

Федеральное агентство по образованию
ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ»



А.В. Иванова, Н.А. Михайлова

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ГЛИН

Учебное электронное текстовое издание
Подготовлено кафедрой «Химическая технология керамики и огнеупоров».
Научный редактор: доц., канд. техн. наук Л.В. Иванова

Методические указания к лабораторным работам по курсу «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов дневной формы обучения специальности 25.08 – Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов

Рассмотрены основные методы испытания глинистого сырья, применяемого в производстве керамики и других неметаллических конструкционных материалов.

© ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2005

Екатеринбург
2005

1. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ГЛИН

Глины – это природные водные силикаты глинозема с разного рода примесями, находящиеся большей частью в тонкодисперсном состоянии, способные при замешивании с водой давать пластичное, поддающееся формованию тесто, которое после обжига теряет пластические свойства и приобретает значительную механическую прочность.

Глины широко применяются в технологии силикатов.

В природе встречаются самые разнообразные глины. Они отличаются между собой по огнеупорности, химическому (содержание Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 и др.) и минералогическому составам, степени дисперсности, пластичности, спекаемости и по некоторым другим показателям.

Свойства глин определяют область их промышленного применения. Например, легкоплавкие глины иллитового минерального состава с высоким содержанием окрашивающих оксидов (преимущественно Fe_2O_3) – основа для производства красного строительного кирпича; каолинитовые глины с минимальным содержанием оксидов железа используют в производстве фарфора, фаянса, огнеупорных изделий.

1.1. Пластичность и отношение глин к спеканию

1.1.1. Определение пластичности глин

Под пластичностью затворенных водой глин принято понимать их способность под действием нагрузки деформироваться без разрыва сплошности (образования трещин), принимать любую форму и сохранять ее после прекращения действия нагрузки.

Пластичность глин более всего зависит от их дисперсности и от минералогического состава. Чем более дисперсна глина, тем выше ее пластичность. Монтмориллонитовые глины более пластичны, чем каолинитовые.

Способность глин при затворении водой образовывать пластичные массы широко используются в промышленности при формовании изделий: раскатке

пласта керамической массы в тела вращения, продавливания пластичной массы через мундштук ленточного пресса и т.д.

Наряду с относительно сложными методиками, основанными на непосредственном измерении напряжений и деформаций в глиняных массах, наиболее распространена оценка пластичности глин по косвенным признакам.

Метод определения «числа пластичности» (ГОСТ 21216.93) основан на следующей практически наблюдаемой закономерности: чем пластичнее глина, тем шире интервал влажности, при котором проявляется ее пластичность. Верхний предел влажности, при котором глина сохраняет пластические свойства, называют *границей текучести*. При дальнейшем повышении влажности глиняная масса теряет способность сохранять форму – она течет. Нижний предел влажности глины, обладающий пластическими свойствами, называют *границей раскатывания*. Ниже этого предела глина приобретает хрупкие свойства. Разность между влажностями глиняной массы в состояниях «границы текучести» и «границы раскатывания» количественно характеризует пластичность и называется *числом пластичности*.

Число пластичности Π вычисляют по формуле:

$$\Pi = W_T - W_p, \quad (1)$$

где W_T – влажность массы, соответствующая границе текучести, %;

W_p – влажность массы, соответствующая границе раскатывания, %.

Выполнение анализа.

Границу текучести (верхний предел пластичного состояния) определяют на приборе конструкции А.М. Васильева или при помощи балансирующего конуса (рис. 1.а, б).

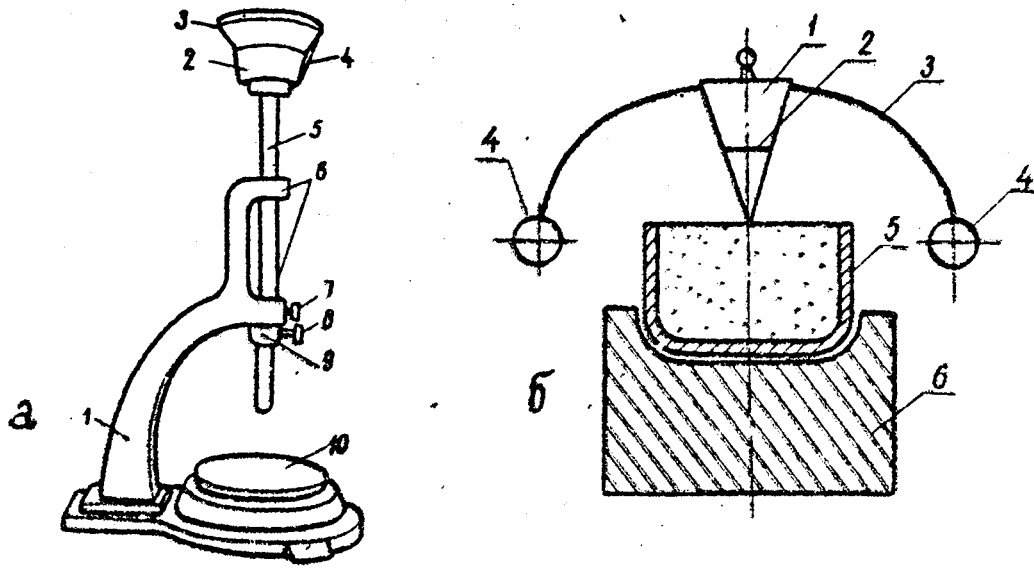


Рис.1. Приспособления для определения границы текучести:
а – прибор Васильева; б – балансирный конус

Прибор Васильева состоит из металлической станицы (1), в обойме (6) которой может свободно перемещаться в вертикальном направлении цилиндрический стержень (5). На стержне укреплен диск (2) с углублением, в которое устанавливается фарфоровая чашка (3), закрепляемая резиновым держателем (4). Дно фарфоровой чашки должно иметь сферическую форму и при освещении электрической лампы просвечиваться. Стержень (5) может быть зафиксирован с помощью винта (7) на определенной высоте от опорной плиты (10), представляющей собой стальной круг с резиновой прокладкой. Винт (8) служит для закрепления ограничительного кольца (9), с помощью которого регулируют высоту подъема стержня.

Для выполнения анализа от лабораторной пробы глины отбирают навеску массой не менее 50 г, измельчают (не растирая) до полного прохождения через сито с отверстиями 0,5 мм. Пробу помещают в фарфоровую чашку, куда при непрерывном помешивании добавляют воду до образования густой однородной пластичной массы. Глиняную массу равномерно распределяют по дну чашки слоем толщиной 10–15 мм и разрезают металлическим шпателем на две равные части так, чтобы зазор между ними имел в верхней части ширину 2,5–3 мм, а по дну чашки – 1 мм. Чашку устанавливают на верхний диск прибора конструкции

Васильева и закрепляют держателем. Стержень прибора, на котором крепится диск, должен быть поднят на высоту 75 мм от опорной плиты и закреплен винтом-фиксатором. После этого стержень освобождают так, чтобы он свободно (под действием собственной массы) падал на опорную плиту. При ударе масса в чашке встряхивается, и просвет между ее частями уменьшается. Масса соответствует границе текучести, если после третьего удара разрезанный пласт по дну чашки соединяется.

Другой прибор для определения границы текучести (рис. 1.б) состоит из металлического конуса 1 с отполированной поверхностью. Общая высота конуса – 25 мм. Угол при вершине – 30° . На высоте 10 мм от вершины на конус нанесена круговая метка 2. Балансирное приспособление, состоящее из стального коромысла 3 и двух металлических грузов 4, служит для того, чтобы конус погружался в глиняную массу вертикально. Общая масса конуса с балансирным приспособлением $76 \pm 0,2$ г.

Глиняной массой заполняют чашу 5 диаметром 40 и глубиной не менее 20 мм, поверхность массы заглаживают вровень с краями. Чашу устанавливают на подставку 6 и подводят к поверхности массы балансирный конус (слегка смазанный вазелином). Если конус по прошествии 5 сек., опускаясь под действием собственной массы, погрузился до круговой метки, – консистенция глиняной массы соответствует границе текучести.

Определение границы раскатывания состоит в следующем. К оставшейся от предыдущего определения массе добавляют немного сухой глины, смесь тщательно перемешивают и раскатывают вручную на стекле или мраморной доске в жгут диаметром около 3 мм. Если при этой толщине жгут сохраняет пластические свойства и не рассыпается, его собирают в комок и снова раскатывают (высокопластичные массы раскатывают предварительно на гипсовой доске или фильтрованной бумаге). Раскатывание следует довести до тех пор, пока тонкий жгут из подсыхающей массы не начнет рассыпаться на кусочки длиной 3–10 мм.

