнительно увлажнить и тщательно промять.

После того, как установлено, что глина увлажнена до состояния нормальной формовочной влажности, берут навеску глины 10 г и высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы.

Формовочную влажность вычисляют по формуле:

$$W_{\phi} = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100, \quad (16)$$

где W_{ϕ} — формовочная влажность, %; m_1 - масса влажной навески глины, г; m_2 - масса высушенной глины, г [11].

6. ПЛАСТИЧНОСТЬ ГЛИН

Пластичностью называют способность твердого тела деформироваться при воздействии механической нагрузки без нарушения сплошности и сохранять полученную форму после снятия нагрузки. Пластичность глин связана с количеством добавленной воды: чем ее больше, тем подвижнее масса. Определяя содержание воды, необходимое для придания глине пластических свойств, можно оценить пластичность. На этом основано большинство методов определения пластичности глин и глиносодержащих масс, применяемых в заводской практике.

6.1. Определение числа пластичности

Метод основан на определении интервала влажностей, в пределах которого масса имеет пластическое состояние. Максимальное значение влажности, при котором глиняная масса сохраняет приданную ей форму, называется границей текучести W_m . При большей влажности масса растекается. Нижний предел называют границей раскатывания (W_p). Ниже этой влажности масса под действием нагрузки разрушается как хрупкое тело. Числом пластичности Пл (%) называют разность между абсолютными влажностями границы текучести и границы раскатывания:

$$Пл = W_m - W_p. \quad (17)$$

Глины по числу пластичности разделяют на 5 групп: высокопластичные ($Пл > 25$), среднепластичные ($Пл = 15-25$), умеренно пластичные ($Пл = 7-15$), малопластичные ($Пл < 7$) и непластичные, не образующие пластичного теста.

6.2. Определение верхнего предела пластичности на приборе Васильева и нижнего предела пластичности по границе раскатывания

Оборудование и материалы: глина, прибор Васильева, технические весы, фарфоровая ступка, фарфоровая чашка, шпатель, сушильный шкаф, фильтровальная бумага, стеклянная пластина.

Прибор (рис. 6) состоит из штатива 1, в обойме 6 которого вертикально перемещается стержень 5 длиной 240 мм и диаметром 12 мм с деревянным диском 2, имеющим углубление. В углубление устанавливают чашку 3 с массой диаметром 95 мм и глубиной 25 мм. Чашку крепят держателем 4. Стержень фиксируют винтом 7 на заданной высоте от поверхности плиты 10. Винт 8 закрепляет ограничительное кольцо 9, которое регулирует высоту подъема стержня. Масса падающей части прибора вместе с образцом должна быть 400 ± 50 г.

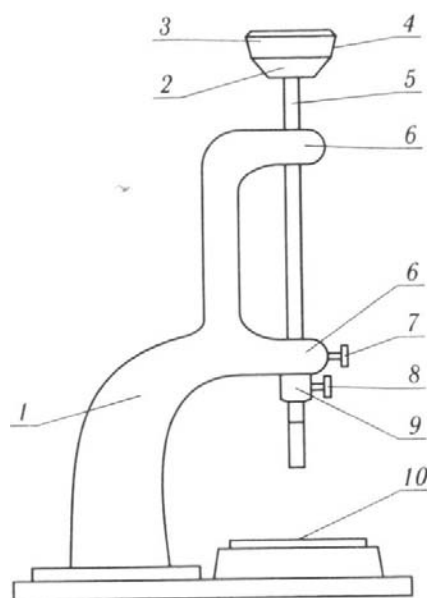


Рис. 6 Прибор Васильева

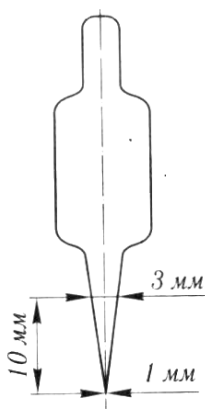


Рис. 7 Шпатель для разрезания массы

Пробу глины 80-100 г, высушивают до воздушно-сухого состояния при 100°C и растирают в фарфоровой ступке. Измельченную глину просеивают до полного прохождения через сито №05. Около 50 г глины помещают в фарфоровую чашку диаметром 75-100 мм, глубиной 25 мм и заливают водой, непрерывно перемешивая шпателем, до образования однородного теста. Воду добавляют до получения массы, несколько более текучей, чем в нормальном рабочем состоянии. Массу равномерно распределяют по дну чашки слоем толщиной 10-15 мм и разрезают шпателем-трезубцем (рис. 7) на две равные части, чтобы зазор между ними составлял 2,5-3 мм сверху и 1 мм внизу. Чашку устанавливают на диск прибора и закрепляют. Стержень поднимают на высоту 75 мм от плиты

и закрепляют. Затем стержень освобождают, и он, падая под собственным весом, ударяется о плиту. При ударе масса встряхивается и ее части сближаются. Массу встряхивают трижды, наблюдая каждый раз за величиной просвета. Предел текучести считается достигнутым, если масса полностью смыкается после третьего удара (рис. 8). Если масса смыкается раньше (после первого или второго удара), в нее добавляют 0,5-1 г сухой глины, тщательно перемешивают и повторяют испытание. Если масса не сомкнулась после третьего удара, ее доувлажняют 0,5-1 г воды. Воду или глину добавляют до тех пор, пока не будет достигнута требуемая консистенция массы [5, 11].

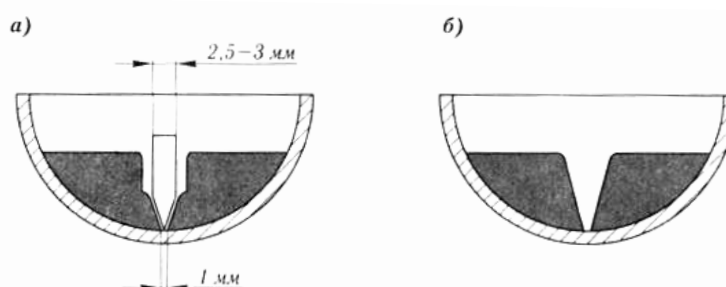


Рис. 8 Распределение массы при определении границы текучести: а - перед встряхиванием; б - после встряхивания

После достижения требуемой консистенции массы из чашки отбирают 10-15 г для определения влажности, соответствующей границе текучести, высушиванием в сушильном шкафу при 105-110°C. Взвешивание производят с точностью $\pm 0,01$ г. Влажность, соответствующую верхнему пределу текучести (W_T), определяют по формуле:

$$W_T = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100, \quad (18)$$

где m_1 и m_2 – соответственно масса глины до и после высушивания, г.

Оставшуюся часть массы используют для определения границы раскатывания. Для этого в массу добавляют 15-20 г сухой просеянной глины, тщательно перемешивают и проминают. После этого тесто переносят на стекло, покрытое просеянной глиной, и вручную раскатывают в жгуты диаметром 3 мм. При раскатывании давление рук должно равномерно распределяться на весь жгут. Раскатывание ведут до тех пор, пока не будет достигнуто состояние массы, при котором жгуты начнут рассыпаться на отдельные кусочки длиной 3-10 мм. Эти кусочки (15-20 г) собирают для определения влажности, соответствующей границе раскатывания (W_p).

Величину этой влажности определяют высушиванием в сушильном шкафу при 105-110°C навески кусочков глины 10 г. Расчет ведут по формуле (18), аналогично определению влажности предела текучести.

Результаты записывают в табл. 7.

Таблица 7

Определение пластичности глинистого сырья

Предел пластичности	Масса материала, г		Влажность, %	Число пластичности, Пл
	влажного	сухого		
Верхний				
Нижний				

6.3. Определение верхнего предела пластичности с помощью балансирного конуса и нижнего предела пластичности по величине максимальной молекулярной влагоемкости

Оборудование и материалы: глина, прибор для определения числа пластичности, технические весы, фарфоровая чашка, сушильный шкаф, шпатель, фильтровальная бумага, кусочки ткани, гидравлический пресс.

Прибор (рис. 9) состоит из балансирного конуса 1 высотой 25 мм и углом при вершине 30° с полированной поверхностью. На высоте 10 мм от вершины конуса нанесена круговая метка 3. Балансир удерживает конус в вертикальном положении, который соединен со стальным коромыслом 2 с металлическими грузами 5 общей массой 76±0,2 г.

Из подготовленной глины берут навеску 120 г. Готовят тесто в фарфоровой чашке, затем укладывают в чашку 4 диаметром 40 и высотой 20 мм. При заполнении чашки ее периодически постукивают о твердую поверхность для предотвращения захвата воздуха. Поверхность теста выравнивают и заглаживают шпателем вровень с краями. Заполненную чашку устанавливают на подставку 6. Конус предварительно смазывают

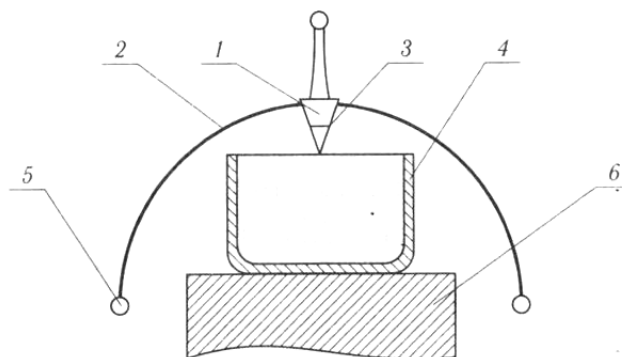


Рис. 9 Балансирный конус

тонким слоем вазелина, подводят к поверхности теста до соприкосновения и предоставляют возможность конусу опускаться под тяжестью собственной массы. Если конус в течение 5 с погрузится на глубину 10 мм, то консистенция массы соответствует верхнему пределу пластичности. Если конус погрузился на глубину менее или более 10 мм, то к глиняному тесту добавляют соответственно немного воды или просеянной глины, тщательно перемешивают и повторяют опыт [5, 10, 16].

После получения требуемой консистенции определяют влажность, соответствующую пределу текучести данной глины. Для этого глиняное тесто массой 10 г подсушивают при 105-110°C и определяют влажность по формуле (18).

За границу предела раскатывания принимают величину максимальной молекулярной влагоемкости.

Для определения максимальной молекулярной влагоемкости из глиняного теста, оставшегося от предыдущего опыта, изготавливают образец-лепешку диаметром 50 мм и толщиной 2 мм. Для этого форму укладывают на кусочек ткани и заполняют глиняным тестом, избыток которого удаляют ножом или шпателем. Затем форму снимают, а образец прикрывают вторым кусочком ткани и помещают между листами фильтровальной бумаги (не менее 20 листов сверху и снизу). В таком виде устанавливают под пресс и выдерживают под нагрузкой 1500-1600 кгс в течение 10 мин. Давление на манометре пресса в процессе уплотнения должно быть постоянным. После окончания испытания необходимо проверить качество отжатой лепешки. Если лепешка хрупкая, то процесс водоотжатия можно считать законченным. Напротив, мягкость лепешки говорит о незаконченном водоотжатии, и требуется опыт повторить вновь, увеличив время отжатия до 30 мин и более, пока не произойдет полная водоотдача.

После этого лепешку отделяют от фильтровальной бумаги, взвешивают и высушивают при 105-110°C. Влажность, соответствующую максимальной молекулярной влагоемкости, определяют по формуле:

$$W_p = \frac{m_3 - m_4}{m_4} * 100, \quad (19)$$

где m_3 и m_4 – соответственно масса образца после водоотдачи и высушивания, г.

По величине максимальной молекулярной влагоемкости определяют тип глины (по вещественному составу), пользуясь данными табл. 8.

Таблица 8

Классификация глинистого сырья по величине максимальной молекулярной влагоемкости

Максимальная молекулярная влагоемкость, % по массе	Наименование разновидностей глинистого материала
9	Легкая супесь
10-11	Средняя супесь
12-13	Тяжелая супесь
14	Переходный вид от супесей к суглинкам (суглино-супесь)
15-16	Легкий суглинок
17-19	Средний суглинок
20-23	Тяжелый суглинок
24	Переходный вид от суглинков к глинам (опесчаненная глина)
25-28	Легкая глина
29-30	Средняя глина
31-33	Тяжелая глина
34-35	Жирная глина

Определение числа пластичности следует вести на двух параллельных пробах, при этом расхождение между результатами испытаний в зависимости от числа пластичности не должно превышать следующих значений:

Число пластичности, %	до 15	15 - 25	свыше 25
Допускаемое расхождение, %	2	3	4

По работе делается вывод о виде глинистого сырья по величине максимальной молекулярной влагоемкости, о классе пластичности глины, обоснование выбора метода подготовки сырья и формования изделий, а также необходимость введения отощителей или пластификаторов [10, 11].

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ МАСС МЕТОДОМ КОНИЧЕСКОГО ПЛАСТОМЕТРА

Свойства пластичных масс оценивают не только по числу пластичности, но и по их структурно-механическим характеристикам. Теоретическими основами оценки этих свойств служат положения особого раздела науки - физико-химической механики дисперсных систем, согласно которым механические свойства любой системы зависят от характера взаимодействия между отдельными компонентами.

Пластической прочностью называют предельное напряжение сдвига, которое может выдержать масса при нагружении без нарушения сплошности.

Оборудование и материалы: глина, конический пластометр КП-3, набор гирь, секундомер, шпатель металлический.

Сущность метода заключается в определении глубины погружения конуса в пластичную массу под действием нагрузки.

Конус пластометра (рис. 10) имеет ребристую поверхность, которая препятствует скольжению исследуемой дисперсной системы вдоль его поверхности.

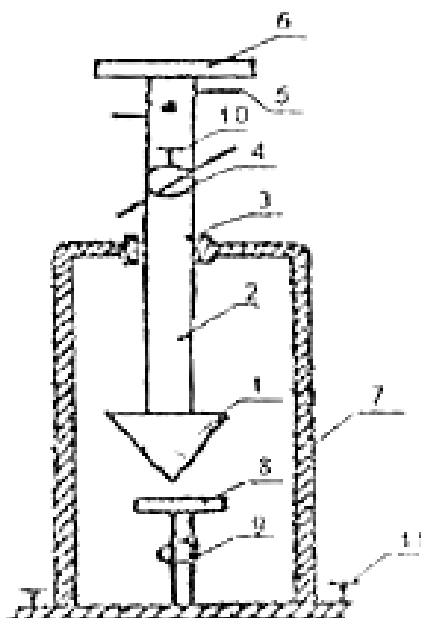


Рис. 10 Конический пластометр:

1 - корпус; 2 - штанга; 3 - обойма; 4 - индикатор; 5 - механизм упора; 6 - диски для установки дополнительного груза; 7 - станина; 8 - подъемный столик; 9 - опорный винт; 10 - микрометрический винт; 11 - установочный винт

Пластическую прочность дисперсной системы определяют следующим образом.

Готовят дисперсную систему определенной консистенции, которая определяется водотвердым отношением (В/Т). Приготовленную дисперсную систему помещают в кювету диаметром 100 мм (кювета такого размера не влияет на процесс деформирования исследуемой системы). Устанавливают кювету с исследуемой системой на подъемный столик пластометра и с помощью опорного винта подводят конус к поверхности испытуемой системы. После установления нулевого положения индикатора при помощи пусковой кнопки приводят конус в движение. После остановки движения конуса определяют глубину его погружения по показаниям индикатора. Изменяют нагрузку F установкой разновесов на диск пластометра и производят повторное определение глубины погружения конуса, подводя его к новой точке поверхности исследуемой системы. Для каждой исследуемой системы производят 6-7 измерений с различной нагрузкой.

Результаты измерений записывают в табл. 9.

Таблица 9

Определение пластической прочности глины

Масса груза m , г	Усилие F , Н	Глубина погружения h , мм	h^2 , мм ²	Пластическая прочность, Па

По полученным результатам строят график в координатах «квадрат глубины погружения - приложенное усилие», как показано на рис. 11. Экспериментальная зависимость должна соответствовать прямой, проходящей через начало координат.

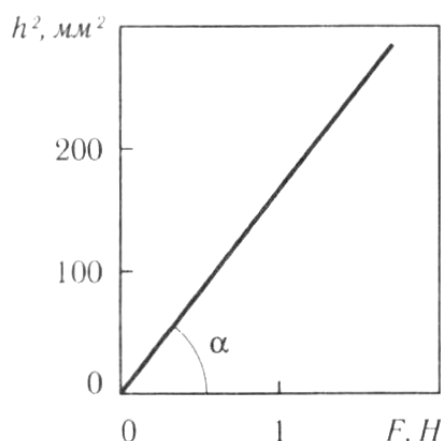


Рис. 11 Зависимость глубины погружения конуса от приложенного усилия

На графике произвольно выбирают значения F и h^2 , лежащие на прямой, и вычисляют пластическую прочность дисперсной системы по формуле:

$$P_m = K_\alpha \frac{F}{h^2}, \quad (20)$$

где P_m - пластическая прочность; F - нагрузка; h - глубина погружения конуса; K_α - константа конуса, зависящая от угла α между его образующими и определяемая по формуле:

$$K_\alpha = \frac{1}{\pi} \cos^2 \frac{\alpha}{2} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2}. \quad (21)$$

Определения пластической прочности используют для оценки влияния различных факторов (содержания и дисперсности отощителей, содержания ПАВ, способа переработки) на свойства массы.

8. СВЯЗУЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ ГЛИН

При изготовлении керамических изделий в шихту кроме глины вводят непластичные материалы (песок, шамот, полевой шпат и т.п.).

Под связующей способностью понимают свойство глины сохранять пластичность и прочность, достаточные для нормального формования изделий, их транспортировки и дальнейшей технологической обработки, при введении в массу непластичных материалов. Связующая способность является также косвенной характеристикой пластичности глиняного сырья. Чем выше пластичность, тем большая степень отощения может быть достигнута. Связующую способность оценивают различными ме-

тодами, сравнивая характеристики самих глин и глин с разной степенью отошения (обычно до 50%).

В качестве отошителей используют кварцевый песок с содержанием диоксида кремния не менее 98% и узким зерновым составом (90% частиц фракции 0,5-0,9 мм). Можно использовать и другие пески подобного типа при условии сохранения постоянства зернового и химического состава.