После получения необходимой консистенции масс, соответствующих границе текучести и границе раскатывания, отбирают пробы (не менее 10 г), помещают в предварительно высушенные и взвешенные фарфоровые тигли, взвешивают и высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при 105–110 °С. Результаты записываются в лабораторный журнал по форме 1, рассчитывают абсолютную и относительную влажности и число пластичности.

Форма 1. Определение числа пластичности

Наименование сырья _____

Состояние глиняной массы	Номер тигля	Масса тигля, г			Относительная влажность, %	Абсолютная влажность, %
		Без навески	С навеской			
			до сушки	после сушки		
Граница текучести						
Граница раскатывания						

Влажность рассчитывается по формулам:

$$W_{\text{отн.}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100, \% \quad (2)$$

$$W_{\text{абс.}} = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \cdot 100, \% \quad (3)$$

где $W_{\text{отн.}}$ – относительная влажность;

$W_{\text{абс.}}$ – абсолютная влажность;

m_0, m_1, m_2 – масса соответственно высушенного тигля, тигля с влажной и тигля с сухой навеской.

По числу пластичности глину относят к определенной группе пластичности в соответствии с классификацией ГОСТ 9169–75 (табл. 1).

Таблица 1

Классификация глин по пластичности

№ п/п	Наименование группы	Число пластичности
1.	Высокопластичные	свыше 25
2.	Среднепластичные	15 –25
3.	Умеренно-пластичные	7–15
4.	Малопластичные	3–7
5.	Непластичные	не дают пластичного теста

1.1.2. Определение формовочной влажности

Количество воды, необходимое для придания глиняной массе нормальной рабочей консистенции, называют формовочной влажностью.

Влажность нормальной рабочей глиняной массы (или нормального теста) определяют, как правило, на ощупь (органолептически). Это влажность, при которой она способна формоваться под действием руки человека и в то же время не прилипать к руке и к металлу.

Различают абсолютную формовочную влажность или *воду затворения* и относительную или *полное водосодержание*.

Для определения формовочной влажности глину, просеянную через сито с сеткой 1 мм, замачивают водой, тщательно проминают руками или пробивают через сырую мешковину деревянным молотком. Нормальная рабочая влажность считается достигнутой, если глиняное тесто хорошо формуется и при раскатывании не прилипает к столу.

Влажность определяют, как было описано ранее, высушиванием проб до постоянной массы при 105–110 °С. Но поскольку из нормального глиняного теста будут изготовлены образцы для определения воздушной усадки, влажность может быть определена взвешиванием этих образцов после формования и сушки, и в специальном отборе пробы для этой цели нет необходимости. Результаты определения записывают по форме 1.

1.1.3. Определение линейной воздушной и огневой усадки

Во время сушки и обжига свежеприготовленное глиняное тесто изменяет свой объем вследствие физических и физико-химических процессов, их сопровождающих. Это изменение размеров называется усадкой.

Усадку можно выражать как в долях изменения объема образца, так и в долях изменения его линейных размеров. В первом случае изменение называют объемной усадкой, а во втором – линейной усадкой.

В технологии керамики и огнеупоров принято определение линейной усадки. Тот и другой виды усадки подразделяются следующим образом:

- воздушная усадка – изменение линейных размеров свежесформованного образца, происходящее при сушке и выражающееся в процентах от начальной длины свежесформованного образца;
- огневая усадка – изменение линейных размеров воздушно-сухого образца в процессе обжига в процентах от длины высушенного образца;
- общая или полная усадка – линейное изменение размеров образца, происходящее в результате сушки и обжига, выраженное в процентах от длины свежесформованного образца.

Определение воздушной, огневой и полной усадок необходимо в керамической и в огнеупорной промышленности для расчета размеров мундштуков и прессформ с целью получения изделий с точно заданными размерами.

Усадку измеряют по изменению расстояния между метками, нанесенными штангенциркулем на поверхность свежесформованного образца после его сушки и обжига. Определение ведется следующим образом: из глины, просеянной через сито с сеткой 1 мм, готовят тесто нормальной рабочей влажности (не прилипающее к тыльной части руки). Оно прорабатывается вручную или пробивается деревянным молотком до устранения более сухих комков и пузырьков воздуха. Полезно выдержать тесто под влажной мешковиной в течение 12–24 ч. Это способствует более равномерному распределению в нем влаги. Затем из теста вручную или на прессе в форме с выталкивателем формируют образцы раз-

мером 60x30x10 (или 50x50x10) мм в количестве 10–15 шт. На них наносят порядковый номер образца, шифр сырья, из которого они приготовлены, номер группы и инициалы студента.

Сразу после формования по диагонали образцов острыми концами штангенциркуля, разведенного на 50 мм, ставят метки на глубине 2–3 мм. Затем образцы высушивают до воздушно-сухого состояния и тем же штангенциркулем измеряют расстояние между метками.

Высушенные образцы обжигают при одной или при нескольких температурах, задаваемых преподавателем. При каждой температуре обжигают не менее трех образцов. Расстояние между метками каждый раз измеряют аналогично тому, как это делалось после сушки. Измерение ведут с точностью до 0,1 мм.

Расчет усадки производится по следующим формулам:

$$Y_{\text{возд.}} = \frac{l_0 - l_1}{l_0} \times 100, \% \quad (4)$$

$$Y_{\text{огн.}} = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \times 100, \% \quad (5)$$

$$Y_{\text{полн.}} = \frac{l_0 - l_2}{l_0} \times 100, \% \quad (6)$$

где l_0 – расстояние между метками на свежеформованном образце;

l_1 – расстояние между метками на воздушно-сухом образце;

l_2 – расстояние между метками на обожженном образце.

На практике огневую усадку отдельно не рассчитывают, а определяют ее по разности между полной и воздушной усадкой.

За окончательную величину любого вида усадки принимают среднее арифметическое из величины усадки всех образцов, высушенных или обожженных на ту или иную температуру.

Результаты определения записывают в лабораторный журнал по следующей форме.

Форма 2. Определение усадки

№ обр.	Температура обжига, °С	Расстояние между метками, мм			Усадка, %		
		после			Воз- душная	Полная	Ог- невая
		формо- вания	сушки	обжига			

Обожженные при различных температурах образцы используют для определения спекаемости и других свойств глин.

1.1.4. Определение водопоглощения, открытой пористости к кажущейся плотности

Керамические и огнеупорные изделия после обжига имеют некоторую пористость. Поры в изделиях различны по характеру и по размерам. Объем пор может колебаться от долей процента до нескольких десятков процентов от общего объема. Пористость существенно влияет на свойства готовых изделий, поэтому часто она нормируется ГОСТами.

В данной работе необходимо определить степень спекания образцов, сформованных из глиняного теста нормальной рабочей влажности и обожженных при разных температурах, например, 1000 и 1200 °С.

Степень спекания оценивают величиной водопоглощения, пористости и кажущейся плотности.

Водопоглощение В, выраженное в процентах, – отношение массы воды, поглощенной образцом при полном насыщении, к массе сухого образца.

Большая часть пор в керамических изделиях сообщается между собой, выходит на поверхность и может быть заполнена водой; такие поры считаются открытыми. Небольшая часть пор изолирована, недоступна для заполнения водой; эти поры называют закрытыми. В связи с этим различают общую пористость, которую составляют закрытые и открытые поры, и открытую, которую составляют только открытые поры.

Открытая пористость (P_{откр.}), выраженная в процентах, – отношение объема открытых пор к общему объему образца, включая объем всех пор.

Общая (истинная) пористость ($\Pi_{\text{общ.}}$), выраженная в процентах, – отношение объема пор образца (открытых и закрытых) к общему объему образца, включая объем всех пор.

Кажущаяся плотность, выраженная в г/см³ (кг/м³), – отношение массы сухого образца к общему объему образца, включая объем всех его пор.

Для определения водопоглощения, пористости и кажущейся плотности применяют способ насыщения водой и гидростатического взвешивания испытуемых образцов в воде.

Если испытуемые образцы взаимодействуют с водой, для насыщения и для гидростатического взвешивания применяют керосин или другую органическую жидкость. Водопоглощение в этом случае не определяют.