Связующую способность можно оценить по числу пластичности на приборе Васильева. Для этого приготавливают смеси высушенного и измельченного глиняного порошка, просеянного через сито №05, с содержанием песка от 0 до 80% через каждые 20%. Смеси увлажняют, перемешивают и проминают. После вылеживания влажность масс доводят до нормальной рабочей влажности. Затем определяют число пластичности для каждой смеси. Связующую способность измеряют максимальным содержанием песка, при добавлении которого масса имеет число пластичности не менее 7. Для высокопластичных глин оно обычно превышает 50%, для пластичных составляет 20-50%, для тощих - меньше 20%. Камнеподобные глины отошители не связывают и пластичного теста не образуют [9].

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУШИЛЬНЫХ СВОЙСТВ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

В процессе сушки изделия из глины дают усадку. Механизм этого явления - сжатие частичек капиллярными силами. Влага, заполняя поры образца из глиняного теста, образует на границе «изделие - воздух» вогнутые мениски. По мере испарения влаги поверхностное натяжение в капиллярах увеличивается и сжимает изделие. Усадка изделия происходит до определенного предела - пока частицы не придут во взаимное соприкосновение, которое сопровождается трением между ними. Когда трение достигает такой величины, которая превосходит силы поверхностного натяжения влаги, дальнейшее уменьшение размеров изделия прекращается, хотя в глине удерживается определенное количества воды (вода пор), условно соответствующее критической влажности материалов. После этого испарение влаги продолжается за счет отступления менисков по капиллярам в глубь материала.

Исследование сушильных свойств глины включает методы определения чувствительности глины к сушке, причем прямых и точных методов этих определений до настоящего времени не разработано.

9.1. Определение воздушной усадки

Количественной мерой усадочных явлений при сушке является величина относительной усадки: линейная или объемная. Линейную воздушную усадку определяют по формуле:

$$L_{\varepsilon} = \frac{l_0 - l_1}{l_0} * 100, \quad (22)$$

где l_0 - расстояние между усадочными метками на свежеотформованном образце, мм; l_1 - тоже, на образцах, высушенных до воздушно-сухого состояния, мм.

Объемную воздушную усадку определяют по формуле:

$$V_{\varepsilon} = \frac{V_0 - V_1}{V_0} * 100, \quad (23)$$

где V_0 - объем свежеотформованного образца, см³; V_1 - объем образца в воздушно-сухом состоянии, см³.

Для глинистых материалов значение воздушной усадки обычно равно 6-10%. Отошение глин песком, шамотом и т.д. понижает воздушную усадку. Усадочные явления в глинах зависят от их состава и свойств: монтмориллонитовые глины, например, имеют большую усадку, чем каолиновые.

Высоко- и среднепластичные глины имеют линейную усадку более 10%, умереннопластичные - от 6 до 10%, мало- и непластичные – менее 6%.

Условия сушки также могут оказывать влияние на величину усадки. Так, при медленной сушке в естественных условиях изменение размеров образцов будет больше, чем при искусственной сушке со сравнительно быстрым подъемом температуры [1, 11].

Оборудование и материалы: глина, форма для изготовления образцов, технические весы, гидростатические весы, штангенциркуль, сушильный шкаф, керосин, емкость для насыщения керосином.

Из теста нормальной формовочной влажности формуют образцы размером 50х50х5 мм и наносят на поверхности свежесформованных образцов усадочные метки (расстояние между метками должно составлять 50 мм), располагаемые по диагонали, как показано на рис. 12. Образцы взвешивают на технических весах с точностью $\pm 0,01$ г непосредственно после формования и определяют их объем с точностью до $0,05 \text{ см}^3$.

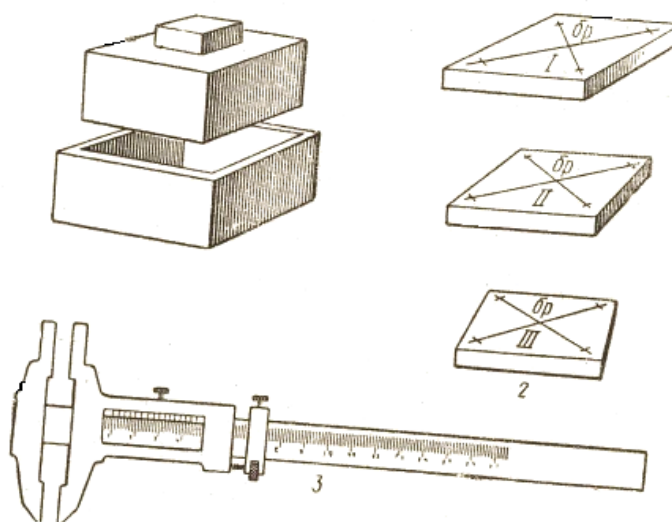


Рис. 12 Материалы, используемые для определения усадки: 1 – форма с выталкивателем; 2 – образцы размером 50х50х5 мм; 3 – штангенциркуль

После определения объема образец высушивают на воздухе при 16-20°C до постоянной массы. Затем измеряют расстояние между усадочными метками с точностью $\pm 0,1$ мм и определяют линейную воздушную и объемную усадку для каждого образца по формулам (22, 23). Так как открытые поры образца могут поглощать керосин, образец предварительно насыщают керосином. Для этого его помещают в ванну и постепенно заливают керосином до половины высоты. После появления темных пятен на верхней грани образца его заливают керосином полностью.

Объем образца можно определить методом гидростатического взвешивания. В этом случае объем образца V_1 (см^3) рассчитывают по формуле:

$$V_1 = \frac{m_2 - m_3}{\rho_k}, \quad (24)$$

где m_2 - масса высушенного образца, насыщенного керосином, г; m_3 - масса того же образца погруженного в керосин, г; ρ_k - плотность керосина, г/см³.

9.2. Определение коэффициента чувствительности глин к сушке

Под чувствительностью глины к сушке понимают склонность полуфабриката из масс на основе глины к растрескиванию в период воздушной усадки. В глинах с высокой чувствительностью к сушке трещины образуются даже при малой интенсивности сушки, и наоборот, малочувствительные глины допускают высокие скорости сушки.

Чувствительность к сушке зависит от природы глины, ее минералогического состава, дисперсности, пластичности, значения усадки в сушке, размера и доли пор и ряда других факторов, а также особенностей тепло- и массообмена, размера и формы заготовки.

Чувствительность глин к сушке тем выше, чем больше объемное содержание воды в образце в момент окончания усадки.

Чувствительность глин к сушке определяют отношением величины объемной усадки к объему свободных пор высушенного образца, которое условно называют коэффициентом чувствительности глин к сушке, и вычисляют по формуле:

$$K_{\text{ч}} = \frac{V_1}{V_0[(m_0 - m_1)/(V_0 - V_1) - 1]}, \quad (25)$$

где V_0 - объем свежееотформованного образца, см³; V_1 - объем образца в воздушно-сухом состоянии, см³; m_0 , m_1 - масса свежееотформованного и воздушно-сухого образца, г.

Коэффициент чувствительности глин к сушке определяют по формуле (25) и определяют класс глинистого сырья по сушильным свойствам.

Считают, что глины, имеющие $K_{\text{ч}}$ менее 1, малочувствительны к сушке; имеющие $K_{\text{ч}}$ от 1 до 2 среднечувствительны, а глины с $K_{\text{ч}}$ более 2 высокочувствительны [1, 11].

Результаты определений записывают в табл. 10.

Таблица 10

Определение коэффициента чувствительности глинистого сырья к сушке

Наименование сырья							
Номер образца	Масса образца, г		$m_0 - m_1$, г	Объем образца, см ³		$V_0 - V_1$, см ³	Коэффициент $K_{\text{ч}}$
	влажного, m_0	сухого, m_1		влажного, V_0	сухого, V_1		

9.3. Определение коэффициента усадки

Усадочные свойства массы можно также характеризовать коэффициентом усадки K_{yc} . Этот коэффициент представляет собой тангенс угла наклона прямой линии, выражающей зависимость длины образца от его влажности (рис. 13), и может быть вычислен по формуле:

$$K_{yc} = \operatorname{tg} \alpha = \frac{l_0 - l_k}{W_0 - W_k}, \quad (26)$$

где l_0 и W_0 – соответственно длина и влажность свежееотформованного образца; l_k и W_k – тоже для образца в момент прекращения в нем усадочных явлений.

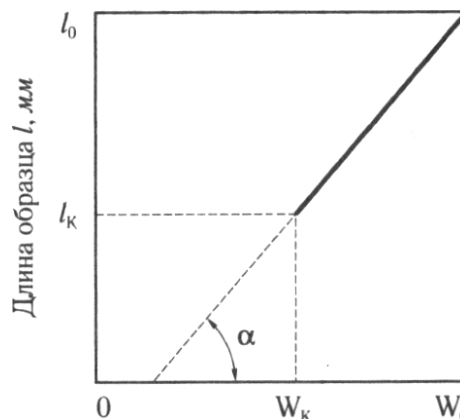


Рис. 13 Зависимость длины образца от его влажности

10. ПЛОЩАДЬ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКА

Дисперсность порошков можно оценивать по площади удельной поверхности. Ее обычно определяют при помощи приборов, использующих воздухопроницаемость порошков, адсорбцию моно- молекулярного слоя на поверхности твердого тела, а также турбидиметрическим методом. Использование воздухопроницаемости и турбидиметрических методов позволяет измерять, как правило, только внешнюю поверхность частиц, в то время как адсорбционные методы учитывают и внутреннюю открытую поверхность отдельных зерен, гранул и агрегатов.