Насыщение образцов водой производят способом кипячения или вакуумирования. Способ вакуумирования предпочтителен.

Объем открытых пор определяют по объему воды, заполняющей поры, а объем образца – по объему вытесненной им воды при гидростатическом взвешивании.

Проведение испытания

Испытуемые образцы после обжига при 1000 и 1200 °С взвешивают с точностью до 0,1 г и помещают в вакуум-камеру, из которой откачивают воздух до остаточного давления не более 20 мм рт. ст. Затем в сосуд, где производится вакуумирование, постепенно вливают столько воды, чтобы насыщаемые образцы были полностью ею покрыты. После прекращения подачи жидкости вакуум отключают и сосуд с образцами соединяют с атмосферой. Образцы извлекают из воды и при помощи весов с приспособлением для гидростатического взвешивания определяют гидростатическую массу образца (m_2).

Водопоглощение (B) и открытую пористость ($\Pi_{\text{откр.}}$) рассчитывают с точностью до 0.1% по формулам:

$$B = \frac{m_2 - m_0}{m_0} \times 100, \%; \quad (7)$$

$$\Pi_{\text{откр.}} = \frac{m_2 - m_0}{m_2 - m_1} \times 100, \%; \quad (8)$$

где m_0 – масса сухого образца при взвешивании на воздухе;

m_2 – масса насыщенного водой образца при взвешивании на воздухе;

m_1 – масса насыщенного водой образца при гидростатическом взвешивании.

Кажущаяся плотность ρ_k вычисляется с точностью до 0,01 г/см³ по формуле:

$$\rho_k = \frac{m_0 \times \rho_{ж}}{m_2 - m_1}, \text{ г/см}^3 \quad (9)$$

где $\rho_{ж}$ – плотность жидкости, применяемой для насыщения и гидростатического взвешивания, г/см³ (для воды $\rho_{ж}$ принимают 1 г/см³).

Результаты определения записывают по форме 3.

Форма 3. Результаты определения водопоглощения, открытой пористости и кажущейся плотности

№ обр.	Температура обжига, °С	Масса образца, г, после взвешивания			Масса воды, г		Водопоглощение, %	Открытая пористость, %	Кажущаяся плотность, г/см ³
		Сухого обр. на воздухе	Насыщ. водой на воздухе	Насыщ. водой в воде	Поглощ. порами	Вытесненная образцом			

1.1.5 Определение истинной плотности и общей пористости

Истинная плотность ρ , выраженная в г/см³ (кг/м³), – отношение массы материала к его истинному объему (исключая объем пор).

По ГОСТу 2211-65 истинную плотность определяют пикнометрическим методом.

Для определения истинной плотности образец обожженной глины измельчают в металлической ступке, подвергают магнитной очистке и обирают пробу около 20 г. Эту часть материала дополнительно измельчают в яшмовой или в фарфоровой ступке до прохождения без остатка через сито № 02. Из полученного порошка отбирают две пробы массой по 5 г. Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до 0,0002 г.

Два пикнометра объемом 20–25 см³ наполняют дистиллированной водой немного выше риски на шейке пикнометра и помещают на 30 мин. в термостат (сосуд с водой) для выравнивания температуры. Извлекая пикнометр из термоста-

та, его держат за самую верхнюю часть шейки во избежание нагрева теплом руки. Полосками фильтрованной бумаги отбирают излишек воды, устанавливая уровень ее в пикнометре точно на риске, и досуха протирают шейку пикнометра. Затем пикнометр вытирают снаружи мягкой сухой тканью и взвешивают на аналитических весах, определяя массу пикнометра с жидкостью (m_1).

После взвешивания выливают из пикнометра $\frac{3}{4}$ содержащейся в нем жидкости, снова досуха протирают шейку и при помощи маленькой воронки и кисточки осторожно переносят в пикнометр приготовленную навеску. Оставшаяся в пикнометре жидкость должна полностью покрывать навеску.

Для определения истинного объема навески из нее необходимо удалить воздух, адсорбированный поверхностью частиц. С этой целью пикнометры с навеской испытуемого материала помещают на 30 мин. в вакуум-камеру с остаточным давлением не более 20 мм рт.ст. (такой же обработке под вакуумом подвергают жидкость, необходимую для дополнительного заполнения пикнометров).

После отключения вакуума пикнометры извлекают из камеры и помещают на 30 мин. в термостат. Затем уровень жидкости в пикнометре устанавливают по риске, убирают излишки жидкости на шейке пикнометра и взвешивают его на аналитических весах, определяя массу пикнометра с водой и с навеской (m_2).

Истинный объем навески равен объему жидкости, вытесненной ею из пикнометра. Масса вытесненной жидкости определяется из соотношения:

$$m_0 = m + m_1 - m_2, \quad (10)$$

где m_0 – масса вытесненной жидкости;

m – масса навески;

m_1 – масса пикнометра с жидкостью;

m_2 – масса пикнометра с жидкостью и с навеской.

Тогда объем вытесненной жидкости и объем навески V равен

$$V = \frac{m + m_1 - m_2}{\rho_{\text{ж}}} \quad (11)$$

где $\rho_{ж}$ – плотность вытесненной жидкости, г/см³ (для воды при 20 °С равна 0,998 г/см³).

Истинную плотность вычисляют по формуле:

$$\rho = \left| \frac{m \cdot \rho_{ж}}{m + m_2 - m_1} \right| \quad (12)$$

Среднее значение истинной плотности рассчитывают из двух параллельных определений, разница между результатами которых не должна превышать 0,005 г/см³.

Общую (истинную) пористость ($P_{общ.}$) рассчитывают по величинам истинной (ρ) и кажущейся ($\rho_{к}$) плотностей в соответствии с отношением:

$$P_{общ.} = \frac{\rho - \rho_{к}}{\rho} \cdot 100\% . \quad (13)$$

Закрытую пористость $P_{закр.}$ определяют по разности общей и открытой пористости:

$$P_{закр.} = P_{общ.} - P_{откр.} \quad (14)$$

В соответствии с ГОСТом 9169-75 глинистое сырье классифицируют по спекаемости следующим образом:

по степени спекания (табл. 2);

по температуре спекания (табл. 3).

Таблица 2

Степень спекания глин

Группа глинистого сырья	Водопоглощение, %
1. Сильноспекающееся	не более 2
2. Среднеспекающееся	не более 5
3. Неспекающееся	более 5

Таблица 3

Температура спекания глин

Группа глинистого сырья	Температура спекания, °С
1. Низкотемпературного спекания	до 1100
2. Среднетемпературного спекания	1100–1300
3. Высокотемпературного спекания	выше 1300

По температуре спекания классифицируются только спекающееся глинистое сырье.

По ГОСТу 9169-75 спекающимися при каждой данной температуре являются такие глины, которые могут дать при обжиге черепок с водопоглощением не более 5 %.

На основании полученных результатов необходимо сделать вывод о пластических свойствах и отношении к спеканию испытуемого образца глины.

1.2. Определение огнеупорности

Огнеупорностью называют способность материала противостоять, не расплавляясь, воздействию высоких температур. В зависимости от огнеупорности все керамические материалы делят на группы:

- легкоплавкие с огнеупорностью не выше 1350 °С;
- тугоплавкие с огнеупорностью в пределах 1350–1580 °С;
- огнеупорные с огнеупорностью в пределах 1580–1770 °С;
- высокоогнеупорные с огнеупорностью в пределах 1770–2000 °С;
- высшей огнеупорности с огнеупорностью выше 2000 °С.

Для легкоплавких и тугоплавких материалов огнеупорность не нормируют и обычно не определяют.

Метод определения огнеупорности в пределах 1580–2000 °С нормирован ГОСТ и заключается в сравнении температур падения пироскопов, изготовленных из испытуемого материала, и стандартных пироскопов в условиях нагревания, предусмотренных стандартом.

Стандартный пироскоп имеет форму усеченной трехгранной пирамиды высотой 30 мм со стороной нижнего основания –8 мм, верхнего –2 мм. Стандартные пироскопы (сокращенно ПК – пироскоп керамический) изготовлены из смеси каолина, кварца, глинозема и полевого шпата и предназначены для измерения огнеупорности в пределах 1580–2000 °С. Каждый пироскоп имеет номер, равный температуре его падения, деленной на 10, т.е. ПК-158 падает при 1580, а ПК-163 – при 1630 °С и т.д. Интервал между температурами падения соседних пироскопов 20–40 °С.