Воздухопроницаемость порошков можно измерять при атмосферном давлении с помощью приборов В. В. Товарова и Д.С. Соминского - Г. С. Ходакова (ПСХ-2) или при значительном разрежении [11].

10.1. Определение удельной поверхности прибором ПСХ-2

Оборудование и материалы: глина, прибор ПСХ, технические весы, секундомер, сушильный шкаф, эксикатор, фильтровальная бумага.

Прибор ПСХ-2 позволяет анализировать порошки с удельной поверхностью меньше $1,5 \text{ м}^2/\text{г}$ для негигроскопичных неагрегирующих материалов.

Перед анализом испытуемый материал высушивают до постоянной массы при $105\text{—}110^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Массу требуемой навески рассчитывают по плотности материала ρ :

$$m = 3,33 \cdot \rho. \quad (27)$$

Взвешивание проводят на технических весах с точностью до $0,01 \text{ г}$. Прибор ПСХ-2 (рис. 14) состоит из металлической цилиндрической кюветы 7 мм диаметром. В ней установлен диск с отверстиями 8 , на который укладывают кружок фильтровальной бумаги и высыпают на него навеску испытуемого материала. Навеску разравнивают легким постукиванием и покрывают сверху вторым кружком фильтровальной бумаги.

В кювету медленно вводят плунжер 6 и, нажимая на него рукой, уплотняют слой порошка. Плунжер имеет внутренний канал и дно с отверстиями для выхода воздуха. На внешнюю сторону кюветы нанесена миллиметровая шкала, а к вырезу упорного диска плунжера прикреплена планка с нониусом. С их помощью измеряют высоту слоя порошка, после чего осторожно извлекают плунжер из кюветы.

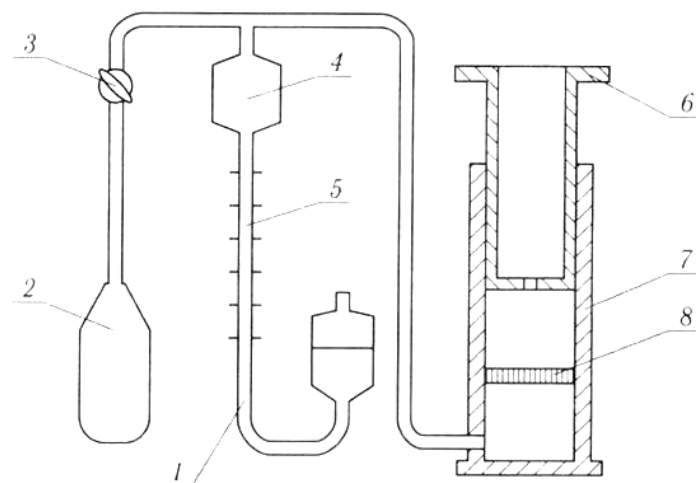


Рис. 14 Принципиальная схема ПСХ-2

Резиновой грушей 2 создают такое разрежение под слоем материала, чтобы подкрашенная вода в манометре 1 поднялась до расширенной верхней части 4 длинного колена манометра. Затем закрывают кран 3 и отмечают по секундомеру время опускания столба подкрашенной воды между рисками, нанесенными на бюретку 5. Чем выше дисперсность порошка, тем медленнее опускается столб жидкости. Среднее значение получают не менее чем по трем замерам. По термометру, имеющемуся на футляре прибора, отмечают температуру воздуха, при которой проведено испытание.

Площадь удельной поверхности $S_{уд}$ ($\text{см}^2/\text{г}$) вычисляют по формуле:

$$S_{уд} = K \frac{M \sqrt{\tau}}{m}, \quad (28)$$

где K - постоянная прибора для той пары рисок, между которыми измеряли падение столба жидкости (содержится в паспорте прибора); τ - время падения столба жидкости, с; m - масса пробы, г; M - коэффициент, зависящий от толщины слоя порошка h , см, и температуры воздуха t , °C, и выражаемый в $\text{см}^2 \cdot \text{с}^{-1/2}$.

При определении удельной поверхности грубодисперсных порошков ($<1500 \text{ см}^2/\text{г}$) газопроницаемость достигает больших значений. Поэтому берут большую навеску ($m = 10 \cdot \rho$, а не $3,33 \cdot \rho$) и измеряют время опускания столба манометра между рисками 3 и 4. Величину M определяют для слоя порошка, равного $h/3$, а площадь удельной поверхности рассчитывают по формуле:

$$S_{уд} = 1,73 \cdot K \cdot M \frac{\sqrt{\tau}}{m}. \quad (29)$$

Средний диаметр зерен материала (мкм) можно вычислить по формуле:

$$d = \frac{60000}{\rho \cdot S_{уд}}, \quad (30)$$

где ρ - кажущаяся плотность зерен, $\text{г}/\text{см}^3$; $S_{уд}$ - площадь удельной поверхности, $\text{см}^2/\text{г}$.

Результаты определений площади удельной поверхности на ПСХ-2 записывают в табл. 11 [11].

Определение удельной поверхности прибором ПСХ-2

Наименование порошка						
Кажущаяся плотность зерен ρ , г/см ³						
Исходная проба, высушенная до постоянной массы, m , г						
Толщина слоя порошка, см	Температура воздуха, °C	Коэффициент M	Время опускания столба жидкости между рисками, t , с	Постоянная прибора K	Площадь удельной поверхности, $S_{уд}$, см ² /г	Средний диаметр зерен, d , мкм

11. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЕСС-ПОРОШКОВ

В технологии керамики пресс-порошки характеризуют не только по зерновому составу и содержанию технологической связки, но и по ряду других специфических показателей, определяющих их способность к прессованию, т.е. к заполнению пресс-формы и к уплотнению при прессовании. Эти свойства, прежде всего, зависят от трения частиц друг о друга и о стенки пресс-формы.

Способность пресс-порошка к заполнению пресс-формы характеризуют насыпной плотностью и сыпучестью. Насыпную плотность определяют, разделив массу свободно засыпанного в мерный цилиндр порошка на заполненный объем. Поскольку на автоматических прессах чаще всего используют объемную дозировку, знание величины насыпной плотности необходимо для получения заданной массы сырца.

11.1. Сыпучесть пресс-порошков

Сыпучесть пресс-порошка характеризует его способность к равномерному заполнению пресс-формы, что очень важно при использовании автоматических прессов, например при прессовании облицовочных плиток. Сыпучесть пресс-порошка можно оценить по углу естественного откоса между горизонтальной плоскостью и образующей конуса, насыпанного из исследуемого материала. Чем меньше угол, тем больше сыпучесть. Для большинства керамических пресс-порошков угол естественного откоса находится в пределах от 25 до 45°.

Оборудование и материалы: глина, устройство для определения сыпучести, весы, секундомер.

Сыпучесть определяют по количеству порошка, просыпавшегося под действием собственной массы в единицу времени через отверстие определенного размера. На рис. 15 представлена схема устройства для определения сыпучести. В воронку 2 с цилиндрическим отверстием диаметром 15 мм равномерно и без уплотнения засыпают определенную массу порошка, обычно 100 г. Поднимая шаровой затвор 5 за шток 3 с крестообразным рыхлителем 4, отсчитывают по секундомеру время высыпания порошка в стакан 1. Удовлетворительной сыпучести соответствует время в 3-6 с, при этом просыпается 35-15 г материала. При застывании порошка говорят об «отсутствии сыпучести».

Снижение трения между частицами повышает сыпучесть. Лучшей сыпучестью обладают пресс-порошки, состоящие из достаточно крупных зерен или гранул сфе-

рической формы. Высокодисперсные порошки для улучшения сыпучести переводят в сферические гранулы. Наличие на поверхности зерен или гранул специальных смазок или ПАВ также способствует снижению трения и увеличению сыпучести.

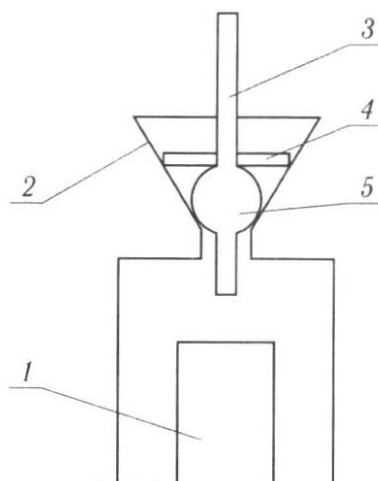


Рис. 15 Устройство для определения сыпучести порошков

Результаты определения записывают в табл. 12 [11].

Таблица 12

Определение сыпучести пресс-порошка

Наименование порошка	Масса порошка, г	Время просыпания пробы, с	Сыпучесть, г/с

11.2. Прессуемость пресс-порошков

Способность к уплотнению при прессовании чаще всего характеризуют по пропрессовываемости, текучести или пластичности, упругому расширению и прессуемости.

Под пропрессовываемостью понимают степень неравноплотности по высоте заготовки, вызываемую в первую очередь трением частиц между собой (внутреннее трение) и о стенки пресс-формы (внешнее трение). Текучесть или пластичность проявляется при прессовании изделий сложной формы. Упругое или обратное расширение наблюдают после снятия давления.