Огнеупорность стандартного пироскопа, а также пироскопа (конуса) из испытуемого материала обозначают температурой «падения» образца, при ко-

торой он, деформируясь под действием собственной массы, коснется вершиной основания подставки (рис. 2).

Вязкость материала, соответствующая этому моменту, колеблется в пределах 10^2 - 10^3 Па с.

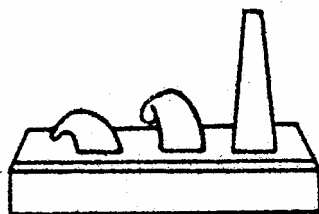


Рис. 2. Различные стадии падения пироскопов

Огнеупорность в отличие от температуры плавления является не физической, а технической константой материала, которая сохраняет свое значение при соблюдении ряда условий в процессе ее определения. Лишь для особо чистых однофазных материалов огнеупорность соответствует температуре их плавления.

Керамическое сырье обычно является полиминеральным, а готовые изделия помимо основных кристаллических фаз часто содержат стекловидную фазу.

Расплавление таких материалов рассматривают как постепенное размягчение стекловидной фазы, образование вязкой жидкости при плавлении легкоплавких составляющих или взаимодействие компонентов с образованием легкоплавких эвтектик.

Скорость взаимодействия различных минералов, образующих легкоплавкие эвтектики, а также взаимодействие образующегося расплава с кристаллическими фазами находятся в прямой зависимости от поверхности взаимодействия, т.е. от степени их дисперсности. В связи с этим ГОСТ предусматривает определенную степень измельчения испытуемого материала.

Кроме того, процессы размягчения и деформации огнеупорного материала в результате увеличения количества и снижения вязкости образующегося расплава происходят во времени. Поэтому стандарт предусматривает строго определенную скорость повышения температуры при установлении огнеупорности. Если скорость повышения температуры будет больше предусмотренной

стандартом, то огнеупорность возрастает, при замедлении подъема температуры она понизится.

Наконец, присутствие в керамических материалах оксидов железа, способных при высокой температуре переходить в закисные легкоплавкие соединения (например, фаялит FeOSiO_2), обуславливает разжижение жидкой фазы. Газовая среда, способствующая восстановлению оксидов железа, может снижать температуру размягчения материала. Поэтому по стандарту в криптоловой печи для определения огнеупорности необходимо поддерживать газовую среду, отличную от восстановительной.

Аппаратура для испытания

Криптоловая печь. Для определения огнеупорности используют электрическую криптоловую печь с вертикальной жаровой трубой диаметром 60–70 мм (рис. 3).

Криптоловая печь состоит из жаровой камеры, представляющей собой сборную цилиндрическую трубу, расширенную в торцовых частях. Расширенные части (1) и (2) предназначены для помещения электродов (3) и (4) из толстого листового железа. Средняя суженная часть (5) носит название криптольника, или наружного жарового цилиндра. В центре жаровой камеры установлена жаровая труба (6). Пространство вокруг жаровой трубы заполнено угольной крупкой, полученной от дробления лома угольных электродов или сильно прокаленного кокса. Такой материал называют криптолом. Одним из основных качественных показателей криптола является его малая зольность, не превышающая 1 %. Снаружи жаровая камера окружена изоляционной засыпкой и шамотными кольцами (7), установленными в металлический кожух (8). Нижний конец жаровой трубы проходит через отверстие дна печи и опирается на плиту фундамента. Верхний ее конец проходит через отверстие в крышке печи (9).

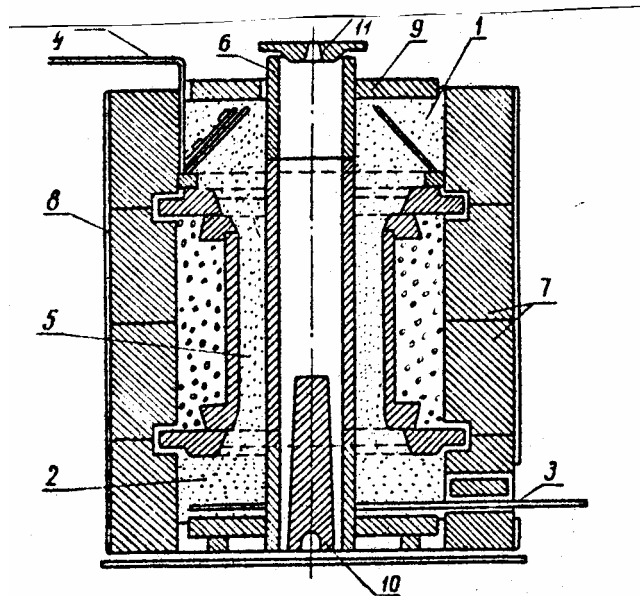


Рис.3 Трубчатая вертикальная печь с криптоловым сопротивлением

Испытуемые образцы помещают в печь на подставку 10. Печь для определения огнеупорности имеет механизм для введения и для извлечения подставки из зоны наивысшей температуры, и вращения подставки со скоростью около 3 об/мин.

Верхнее отверстие, через которое наблюдают за находящимися в печи образцами, закрывают шамотной крышкой (11).

Разогрев холодной криптоловой печи происходит за счет сопротивления зерен криптола, а затем преобладающее значение приобретают многочисленные электрические дуги, возникающие в местах неплотного контакта между отдельными зернами криптола. Для равномерного обогрева пространства печи кольцевой слой криптола, окружающий рабочее пространство, должен иметь по возможности одинаковое сопротивление как по всей оси окружности, так и вдоль направления движения тока. Равномерная набивка криптола в печи обеспечивает равномерность в зоне наивысшей температуры на высоту не менее 100 мм.

В связи с высокой огнеупорностью криптола максимально достижимая температура в криптоловой печи ограничивается огнеупорными свойствами материалов футеровки и сосуда, вмещающего криптол. Температура рабочего пространства обычно не превышает 2000 °С.

Оптический пирометр «Проминь». Нагрев печи контролируют при помощи визуального оптического пирометра «Проминь», который предназначен для измерения температуры раскаленной поверхности в диапазоне 800–1400, 1200–2000 и 1800–5000 °С.

Допустимая погрешность измерения для указанных диапазонов составляет $\pm 14, 20$ и 150 °С соответственно.

Принцип действия прибора основан на уравнивании яркостей изображения объекта с яркостью эталонного источника – специальной пирометрической лампочки, температура нити которой однозначно определяет ее сопротивление. Одинаковая яркость (фотометрическое равновесие) воспринимается как исчезновение нити на фоне изображения.

В качестве электрической схемы в приборе применена схема уравновешенного моста постоянного тока (рис. 4).

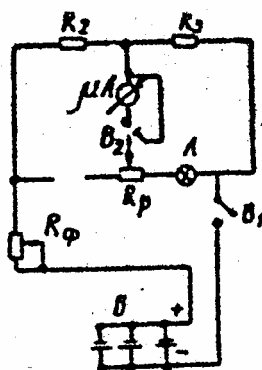


Рис. 4. Принципиальная электрическая схема пирометра:

R_1, R_2, R_3 – сопротивление моста; μA – нуль-индикатор; R_p – измерительный реохорд; R_ϕ – реостат фотометрирования; B_1 – тумблер включения прибора; B_2 – тумблер включения нуль-индикатора; L – пирометрическая лампа; B – батарея аккумулятора

Измерение яркостной температуры состоит из двух этапов:

- достижение равенства яркостей вращением фотометрического реостата (R_ϕ);
- уравнивание схемы вращением измерительного реохорда (R_p).

Конструктивно пирометр выполнен в виде малогабаритного переносного прибора (рис. 5).

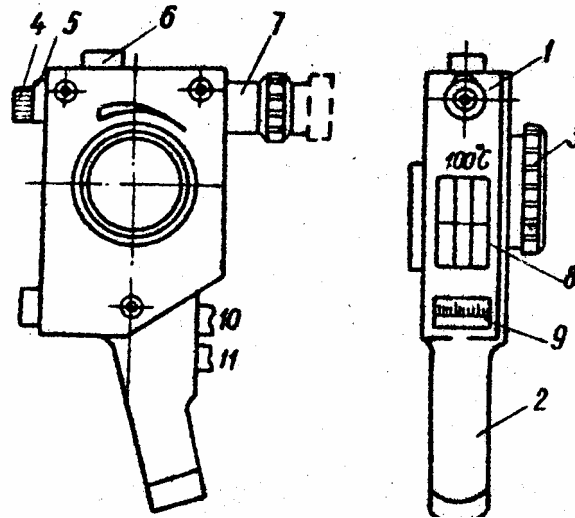


Рис.5. Визуальный пирометр «Проминь»

В верхней части камеры (1) находятся переключатель диапазонов (6), окуляр (4) со светофильтром (5) и объектив (7), в нижней части – нуль-индикатор (9). Внутри рукоятки (2) размещены кнопки включения прибора (11) и нуль-индикатора (10), а также аккумуляторная батарея.

Во время работы пирометр удерживается в левой руке. Средний палец на кнопке включения (11).

Нажатием кнопки (11) включается ток в цепи пирометрической лампочки. Поворотом ручки (3) увеличивается яркость нити, пока она не станет видимой через красный светофильтр (5) окуляра (4). Перемещением окуляра (4) добиваются равной видимости нити в поле зрения.

Наводку объектива на резкость производят плавным перемещением объектива (7) вокруг его продольной оси.

Перед наводкой пирометра на объект следует установить предел измерения поворотом ручки переключателя диапазонов (6).

Уравнение яркостей (фотометрирование) производят поворотом ручки (3) при нажатой кнопке (11) и отпущенной (10). Если температура выше 1000 °С, фотометрирование производится при введенном красном светофильтре (5).

После уравнения яркостей нажимают кнопку (10), при этом стрелка нуль-индикатора (9) обычно отклоняется от нулевого положения. Поворотом ручки (3) устанавливают стрелку на нулевую отметку.

Отсчет температуры производится по шкале (8), соответствующей положению ручки переключателя диапазонов.

Примечание. Прибор устроен так, что при вращении ручки (3) по часовой стрелке до упора шкала не поворачивается до конечной отметки 1400 °С. Для достижения этой отметки нужно нажать кнопку (10) и вращать ручку (3) против часовой стрелки. Для возвращения шкалы в начальное положение (800 °С) отпускают кнопку (10) и вращают ручку (3) против часовой стрелки.

Подготовка образцов к испытанию

Образцы для испытания на огнеупорность готовят в виде усеченных пирамидок таких же размеров, как стандартные пироскопы.

Среднюю пробу материала, предназначенного для определения огнеупорности, измельчают до прохождения без остатка через сито № 02.

При использовании для измельчения стальной ступки материал следует отмагнитить.

От измельченной пробы отбирают квартованием 10–15 г материала и смешивают с водой или органическим пластификатором. Из увлажненной массы формируют образцы стандартных размеров и подсушивают их при 105–110 °С.

Стандартные и испытываемые пироскопы устанавливают на круглую огнеупорную подставку диаметром 50 мм и высотой 10 мм. Подставку готовят из огнеупорной смеси состава: 70 % корунда и 30 % огнеупорной глины.

По краю подставки имеется канавка или специальные углубления, в которые на глубину 3 мм устанавливают стандартные и испытываемые пироскопы. Для укрепления конусов используют подмазку, состав которой аналогичен составу подставки.

Испытываемые и стандартные пироскопы в количестве не более 6 штук устанавливают на подставке так, чтобы грань с указанным на ней номером была обращена внутрь печи, а противоположное ей ребро – к наружной стенке печи. Это ребро должно быть наклонено к вертикали по направлению к краю подставки на 8 ± 10 . Угол наклона проверяют специальным шаблоном. Перед

испытанием подставку с установленными на ней пироскопами необходимо высушить при 110–135 °С.

Рекомендуется следующий порядок установки пироскопов (рис. 6):

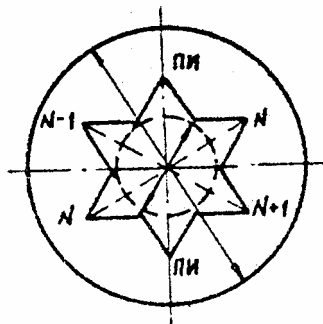


Рис. 6. Подставка для пироскопов

К двум одноименным испытуемым пироскопам ПИ устанавливают четыре стандартных, обозначенных буквами N, N–1 и N+1. N – номер пироскопа, соответствующий предполагаемой температуре падения испытуемого образца, N–1 и N+1 – пироскопы номером выше и ниже.

Для определения предполагаемой температуры падения испытуемого пироскопа рекомендуется предварительно установить эту температуру по оптическому пирометру.

При проведении работы студенты получают подставку с установленными на ней пироскопами. Задача сводится к определению огнеупорности испытуемого образца.

Если испытуемые образцы реагируют с корундом, часть подставки, на которую их устанавливают, готовят из другого огнеупорного материала.

Подставку с пироскопами медленно вводят в зону испытания криптоловой печи. Температура в зоне испытания в этот момент должна быть не выше 1000 °С. Скорость подъема температуры в печи до 1000°С не регламентируется. В интервале 1000–1500 °С она должна быть 10–15 °С/мин., а при температуре выше 1500 °С – 3–5 °С/мин.

Интервал между падением двух пироскопов соседних номеров должен составлять около 5 мин.

Наблюдение за образцами и измерение температуры осуществляется через отверстие сверху жаровой трубы. Результаты наблюдения записывают не реже, чем через 10 мин., а после начала размягчения пироскопов – не реже, чем через 5 мин.

Когда вершины испытуемых пироскопов коснутся подставки, печь следует немедленно выключить. Затем подставку с пироскопами постепенно опускают и извлекают из печи.

Огнеупорность испытуемых пироскопов обозначают номером того стандартного пироскопа, с которым они одновременно упали.

При падении испытуемых пироскопов в промежутке между двумя стандартными пироскопами огнеупорность определяют номерами последних, например ПК 163–ПК 165.

Испытание считается недействительным, если разница в падении двух испытуемых пироскопов из одного и того же материала равна или больше, чем 1 ПК.

Результаты определения огнеупорности записывает в таблицу по форме 4.

Форма 4. Определение огнеупорности

Время	Температура, °С	Скорость, °С/мин	Режим печи		Последовательность падения пироскопов
			напряжение, В	сила тока, А	

Результат испытания:

Образец № _____ ПК (°С)

1.3. Разжижение глин при помощи электролитов

Разжижаемость – это свойство глин и каолинов образовывать при добавлении воды подвижные устойчивые суспензии. Количество воды, необходимой для разжижения, определяется минералогическим составом глин и регулируется добавлением электролитов.

Разжижение шликеров при обогащении каолинов позволяет интенсифицировать процесс, снизить расход воды, более полно выделить механические примеси из первичного каолина. При формовании керамических

изделий литьем глинистых шликеров в гипсовые формы разжижение ускоряет процесс формования, увеличивает оборачиваемость гипсовых форм, устраняет расслоение массы.

Изучение способности глинистых суспензий к разжижению имеет принципиальное и практическое значение во всех областях, где используют глины.

Электролиты вводят в керамические суспензии в небольших количествах 0,02–0,50 %. Их назначение – при минимальном содержании воды повысить текучесть шликера (текучесть – величина, обратная вязкости). В качестве электролитов используют вещества, легко диссоциирующие в воде: Na_2CO_3 , Na_2SiO_3 , $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, NaOH , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ и др.

Взаимодействие электролитов с компонентами системы глина–вода сопровождается сложными физико-химическими и адсорбционными процессами.

Глинистые минералы обладают свойствами сорбировать некоторые катионы и анионы и превращать их в обменные, т.е. в ионы, способные обмениваться на другие катионы или анионы при взаимодействии в водном растворе. Обменные реакции являются стехиометрическими.

Количество ионов, сорбированных глинистым минералом, называется сорбционным комплексом, или емкостью поглощения (обмена) глин, и выражается в миллиэквивалентах на 100 г сухого вещества. Емкость катионного поглощения зависит от многих факторов (структуры минерала, дисперсности частиц, вида катиона) и может значительно различаться даже в пределах одной минеральной группы. Адсорбция катионов глинистыми минералами обусловлена наличием нескомпенсированных зарядов, возникающих в результате нарушения связей на поверхности частиц при диспергировании, а также изоморфного замещения алюминия и кремния ионами более низкой валентности. В глинистых минералах обычными обменными катионами являются: Ca^{2+} , Mg^{2+} , H^+ , K^+ , NH_4^+ , Na^+ .