Прессуемость пресс-порошков характеризуют функциональной зависимостью степени уплотнения от давления прессования.

Степень уплотнения может быть выражена различными способами. Для расчета и конструирования прессов используют величину осадки прессуемой массы $\Delta = H - h$ и коэффициент ее сжатия $K_{сж} = H/h$, где H - высота засыпки в пресс-форме постоянного сечения до прессования, а h - высота заготовки после прессования. Для технологических задач удобнее использовать зависимости $\rho_{общ} = f(P)$; $\rho = f(P)$; $\Pi = f(P)$ (рис. 16), где $\rho_{общ}$ и ρ - плотности заготовки после ее извлечения из пресс-формы, соответственно общая и в пересчете на минеральное вещество, т.е. без учета технологической связки; P - давление прессования; Π - истинная пористость заготовки. Часто сначала определяют $\rho_{общ} = f(P)$, а затем пересчитывают на $\rho = f(P)$.

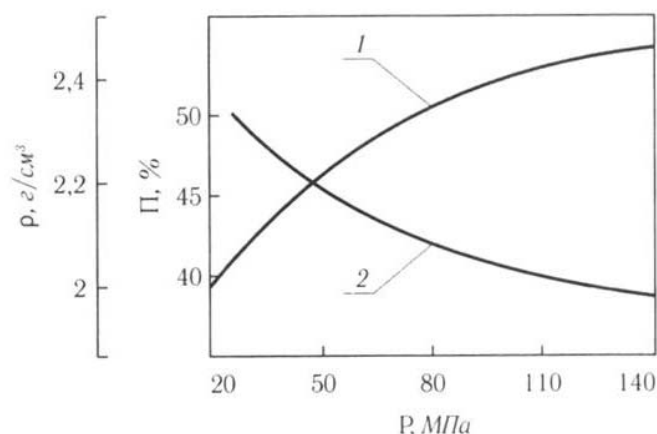


Рис. 16 -Зависимость плотности (1) и пористости (2) прессованных образцов от давления прессования

Для построения кривых прессования необходимо интервал давлений от P_{min} до P_{max} разбить на 3-4 участка, причем желательно, чтобы $P_{max}/P_{min} \geq 5$.

Образцы прессуют в цилиндрических пресс-формах диаметром 15-25 мм для высокодисперсных и 35-50 мм - для грубодисперсных порошков. Общее прессовое усилие находят, умножая удельное давление на площадь сечения пресс-формы. Массу одинаковых с точностью до $\pm 2\%$ порций порошка выбирают таким образом, чтобы при одностороннем прессовании высота заготовки не превышала 0,6-0,7 ее диаметра. Иначе будет значительная ее неравноплотность по высоте пресс-формы, что искажает результаты. При двухстороннем прессовании допустимо увеличение соотношения высоты к диаметру до 1,2-1,5. При каждом заданном давлении необходимо отпрессовать 2-3 образца и взять среднее значение. Результаты определения прессуемости пресс-порошков записывают в табл. 13 [11].

Таблица 13

Определение прессуемости пресс-порошка

Наименование порошка Истинная плотность порошка, г/см ³ Вид связки Истинная плотность связки $\rho_{ж}$, г/см ³ Масса образца m , г Масса связки в образце m_c , г Площадь сечения образца, перпендикулярного усилию прессования, S , см ²						
Давление прессования P , МПа	$\lg P$	Высота образца h , см	Объем образца V , см ³	Плотность общая, $\rho_{общ} = m/V$	Плотность, $\rho = (m - m_c)/V$, г/см ³	Пористость, $P = (1 - \rho/\rho_{ист})100$, %

12. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ВОДНЫХ ШЛИКЕРОВ

Шликерами в технологии керамики называют водные и неводные концентрированные суспензии керамических или сырьевых материалов, предназначенные для формования изделий методом литья. Шликер должен иметь минимальную вязкость при максимальном содержании твердой фазы, достаточно высокую скорость набора массы на форму и седиментационную устойчивость. Отлитая заготовка должна обладать высокой плотностью и прочностью при малых усадках в сушке и обжиге.

Свойства шликера регулируют изменением содержания дисперсионной среды, введением добавок электролитов (соли, кислоты, в некоторых случаях щелочи), ПАВ и высокомолекулярных веществ.

Для определения вязкости суспензий, в том числе керамических литейных шликеров, наибольшее распространение получили вискозиметры истечения, ротационные и с использованием падающего шарика [11].

12.1. Определение текучести с помощью ротационного вискозиметра

Ротационный вискозиметр РВ-8 (рис. 17) работает по принципу вращающихся цилиндров (цилиндр-цилиндр), расположенных коаксиально.

Оборудование и материалы: ротационный вискозиметр РВ-8, разновесы, секундомер, исследуемая система.

Текучесть шликера определяют следующим образом.

Исследуемой дисперсной системой заполняют пространство между цилиндрами, один из которых приводят во вращение. В кольцеобразном слое системы возникает ламинарное течение с определенным распределением напряжений сдвига и градиентов скорости. При этом общее крутящее напряжение пропорционально угловой скорости вращения и вязкости дисперсной системы. Коэффициент пропорциональности зависит от геометрических характеристик вискозиметра и количества исследуемой дисперсной системы.

Вискозиметр состоит из внутреннего вращающегося цилиндра и внешнего неподвижного цилиндра (стакана), между которыми имеется кольцеобразный зазор. Внутренний цилиндр приводится во вращение посредством системы, состоящей из вала, шкива, нити, блоков и груза. Для торможения вращения применяют тормоз. На поверхности внутреннего цилиндра нанесена шкала для определения глубины его погружения в исследуемую систему.

С указанным преподавателем значением водотвердого отношения (В/Т) готовят исследуемую дисперсную систему. Для этого 50 г сухого порошка затворяют необходимым количеством воды и перемешивают не менее двух минут до получения однородной смеси. Готовой смесью заполняют внешний цилиндр, вставляют его в прорезь крышки и укрепляют поворотом слева направо. После сборки прибора систему оставляют в покое в течение 5 минут для восстановления в ней первоначальной структуры. Затем определяют величину минимального груза $P_{\min}$, при котором начинается вращение внутреннего цилиндра. Для этого на обе чашечки вискозиметра добавляют одинаковые грузы до начала вращения шкива (начальный сдвиг). После начала вращения шкива движение груза останавливают с помощью тормоза. Далее груз увеличивают, отпускают тормоз и с помощью секундомера определяют время пяти оборотов шкива. Измерения осуществляют не менее, чем при 4-5 последовательно увеличивающихся нагрузках так, чтобы при максимальном грузе фиксируемое время составляло не менее 7-8 с. Измерение при одном и том же грузе проводят не менее трех раз, давая время на восстановление структуры исследуемой системы (2-3 минуты).

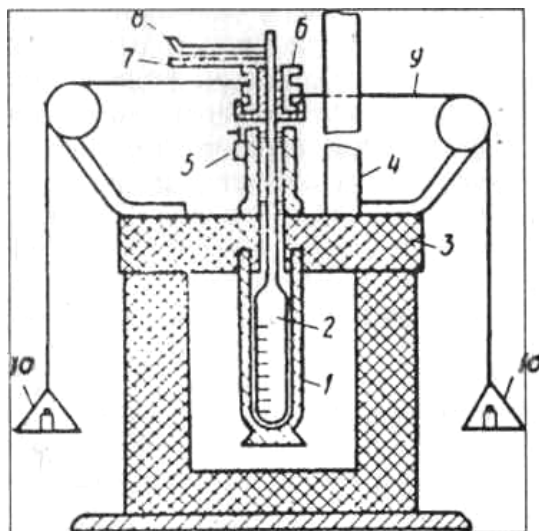


Рис. 17 Схема ротационного вискозиметра РВ-8:

- 1 - наружный цилиндр; 2 - внутренний цилиндр; 3 - крышка; 4 - стойка; 5 - тормоз;
6 - шкив; 7 - лимб; 8 - стрелка; 9 - нить; 10 - чашечки с грузом

После окончания опыта снимают внешний цилиндр и измеряют уровень исследуемой системы h по шкале внутреннего цилиндра.

Эффективную вязкость исследуемой дисперсной системы определяют по формуле:

$$\eta = \kappa \frac{P - P_{\min}}{\omega}, \quad (31)$$

где η - эффективная вязкость; κ - константа прибора; P - груз, обеспечивающий вращение рабочего цилиндра с необходимой скоростью; $P_{\min}$ - минимальный груз, приводящий цилиндр во вращение; ω - угловая скорость вращения рабочего цилиндра.

Константу прибора, в зависимости от уровня исследуемой системы h , определяют по формуле:

$$\kappa = \frac{2190,3}{776,46 * h + 811,34}. \quad (32)$$

На основании расчетных данных строят зависимость $\eta = f(h/T)$.

12.2. Разжижение шликера электролитом

Измеряя вязкость или текучесть, можно изучать влияние различных факторов (состав, дисперсность минеральных компонентов и добавок различных веществ) на основные технологические свойства шликера.

На практике свойства шликеров на основе глин регулируют, вводя добавки некоторых солей (силикат, полифосфат, карбонат натрия и др.), а свойства водных шликеров из непластичных оксидных материалов - вводя кислоты (соляную) или щелочи (гидроксид аммония).