При взаимодействии с водой некоторая часть обменных катионов удаляется с поверхности глинистой частицы в результате диссоциации. Так как

поверхность частицы имеет избыточный отрицательный заряд, дипольные молекулы воды, ориентируясь положительным концом в направлении этого заряда, образуют на поверхности мономолекулярную оболочку из прочносвязанной воды. Помимо этой оболочки силовое поле частицы удерживает на ее поверхности еще некоторое количество воды, но уже с меньшей силой. Эти молекулы воды имеют некоторую (увеличивающуюся от поверхности к периферийным слоям частицы) свободу перемещения. Они образуют диффузный слой, в котором вода является рыхлосвязанной. За диффузной оболочкой располагается слой разжижающей (свободной) воды.

В результате электрохимического взаимодействия воды с поверхностью глинистой частицы образуется двойной электрический слой (рис. 7).

Отрицательные заряды внутренней обкладки (неподвижно закрепленные в твердом теле ионы) полностью не компенсируются положительными ионами, расположенными в непосредственно прилегающей к ней части внешней обкладки. Полная компенсация происходит за счет ионов в подвижном диффузном слое внешней обкладки.

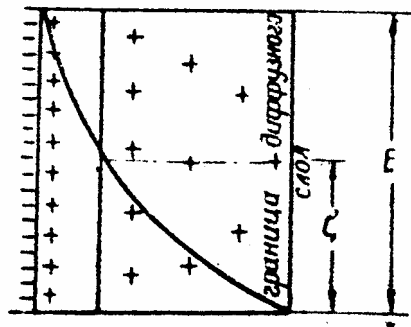


Рис. 7. Схема двойного электрического слоя и график падения потенциала

При таком строении двойного электрического слоя, когда часть противоионов расположена в диффузном слое, имеются два потенциала на границе фаз. Один из них – полный или термодинамический E – представляет собой падение потенциала во всем двойном слое; другой – электрокинетический или ζ – потенциал определяет падение потенциала в диффузной части двойного слоя.

Разжижаемость глинистых суспензий сопровождается снижением вязкости. Зависимость вязкости дисперсной системы от объема дисперсной фазы описывается уравнением Эйнштейна:

$$\eta = \eta_0(1 + 2,5\varphi), \quad (15)$$

где η – вязкость дисперсной системы;

η_0 – вязкость дисперсной среды;

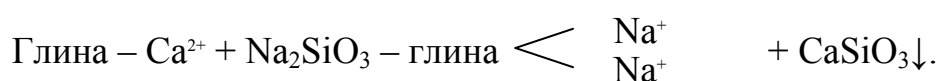
φ – объем дисперсной фазы в единице объема суспензии.

Так как связанная вода перемещается вместе с частицей, она включена в ее объем и увеличивает эффективный объем твердой фазы в суспензии. При уменьшении количества связанной воды уменьшается величина φ , а вместе с ней и вязкость. Следовательно, суть разжижения глин электролитами состоит в том, чтобы перевести определенное количество рыхлосвязанной воды из диффузного слоя в слой разжижающей воды.

Вода в глинистой суспензии связана только благодаря гидратации сорбированных глиной катионов. В отношении гидратации одинаковые катионы, находящиеся в диффузном слое на разном расстоянии от поверхности частицы, неравноценны. Чем сильнее частица притягивает катион, чем ближе он к поверхности частицы, тем полнее нейтрализуется его заряд и тем слабее он гидратируется. Поскольку сила притяжения катиона отрицательно заряженной поверхностью частицы пропорциональна его заряду, катион Ca^{+2} притягивается к поверхности сильнее и степень его гидратации меньше, чем катиона натрия.

Поведение связанной воды в процессе разжижения глин электролитами и влияние изменения ее количества на процесс разжижения можно представить следующим образом.

При введении в шликер электролита происходит реакция катионного обмена, например:



Подобным же путем образуются нерастворимые оксалаты, пирофосфаты кальция и др. Поскольку Na^+ гидратирован в диффузном слое сильнее, чем Ca^{2+} , при малых концентрациях электролита глинистые частицы

диспергируются, но разжижения не происходит. С увеличением концентрации ионный обмен происходит в слоях, расположенных близко к поверхности частицы. Такой обмен затруднен, так как энергия поглощения Ca^{2+} глинистой частицей значительно выше, чем Na^+ . Происходит накопление избытка электролита в растворе. Это влечет за собой по закону действующих масс уменьшение диссоциации поглощенного натрия, который из диффузного слоя перемещается близко к поверхности частицы, вследствие чего часть гидратной воды катионов переходит в свободную, количество связанной воды уменьшается и происходит разжижение.

Количество электролита, необходимое для разжижения глинистого шликера, обычно не превышает емкости катионного поглощения и определяется экспериментально. На рис. 8 приведена кривая изменения вязкости просяновского каолина под действием электролита.

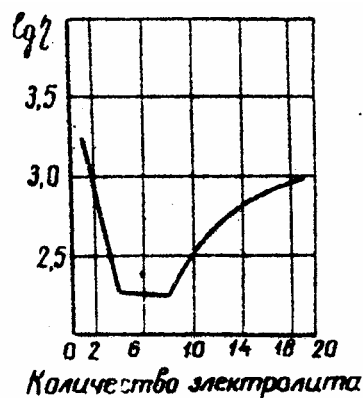


Рис. 8. Разжижение просяновского каолина под действием электролита

Электролит оказывает разжижающее действие на глинистое вещество при определенной концентрации. Оптимальная его концентрация соответствует максимальному изменению вязкости.

Повышение концентрации электролита сверх оптимальной сопровождается дальнейшим сокращением толщины диффузного слоя. При этом значительное число катионов, находящихся в непосредственной близости от поверхности частицы, почти полностью нейтрализует ее отрицательный заряд. Такие частицы со слабо развитыми гидратными оболочками при столкновении слипаются и образуют агрегаты, которые геометрически захватывают воду; вязкость суспензии возрастает, происходит загустевание.

Экспериментальная часть

Для изучения разжижения глинистых шликеров используют сухие молотые глины с размером частиц $< 0,5$ мм и растворы электролитов (Na_2CO_3 , Na_2SiO_3 , NaOH) с исходной концентрацией 2 %.

Для приготовления шликера применяется пропеллерная мешалка, а для определения вязкости (текучести) глиняных шликеров – специальный вискозиметр. Он представляет собой цилиндрический сосуд емкостью 600 мл с калиброванным отверстием в дне, через которое вытекает шликер. Вискозиметр имеет устройство, позволяющее быстро открывать и закрывать это отверстие.

Вязкость характеризуется временем истечения (в секундах) определенного объема шликера (в условиях практикума 130 мл).

Порядок выполнения работы

Готовят шликер из глины и дистиллированной воды. Для этого в фарфоровый стакан заливают 300 мл воды и при помешивании стеклянной палочкой всыпают отвешенное количество глины. Относительная влажность шликера должна составить 60–70 %.

Перемешивают шликер при помощи пропеллерной мешалки в течение 15 мин. Для лучшего перемешивания пропеллер мешалки нужно располагать возможно ближе ко дну стакана.

Выливают шликер из стакана в вискозиметр и по секундомеру определяют время истечения его в мерную колбу емкостью 130 мл. Для получения надежных результатов опыт повторяют трижды и берут среднее время. Консистенция шликера должна быть такой, чтобы время истечения составляло 20–30 с. Если шликер слишком густой или жидкий, готовят новый, соответственно меняя количество глины при том же количестве воды.

Необходимы следующие условия получения сопоставимых результатов:

– постоянная температура шликера при определении, так как она сильно влияет на вязкость; рекомендуется проводить определение при температуре 20 °С. Для приведения температуры шликера к заданной вискозиметр имеет

водяную рубашку: пропуская через нее горячую или холодную воду и одновременно перемешивая шликер, приводят его температуру к заданной;

– постоянная высота столба шликера (или постоянный его объем) в вискозиметре, так как давление столба шликера влияет на скорость его истечения;

– ввиду того, что шликер при спокойном стоянии загустевает (тиксотропное упрочнение), определение текучести необходимо проводить сразу же после окончания перемешивания.