Введением электролитов достигают резкого снижения вязкости шликера при сохранении его влажности или уменьшения влажности шликера при сохранении уровня вязкости. Операцию введения электролитов называют разжижением шликера.

Для разжижения обычно используют растворы электролитов 5%- или 10%-ной концентрации [11].

Предварительно приготовленную массу с влажностью 33% переносят в ротационный вискозиметр. Бюретку, установленную в вискозиметре, заполняют раствором

электролита заданной концентрации. Методика работы аналогична таковой при определении рабочей влажности шликера.

По результатам эксперимента строят зависимости вязкости шликера от количества добавленного электролита. При этом условно принимают, что влажность шликера остается постоянной.

12.3. Определение текучести шликера по наклонной плоскости

Этот метод используют в производственной практике для оперативного контроля свойств шликера и его корректировки. Текучесть оценивают по времени прохождения 10 мл шликера на расстояние 40 см по наклонной гипсовой доске, установленной под углом 15°.

Гипсовую доску длиной 500 мм, толщиной 50 мм и шириной 110 мм с прямоугольным углублением (рис. 18) устанавливают на брусок с углом наклона 15°. Приготовленные 100 мл шликера выливают в углубление над меткой, одновременно включая секундомер и фиксируя время, за которое шликер протечет от метки до края доски. Определение проводят трижды, каждый раз очищая углубление от остатков шликера. За результат определения принимают среднее арифметическое. Нормальная текучесть шликера соответствует 8-10 с.

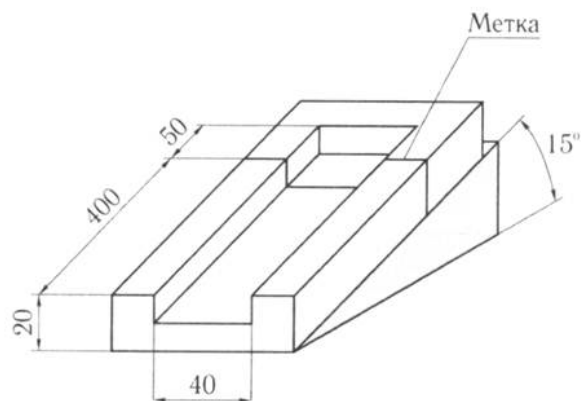


Рис. 18 Гипсовая доска для определения текучести шликера

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ И ОГНЕВОЙ УСАДОК

При обжиге керамических изделий происходят более глубокие по сравнению с сушкой химические и физические процессы, которые обуславливают образование новых фаз, изменение массы и объема керамического тела. Изменение размеров изделия при обжиге керамики называют огневой усадкой, которая является одним из внешних проявлений и количественной характеристикой процесса спекания.

Огневая усадка позволяет оценивать поведение полуфабриката в обжиге с точки зрения опасности появления трещин, коробления и других дефектов, определять значение допустимых перепадов температуры при обжиге и устанавливать необходимую скорость повышения температуры. Измерение огневой усадки необходимо также для определения размеров сырца с целью получения после обжига готового изделия заданного размера.

Общую и огневую линейные усадки определяют по изменениям линейных размеров образцов после обжига на плиточках размером 50×50×5 мм (на тех же, что и для воздушной усадки) с усадочными метками по диагоналям образца.

Общую и огневую усадки определяют по формулам:

$$l_{\text{общ}} = \frac{l_1 - l_3}{l_1} * 100, \quad (33)$$

$$l_{\text{огн}} = \frac{l_2 - l_3}{l_1} * 100, \quad (34)$$

где l_1 – расстояние между метками на свежесформованных образцах, мм; l_2 – расстояние между метками на образцах после сушки при температуре 105-110°C, мм; l_3 – расстояние между метками на образцах после обжига, мм.

Усадка различных масс в обжиге обычно существенно колеблется, достигая в отдельных случаях 13-15%. Введение в высокодисперсные массы крупных зерен отощителя заметно снижает огневою усадку. С ростом температуры обжига усадка обычно возрастает, но лишь до определенного предела, после которого она прекращается. В некоторых случаях образцы могут увеличивать свои размеры в результате вспучивания, происходящего при пережоге. По характеру изменения огневой усадки в зависимости от температуры обжига можно судить о спекаемости керамического сырья. Поэтому определение огневой усадки обычно совмещают с оценкой спекаемости исследуемых масс [1, 10, 11].

Оборудование и материалы: глина, форма для изготовления образцов, технические весы, штангенциркуль, сушильный шкаф, муфельная печь.

Огневою усадку определяют на тех же образцах, которые использовали для определения воздушной усадки. Высушенные образцы обжигают обычно при 3-5 различных температурах с интервалом в 50°С. Температуру выбирают с учетом природы обжигаемых образцов. Верхний предел температуры обжига глин устанавливают по достижении пережога (вспучивания и деформации образцов, остекловывания их поверхности). Подъем температуры обычно составляет около 3 град/мин; при конечной температуре образцы выдерживают в течение 30 мин. Для контроля температуры в зону обжига помещают термопару.

Затем муфельную печь выключают и образцы, не извлекая из печи, охлаждают до комнатной температуры. Далее образцы извлекают и осматривают. Дефектные образцы (вспученные, покоробленные) отбрасывают. На образцах определяют штангенциркулем расстояние между метками и рассчитывают огневою усадку.

Полная (общая) усадка представляет собой сумму воздушной и огневой усадок.

Иногда огневая усадка для суглинков и тощих глин будет иметь отрицательное значение из-за увеличения размеров за счет полиморфных превращений кварца.

Общую и огневою объемные усадки определяют по изменениям размеров обожженных образцов-плиточек 50×50×5 мм.

Величины общей и огневой объемных усадок рассчитывают по формулам:

$$V_{\text{общ}} = \frac{V_1 - V_2}{V_1} * 100, \quad (35)$$

$$V_{\text{огн}} = \frac{V_1 - V_3}{V_1} * 100, \quad (36)$$

где V_1 – объем изделия в свежесформованном состоянии, см³; V_2 – объем изделия в воздушно-сухом состоянии, см³; V_3 – объем изделия после обжига, см³.

Объемную огневою усадку можно определять непосредственно измерением объемов образца до и после обжига либо рассчитать по формулам, устанавливающим взаимосвязь с линейной усадкой, аналогично зависимостям, приведенным для воздушной усадки.

По результатам испытания строят график зависимости огневой усадки от температуры обжига, который может быть использован для выбора оптимального режима обжига. Полученные данные заносят в табл. 14.

Определение полной и огневой усадки

Номер образца	Усадка, %		
	воздушная $\Delta l_{\text{в}}$	огневая $\Delta l_{\text{ог}}$	полная $\Delta l_{\text{п}}$

14. СПЕКАЕМОСТЬ ГЛИН И КЕРАМИЧЕСКИХ МАСС

При обжиге происходит самый важный, сложный и многозначный процесс - спекание, в результате которого изделия обычно уплотняются и упрочняются. Обычно процесс спекания оценивают по изменению плотности обжигаемых заготовок. Спекшимися считают изделия, достигшие в процессе обжига определенного минимального водопоглощения (открытой пористости).

Увеличение плотности обжигаемых изделий внешне проявляется в уменьшении их линейных размеров. Поэтому кривые усадки керамики, т.е. зависимости линейной усадки при обжиге от температуры адекватны графикам изменения водопоглощения и средней плотности от температуры обжига керамики. Характерный вид зависимости линейной усадки 1, средней плотности 2 и водопоглощения 3 керамики от температуры обжига показан на рис. 19.

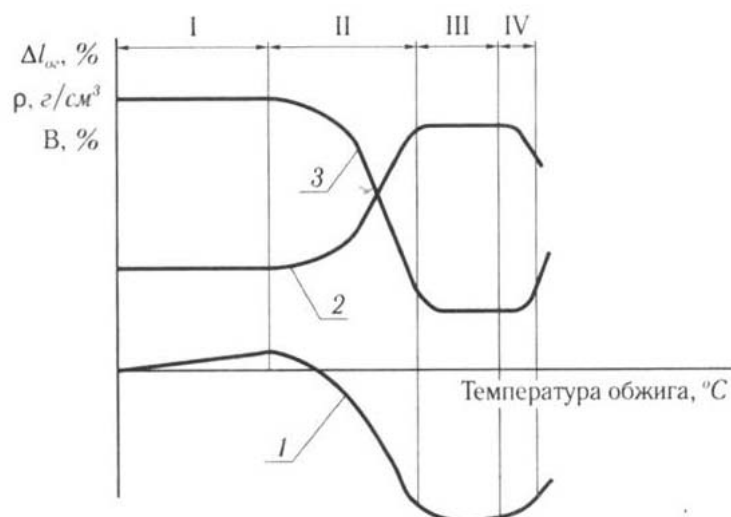


Рис. 19 Зависимость огневой усадки (1), средней плотности (2) и водопоглощения (3) от температуры обжига

Кривые спекания можно разбить на четыре температурных участка. Первый участок соответствует термическому расширению образца, второй характеризует собственно процесс спекания: происходит усадка, повышается плотность, снижается пористость (водопоглощение). Третий участок называют интервалом спекшегося состояния; он соответствует максимальным значениям усадки и плотности спеченного образца. При дальнейшем повышении температуры у содержащей глину керамики может происходить вспучивание (четвертый участок), ее плотность уменьшается за счет увеличения объема пор. Это явление именуют пережогом.

Таким образом, интервалу спекшегося состояния соответствует разность между температурами начала пережога и полного спекания. Температурный интервал от начала спекания (усадки) до начала вспучивания называют интервалом спекания.

Испытания керамики с целью определения интервалов спекания и спекшегося состояния позволяют установить оптимальную температуру обжига, выбрать необходимый тип печи [8, 11].

14.1. Стандартная методика определения спекаемости глин

Оборудование и материалы: комплект приборов и материалов для определения усадки, средней плотности и водопоглощения керамических образцов.

Спекаемость глин оценивают на образцах, изготовленных из пластичного глиняного теста, параллельно с определением воздушной и огневой усадок. Максимальную температуру последовательных обжигов для легкоплавких глин устанавливают 950-1150°C, для тугоплавких и огнеупорных – 1050-1400°C (иногда выше) с интервалом в 50°C. На образцах, обожженных при разных температурах, вместе с изменением линейных размеров определяют водопоглощение и среднюю плотность.

По полученным данным строят графики зависимости общей и огневой усадок, а также водопоглощения и средней плотности от температуры обжига. За начало спекшегося состояния принимают температуру, при которой водопоглощение становится ниже 5%. Температурой пережога считают такую, при которой водопоглощение и линейные размеры образцов начинают увеличиваться.

15. ПЛОТНОСТЬ И СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Плотность и пористость являются важнейшими характеристиками керамических материалов и изделий, определяющими их механические, теплофизические и другие свойства. По величине пористости и связанному с ней значению водопоглощения судят также о протекании и завершенности процесса спекания.

Различают следующие виды плотности: истинную ρ , среднюю ρ_0 , насыпную ρ_n , относительную ρ_{om} .

Истинная плотность, именуемая обычно плотностью, является физической константой для индивидуального вещества. Ее определяют как отношение покоящейся массы материала m к его объему V без пор - $\rho = m/V$ и выражают в г/см³, кг/м³.

Средняя плотность - это отношение массы тела к его объему, включая поры (V_T): $\rho_0 = m/V_T$ (г/см³).

Насыпная плотность аналогична средней плотности, но определяется для характеристики укладки сыпучих материалов (зерен, гранул и т.п.).

Относительная плотность - это отношение средней и истинной плотности $\rho_{om} = \rho_0/\rho$, т.е. объемная доля твердого вещества в теле. Ее выражают в долях единицы или в процентах.

Различают следующие виды пористости: истинную, или общую Π , открытую Π_0 и закрытую Π_3 .

Истинная пористость (%) - это отношение общего объема всех пор тела V_n к его объему, включая объем всех пор V_T : $\Pi = (V_n/V_T)*100$.

Открытая пористость (%) - это отношение объема открытых пор тела V_0 к его объему: $\Pi_0 = (V_0/V_T)*100$.

Закрытая пористость (%) - это отношение объема всех закрытых пор тела V_3 ко всему объему: $\Pi_3 = (V_3/V_T)*100$.

Водопоглощение B (%) - это отношение массы воды, поглощенной керамическим телом при полном насыщении открытых пор ($m_1 - m_0$) к массе сухого тела (m_0),

$B = [(m_1 - m_0)/m_0]*100$, где m_1 - масса тела с водой насыщения. Между указанными параметрами керамического тела существуют и другие зависимости:

$$П = (1 - \frac{\rho_0}{\rho}) * 100, \rho_0 = \rho(1 - \frac{П}{100}), П = (1 - \rho_{om}) * 100. \quad (37-39)$$

15.1. Пикнометрический метод определения плотности

Сущность метода заключается в измерении объема жидкости, вытесненной пробой испытуемого материала с известной массой. В качестве жидких сред используют дистиллированную воду.

Оборудование и материалы: испытуемые образцы, пикнометры, аналитические весы, сушильный шкаф, сито № 0063, ступка, воронка, стакан вместимостью 200 мл, дистиллированная вода.

При наличии в материале мелких закрытых пор пробу 25-50 г измельчают до полного прохождения через сито № 0063.

Плотность определяют параллельно на двух высушенных навесках по 5-8 г.

Дистиллированную воду заливают в предварительно высушенные пикнометры точно до метки. Затем через воронку засыпают навески. Порошинки, прилипшие к воронке и горлышку пикнометра, тщательно смывают, с тем, чтобы вся проба была полностью погружена в жидкость. После этого замеряют новый уровень жидкости. По объему вытесненной жидкости определяют объем материала.

Плотность (г/см³) рассчитывают с точностью до 0,001 г/см³ по формуле:

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (40)$$

где m - масса навески, V – объем вытесненной жидкости.

15.2. Определение средней плотности, пористости, водопоглощения

Определение проводят методом насыщения керамического тела жидкостью и последующего гидростатического взвешивания. Обожженные образцы обычно пропитывают водой, необожженные - керосином.

Оборудование и материалы: весы для гидростатического взвешивания, электрическая плитка, сушильный шкаф, пинцет, испытуемые образцы.

Специально изготовленные образцы либо куски, вырезанные или отколотые от изделий, объемом 50-200 см³ без трещин и острых углов, высушивают до постоянной массы.

Образцы в количестве не менее трех взвешивают с точностью до 0,01 г и насыщают жидкостью.

Для определения плотности, пористости и водопоглощения необходимо взвесить образцы сухие и насыщенные жидкостью, последние - в погруженном в жидкость состоянии, для чего используют весы для гидростатического взвешивания (рис. 20). Перед взвешиванием на воздухе насыщенных жидкостью образцов с их поверхности влажным отжатым полотенцем удаляют избыток жидкости. При взвешивании в погруженном состоянии образец помещают на легкую сетчатую подставку или подвешивают проволоочной петлей. Перед взвешиванием уравнивают чашки весов с подвесным устройством.

Расчет водопоглощения B (%), открытой пористости $П$ (%) и средней плотности ρ_c (г/см³) производят по формулам:

$$B = \frac{m_1 - m_0}{m_0} * 100, \quad (41)$$

$$P_0 = \frac{(m_1 - m_0)}{(m_1 - m_2)} * 100, \quad \rho_0 = \frac{m_1 * \rho_{ж}}{(m_1 - m_2)}, \quad (42-43)$$

где m_0 , m_1 , m_2 - соответственно масса образцов сухого, насыщенного жидкостью и погруженного в жидкость; $\rho_{ж}$ - плотность использованной жидкости.

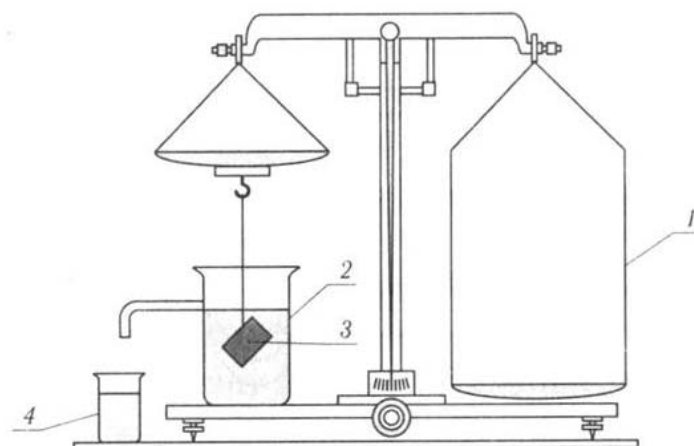


Рис. 20 Весы для гидростатического взвешивания образцов при определении водопоглощения и открытой пористости: 1 - весы; 2 — стакан с жидкостью; 3 - образец; 4 – стакан

Общую (истинную) пористость P определяют, если известна плотность испытуемого материала. Закрытую пористость рассчитывают как разность между общей и открытой пористостью [2, 10, 11].

Результаты записывают в табл. 15.

Таблица 15

Определение средней плотности, пористости, водопоглощения

Номер образца	Масса образца, г			Водопоглощение, %	Средняя плотность, г/см ³	Пористость, %		
	сухого	насыщенного жидкостью	погруженного в жидкость			открытая	истинная	закрытая

16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Прочность – способность материалов, обожженных при оптимальных температурах, сопротивляться разрушающему действию внутренних напряжений, возникающих под влиянием внешних сил. Пределы прочности при сжатии и изгибе являются одними из основных технических характеристик керамических материалов.

16.1. Определение предела прочности при сжатии

Предел прочности при сжатии - это максимальное сжимающее напряжение, которое выдерживает образец до разрушения.

Оборудование и материалы: испытательный пресс, пластинки картона или другого прокладочного материала, штангенциркуль, испытываемые образцы.

Образцы для этого вида испытаний, как правило, имеют форму цилиндров или кубов, причем диаметр цилиндра примерно равен его высоте. Образцы изготавливают специально либо вырезают алмазным инструментом из готового изделия. Плоскости образцов, которые должны прилегать к плитам испытательной машины (пресса), должны быть плоскопараллельны и отшлифованы. Размеры образцов измеряют штангенциркулем в верхней и нижней частях образца в направлении, параллельном помеченным плоскостям, и определяют их площадь.

При установке образца на плиту пресса необходимо учитывать возможные перекосы образца. Иногда на образец снизу и сверху укладывают прокладки из легко деформируемого материала (картона, резины и т.д.), которые устраняют действие перекосов, неровностей и других дефектов поверхности образца.