Когда нужная консистенция шликера найдена, определяют влияние электролита на разжижение. В условиях практикума характер электролита задан и ставится задача найти его оптимальную концентрацию. В этом случае вместо воды берут определенное количество раствора электролита с концентрацией от 0,01 до 1,0 %. При добавлении к глинистому шликеру электролита текучесть (вязкость) определяют по методике, описанной выше. Опыты проводятся при 4–5 различных концентрациях электролита.

Результаты опыта оформляют в виде графика зависимости вязкости шликера от концентрации электролита и отмечают оптимальную концентрацию электролита для приготовления шликера с минимальной вязкостью.

1.4. Определение гранулометрического состава глинистого сырья

подавляющее число реальных материалов полидисперсно. Характеристику, выражающую зависимость частиц от их размера, называют гранулометрическим или зерновым составом материала.

Степень дисперсности глин и гранулометрический состав подготовленных для производства сырьевых материалов имеют в технологии керамики и огнеупоров существенное значение.

В настоящее время известно много разнообразных методов дисперсионного анализа. Наиболее важными с практической точки зрения, широко распространенными методами в керамической технологии являются: ситовой, седиментационный и, как вспомогательный, микроскопический.

Ситовой анализ проводят мокрым и сухим способами. Принцип его состоит в применении набора сит с различным диаметром отверстий. Ситовой анализ служит для определения зернового состава грубодисперсных порошков, а также для отделения и для особого исследования грубодисперсной части полидисперсных систем, например, при подготовке глины к седиментационному анализу.

Седиментационный анализ

Физической основой седиментационного анализа является закон Стокса, согласно которому частицы, оседающие в вязкой среде, через короткое время после начала оседания приобретают постоянную скорость, что свидетельствует об уравнивании действующих на них сил.

Силой F , вызывающей оседание частицы, является ее масса. Для шарообразной частицы:

$$F = 4/3\pi r^3(\rho - \rho_{\text{ж}})g, \quad (16)$$

где r – радиус частицы;

$\rho, \rho_{\text{ж}}$ – соответственно плотности материала частицы и жидкости;

g – ускорение силы тяжести.

При медленном и равномерном оседании частицы сопротивление среды ее движению по Стоксу ($W_{\text{ст.}}$) составляет:

$$W_{\text{ст.}} = 6\pi r \eta V, \quad (17)$$

где η – вязкость среды;

V – скорость равномерного движения.

Приравнявая выражения (16) к (17), находят значение r :

$$r = \sqrt{\frac{9V}{2(\rho - \rho_{\text{ж}})g}} \quad (18)$$

Поскольку для данной дисперсионной среды величины η, ρ и $\rho_{\text{ж}}$ постоянны,

$$\sqrt{\frac{9\eta}{2(\rho - \rho_{\text{ж}})g}} = \text{const} = K \quad \text{и} \quad r = K\sqrt{V},$$

средняя скорость падения частицы равна

$$V = \frac{H}{\tau} \quad (19)$$

где H – высота падения частицы;

τ – время падения частицы.

Следовательно:

$$r = K \sqrt{\frac{H}{t}} \quad (20)$$

Уравнение Стокса справедливо лишь для шарообразных частиц, поэтому при определении с его помощью размеров частиц нешарообразной формы получают не истинные размеры, а «гидравлически эквивалентные радиусы» шарообразных частиц, оседающих с такой же скоростью.

Существенно влияет на точность определения размер частиц. Если дисперсной средой является вода или другая жидкость подобной же вязкости, уравнение Стокса дает удовлетворительные результаты для порошков с радиусом частиц от 1 до 50 мкм. Быстрое падение частиц с радиусом > 50 мкм вызывает завихрение внутри жидкости, вследствие чего нарушается ее спокойное состояние. Частицы радиусом < 1 мкм падают с замедленной скоростью вследствие образования на поверхности сольватного слоя, увеличивающего их эффективный размер.

Седиментационный анализ может быть проведен только в том случае, если система находится в агрегативно-устойчивом состоянии, т.е. когда в процессе оседания не происходит изменения величины частиц и каждая частица падает независимо от другой.

Определить дисперсность материала путем седиментации можно при разделении суспензии на фракции отмучиванием (метод Сабанина, Аттерберга), по изменению избыточного гидростатического давления столба суспензии через определенный промежуток времени (метод Витнера и др.), по изменению концентрации суспензии на данной глубине через известный промежуток времени или через данное время на разной глубине (пипеточный метод).

Стандартный седиментационный метод определения гранулометрического состава глин и каолинов (пипеточный метод)

Принцип пипеточного анализа состоит в первоначальной подготовке суспензии с равномерным по всему объему распределением установленного количества вещества и в последующем отборе с заданной глубины и после известной продолжительности оседания определенной объемной доли суспензии; после этого находят содержание твердой фазы в отобранной пробе.

При тщательном перемешивании жидкости и исследуемого материала концентрация суспензии во всем объеме одинакова. После прекращения движения суспензии в сосуде частицы материала начнут падать со скоростью, пропорциональной квадрату их диаметра.

Если пробу отбирают на глубине H (в слое ΔH), то через время τ на этой глубине отсутствуют частицы диаметром $> d\tau$, скорость оседания которых $> H/\tau$, поскольку все частицы такого размера, бывшие в начальный момент оседания даже в самом верхнем слое, успевают за время τ пройти расстояние H . В то же время концентрация частиц диаметром $< d\tau$ в слое ΔH не изменится (рис. 9), так как они оседают со скоростью $< H/\tau$. Поскольку эта скорость постоянна, баланс частиц размером $< d\tau$, поступающих на уровень H и уходящих с этого уровня в рассматриваемый период времени, равен нулю. Таким образом, в пробе, отобранной через время τ , находятся частицы, размер которых $\leq d\tau$, а уменьшение содержания твердой фазы по сравнению с первоначальной определяется долей крупных частиц ($> d\tau$).

Зная начальную концентрацию суспензии и определяя ее концентрацию путем отбора проб в слое ΔH на глубине H после отстаивания в течение разного времени, получают распределение частиц по фракциям.

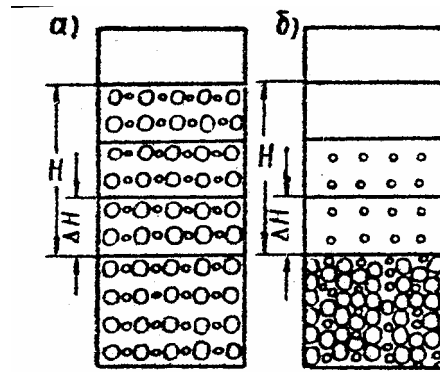


Рис. 9. Схема оседания частиц: а – начальный момент; б – через время τ

Прибор для пипеточного анализа (рис. 10) состоит из укрепленной на треножке штанги (1) с вращающимся вокруг нее столиком (2).

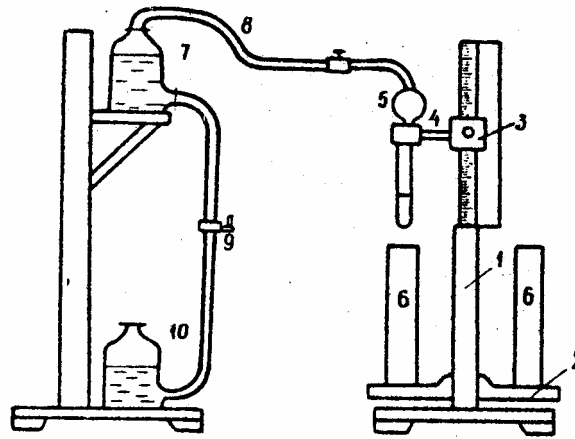


Рис. 10. Схема прибора для пипеточного анализа

Верхняя часть штанги градуируется на миллиметры. На штанге посредством винта (3) укреплен подвижная муфта (4), служащая для установки на определенной высоте пипетки (5).

Вокруг штанги на столике (2) размещено от четырех до шести цилиндров 6 емкостью 1 л каждый. Для перемешивания суспензии в цилиндрах пользуются стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Отбор пробы производится пипеткой (5). Верхняя часть ее изогнута и снабжена притертым краном. Отверстия для всасывания суспензии расположены близ нижнего запаянного конца пипетки на стенках трубки. Для набора суспензии в пипетку применяют водоструйный насос как аспиратор (7). С пипеткой аспиратор соединяется каучуковой трубкой (8) со вставленным в середину ее трехходовым краном. Вода из аспиратора поступает через трубку с зажимом в приемный сосуд (10).