Для проведения испытаний отбирают образцы без видимых дефектов. Затем в верхней и нижней частях образца измеряют размеры сторон куба или диаметра цилиндра и определяют среднее сечение образца (m^2) по формуле:

$$S_{cp} = \frac{S_v + S_n}{2}, \quad (44)$$

где S_v и S_n - площади соответственно верхнего и нижнего сечений.

Испытуемый образец устанавливают на нижнюю плиту пресса. При подаче нагрузки необходимо соблюдать постоянную скорость нагружения вплоть до разрушения образца, в момент которого по прибору пресса фиксируют разрушающее напряжение.

Разрушающее напряжение (Па) при сжатии:

$$\sigma_{сж} = \frac{F}{S_{cp}}, \quad (45)$$

где F - разрушающее усилие, Н; S_{cp} - среднее сечение образца, m^2 .

После испытаний рассчитывают среднее арифметическое значение предела прочности при сжатии не менее трех образцов.

Результаты испытаний записывают в табл. 16.

Таблица 16

Определение предела прочности при сжатии

Номер образца	Размеры образца, м		Площадь сечения, m^2	Разрушающее усилие, Н	$\sigma_{сж}$, МПа	Среднее значение $\sigma_{сж}$, МПа
	верх	низ				

По величине предела прочности при сжатии устанавливают предполагаемую марку керамического материала по прочности [3, 10, 11].

16.2. Определение предела прочности при изгибе

Предел прочности при изгибе – это максимальное изгибающее напряжение, которое выдерживает образец до разрушения.

Изгибающее действие намного сложнее, чем сжимающее или растягивающее, поскольку в пределах сечения образца действуют и растягивающие (в нижних слоях), и сжимающие (в верхних слоях) напряжения.

Наибольшее распространение получили испытания образцов прямоугольного сечения при использовании трехточечного и четырехточечного изгибов. Данные, полученные при трехточечном изгибе, всегда выше примерно на 25%, чем при четырехточечном изгибе. Это связано с тем, что максимальное усилие при трехточечном изгибе действует на образец в одном сечении, а при четырехточечном изгибе – в двух, поэтому в последнем случае вероятность попадания дефекта в промежутки между сечениями максимальных напряжений намного больше.

Перед испытаниями отбирают прямые образцы без видимых дефектов, отношение длины к большему размеру сечения должно быть больше 7.

Нагрузку образцов производят до полного разрушения, фиксируя разрушающее усилие, необходимое для расчета предела прочности при изгибе по формуле (для прямоугольного образца-балочки):

- для трехточечного изгиба:

$$\sigma_{изг} = \frac{3 * F * l}{2 * b * h^2}, \quad (46)$$

- для четырехточечного изгиба:

$$\sigma_{изг} = \frac{3 * F * l}{b * h^2}, \quad (47)$$

где F - разрушающее усилие, Н; l – расстояние между опорами, см; b – ширина образца, см; h – высота образца, см [3, 10, 11].

Результаты испытаний записывают в табл. 17.

Таблица 17

Определение предела прочности при изгибе

Номер образца	Размеры образца, м		Расстояние между опорами, l , см	Разрушающее усилие, F	Предел прочности, $\sigma_{изг}$, МПа	Среднее значение $\sigma_{изг}$, МПа
	высота, h , см	ширина, b , см				

17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ

Износостойкость (износоустойчивость) - это сопротивление керамических изделий изнашиванию, т.е. изменению размеров, формы, массы или состояния поверхности изделия при трении.

Износ зависит от приложенной нагрузки, размера частиц абразива и его твердости. Материалы с высокой износостойкостью обычно обладают также высокими ударной вязкостью и твердостью, низкими пористостью и коэффициентом трения, высокой химической стойкостью. Следующие внешние воздействия способствуют износу керамики: крупные частицы абразива, их неправильная форма, высокая твердость абразива, высокое давление на абразив, отсутствие смазки, коррозия по зернам керамики.

Оборудование и материалы: прибор для оценки истирания, весы, штангенциркуль, кварцевый песок заданной зернистости, образцы.

При оценке качества керамических плиток для полов определяют их сопротивление истиранию. Испытания проводят на кругах истирания, состоящих из горизонтально расположенного чугунного диска, вращающегося равномерно с частотой 22 об/мин. Образец помещают в зажимное приспособление и прижимают к диску с по-

мощью рычага и груза так, чтобы нагрузка, приходящаяся на образец, была 60 кПа. При вращении диска через каждые 30 м пути образца (или 22 оборота) подсыпают 20 г абразивного материала (песок или наждак). Через каждые 150 м пути (или 110 оборотов) образцы извлекают и взвешивают, а затем устанавливают снова в зажим, повернув на 90°. Этот цикл повторяют пять раз. Потерю массы оценивают по сумме пяти отдельных взвешиваний. Средняя потеря массы образца (г) после 110 оборотов диска, деленная на площадь трения (см²), характеризует потери от истирания.

Износостойкость (г/см²) плиток оценивают по потере массы после прохождения образцом 150 м пути по кругу и определяют по формуле:

$$\Delta m = (m_1 - m_2) * S, \quad (48)$$

где m_1 и m_2 - масса плитки до и после испытания; S - площадь плитки, подвергаемая испытанию, см².

Потери массы плиток оценивают как среднеарифметическое из значений, полученных для пяти параллельных испытаний.

Износостойкость, или сопротивляемость материала истиранию, можно оценить также коэффициентом истирания:

$$K_u = \frac{b_1 - b_2}{P * L}, \quad (49)$$

где b_1 - начальная толщина образца, мм; b_2 - толщина образца после истирания, мм; P - нагрузка на образец, Па; L - путь, пройденный образцом, км.

Для испытаний используют высушенные образцы размером 50x50 или 70x70 мм. Песок для испытаний должен содержать не менее 96% SiO₂ и не более 1% глинистых минералов, размер зерен песка должен отвечать следующим требованиям: остаток на сите № 085 не более 3%, а на сите № 05 не более 8% [11].

Полученные данные записывают в табл. 18.

Таблица 18

Определение износостойкости

Номер образца	Масса плитки, г		Площадь плитки, S , см ²	Потеря массы Δm , г	Износостойкость, г/см ²	Средняя величина, г/см ²
	до испытания, m_1	после испытания, m_2				

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ 530–2012. Кирпич и камень керамические. Общие технические условия [Текст]. – Введ. 2013-07-01. – М.: Изд-во стандартов, 2012. – 43 с.
2. ГОСТ 7025–91. Кирпич и камни керамические и силикатные. Методы определения водопоглощения, плотности и контроля морозостойкости [Текст]. – Введ. 1991-01-07. – М.: Изд-во стандартов, 1991. – 12 с.
3. ГОСТ 8462–85. Материалы стеновые. Метод определения предела прочности при сжатии и изгибе [Текст]. – Введ. 1985-01-07. – М.: Изд-во стандартов, 1985. – 7 с.
4. ГОСТ 9169–75. Сырье глинистое для керамической промышленности. Классификация [Текст]. – Введ. 1976-01-07. – М.: Изд-во стандартов, 1975. – 7 с.
5. ГОСТ 21216.1–93. Сырье глинистое. Метод определения пластичности [Текст]. – Введ. 1995-01-01. – М.: Изд-во стандартов, 1993. – 7 с.
6. ГОСТ 21216.2–93. Сырье глинистое. Метод определения тонкодисперсных фракций [Текст]. – Введ. 1995-01-01. – М.: Изд-во стандартов, 1993. – 8 с.
7. ГОСТ 21216.4–93. Сырье глинистое. Метод определения крупнозернистых включений [Текст]. – Введ. 1995-01-01. – М.: Изд-во стандартов, 1993. – 7 с.
8. ГОСТ 21216.9–93. Сырье глинистое. Метод определения спекаемости глин [Текст]. – Введ. 1995-01-01. – М.: Изд-во стандартов, 1993. – 7 с.
9. Основы технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов [Текст] : учеб. пособие / А. П. Зубехин [и др.]. - М. : КАРТЭК, 2010. - 307 с. 307 с. – ISBN 978-5-9901582-2-1
10. Технология строительной керамики [Текст]: метод. указания к выполнению лабораторных работ / М.Н. Мороз, В.Л. Хвастунов, В.И. Калашников, Р.И. Ибрагимов; под общ. ред. д-ра техн. наук, проф. Ю.П. Скачкова. – Пенза: ПГУАС, 2013. – 60 с.
11. Практикум по технологии керамики [Текст]: учеб. пособие для вузов / Н.Т. Андрианов [и др.]; под ред. проф. И.Я. Гузмана. – М.: ООО РИФ «Стройматериалы», 2005. – 336 с. – ISBN 5-94026-005-5

Учебное текстовое электронное издание

Некрасова Светлана Анатольевна

ПРАКТИКУМ ПО ТЕХНОЛОГИИ КЕРАМИКИ

Практикум

1,02 Мб

1 электрон. опт. диск

г. Магнитогорск, 2015 год

ФГБОУ ВПО «МГТУ»

Адрес: 455000, Россия, Челябинская область, г. Магнитогорск,
пр. Ленина 38

ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный
технический университет им. Г.И. Носова»

Кафедра строительных материалов и изделий

Центр электронных образовательных ресурсов и

дистанционных образовательных технологий

e-mail: ceor_dot@mail.ru