Подготовка глины к анализу

Подготовка глины к анализу имеет целью разрушить агрегаты глинистых частиц, диспергировать глину по возможности до слагающих ее первичных частичек, придать устойчивость глинистой суспензии. Сущность ее заключается в возможно более полной замене природного сорбированного комплекса глины, состоящего из ионов Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} ионами Na^+ . Известно, что ионы Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} способствуют коагуляции глинистой суспензии. Ионы Na^+ легко диссоциируют с поверхности глинистой частицы, при этом увеличиваются ее отрицательный заряд и степень гидратации. В результате происходит диспергирование агрегатов и повышается устойчивость глинистой суспензии.

Среднюю пробу воздушно-сухой глины разминают в фарфоровой ступке и просеивают через сито 0,25 мм (пробу через сито пропускают полностью). Затем глину высушивают при 105–110 °С до постоянной массы и на аналитических весах отбирают пробу для анализа массой 10 г. Эту навеску помещают в коническую колбу, приливают 150 мл дистиллированной воды и 11 мл 4 %-ного раствора пиррофосфата натрия ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) в качестве диспергатора. Суспензию взбалтывают и кипятят с обратным холодильником в течение одного часа, после чего охлаждают и переносят на сито с сеткой № 0063. Сито помещают в стеклянную воронку, а последнюю – в стеклянный цилиндр емкостью 1000 мл. На сите глину промывают струёй воды из промывалки, слегка растирая палочкой с резиновым наконечником до тех пор, пока вода, проходящая через сито, не станет прозрачной. Остаток на сите смывают водой в чистую, предварительно высушенную до постоянной массы фарфоровую чашку, сушат при 105–110 °С до постоянной массы и взвешивают, определяя таким образом массу частиц 0,25–0,06 мм.

Цилиндр с суспензией доливают дистиллированной водой до 1000 мл и дают некоторое время постоять для выравнивания температуры.

Ход анализа

Цилиндр с суспензией устанавливает на столик (2) (рис. 10) строго вертикально по отвесу.

Проверяют нулевое положение пипетки (5) для каждого из цилиндров, для чего, поворачивая столик (2), подводят цилиндр под пипетку. Опускают пипетку в цилиндр так, чтобы всасывающие отверстия находились точно на уровне суспензии, и отсчитывают положение пипетки по градуировочной шкале штанги (1).

Суспензию в цилиндрах взбалтывают длинной стеклянной палочкой с резиновым наконечником в течение 1 мин. В момент прекращения движения суспензии в цилиндре пускают секундомер и оставляют суспензию для отстаивания на время в соответствии с табл. 4.

Отбор проб производят следующим образом: пипетку (5) очень осторожно, чтобы не замутиль суспензию, опускают в цилиндр (6) до соответствующей заранее нанесенной метки. В момент, когда надо брать пробу, открывают у сливной трубки (9) аспиратора (7) зажим, а у трубки (8), соединяющей пипетку с аспиратором, трехходовый кран. Набрав в пипетку суспензию (25 мл) и закрыв зажим на трубке (9) и трехходовой кран на трубке (8), вынимают пипетку из цилиндра и обтирают снаружи полотенцем. Открыв трехходовой кран на трубке (8) (соединявший пипетку с воздухом), выливают пробу во взвешенную сухую фарфоровую чашку.

Чтобы глинистые частицы не оставались на стенках пипетки, ее промывают дистиллированной водой, а промывную воду сливают в чашку к пробе. Суспензию в фарфоровой чашке выпаривают на песчаной бане, а остаток высушивают до постоянной массы при 105–110 °С и взвешивают. Таблица 4

Таблица 5

Зависимость интервала времени для отбора проб от размеров частиц и от температуры суспензии ^{х)}

Диаметр частиц, мм	Глубина отбора проб, см	Интервал времени при температурах, °С	
		17,5	20,0
0,01	10	19 мин 18 с	18 мин 39 с
0,005	10	1 ч 19 мин	1 ч 14 мин 34 с
0,002	5	4 ч 15 мин	4 ч 05 мин
0,001	10	33 ч	32 ч 18 мин

^{х)} Плотность частиц принята равной 2,65 г/см³ (2,65·10³ кг/м³)

Расчет результатов анализа

Содержание частиц, меньших или равных стоксову эквивалентному размеру для каждого интервала времени, определяется по формуле:

$$Q = \frac{m_{\text{пр.}}}{m_c} \cdot \frac{V_c}{V_{\text{пр.}}} \cdot 100, \% \quad (21)$$

где m_c и $m_{\text{пр.}}$ – масса сухого вещества соответственно первоначальная в объеме всей суспензии и в отобранной пробе, г;

$V_{\text{пр.}}$ – объем пробы в пипетке (25 см³);

V_c – первоначальный объем суспензии (1000 см³).

Если масса сухого остатка после промывания суспензии на сите составляет 3 г, то содержание фракции 0,25–0,06 мм в % равно:

$$A = \frac{a}{m_c} \cdot 100 = \frac{a}{10} \cdot 100, \%$$

Если масса отобранной фракции $\leq 0,01$ мм равна b г, содержание ее в % по 21 составит:

$$B = \frac{b}{m_c} \cdot \frac{1000}{25} \cdot 100 = \frac{b}{10} \cdot \frac{1000}{25} \cdot 100 = 400b.$$

Результаты определения записывают в таблицу по форме 5.

Форма 5. Результаты дисперсионного анализа

Размер фракции, мм	Содержание фракции, %	Размер фракции, мм	Содержание фракции, %
$\geq 0,06$	А	0,25–0,06	А
$\leq 0,01$	В	0,06–0,01	100 – А–В
$\leq 0,005$	С	0,01–0,005	В–С
$\leq 0,002$	Д	0,005–0,002	С–Д
		$< 0,002$	Д
		0,25–0,000	100

В зависимости от содержания тонкодисперсных фракций определяют группу дисперсности глины по табл. 5.

Таблица 5

Классификация глин по степени дисперсности

№ п/п	Наименование групп	Содержание частиц, %, размером менее	
		10 мкм	1 мкм
1	Высокодисперсные	> 85	> 60
2	Среднедисперсные	60–85	40–60
3	Низкодисперсные	50–60	15–40
4	Грубодисперсные	30 и менее	16 и менее

2. ПРИЕМЫ БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

При работе на криптоловых и на других электрических печах возможны случаи поражения электрическим током, термические ожоги, возникновение пожара. Особенно опасны в этом отношении криптоловые печи, которые используют для определения огнеупорности и разогревают до 1650–1750 °С.

Во избежание несчастных случаев и возникновения пожара студент должен пользоваться следующими приемами безопасности работы:

- включать печи только на указанное напряжение; не прикасаться к пламени и к электродам печей; для защиты от случайного соприкосновения с электродами и с клеммами электропечей необходимо иметь под ногами резиновый коврик;

- не устранять неисправностей в работе печей при включенном рубильнике;

- при установке и извлечении образцов из печи она должна быть выключена;

- при работе с разогретой печью обязательно пользоваться светозащитными (синими) очками;

- ставить образцы в разогретую печь и извлекать их из печи можно только щипцами;

- образцы, извлеченные из разогретой печи, ставить только на огнеупорные подставки;

- при извлечении образцов из печи пользоваться асбестовыми и суконными рукавицами;

- при работе криптоловой печи должна быть включена вытяжная вентиляция;

- работать на электрических печах необходимо в халате;

- при работе на криптоловой печи на голову надевать косынку;

- категорически запрещается оставлять включенные печи без присмотра.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Практикум по технологии керамики и огнеупоров / В.С. Бакунов, [и др.]. М. : Стройиздат, 1972. 352 с.
2. ГОСТ 21216.0-93 – ГОСТ 21216.2-93. Сырье глинистое. Методы анализа. М. : Изд-во стандартов, 1994. 40 с.
3. ГОСТ 9169-75. Сырье глинистое для керамической промышленности. Классификация. М. : Изд-во стандартов, 1979. 7 с.
4. Гальперина М.К. Изменение количества связанной воды в глинистых суспензиях при разжижении под действием электролитов / М.К. Гальперина, З.А. Носова, В.А. Чернов. Труды института НИИСтройкерамика. М., 1955. Вып. 10. С. 22–55.
5. Лукин Е.С. Технический анализ и контроль производства керамики / Е.С. Лукин, Н.Т. Андрианов. 2-е изд., перераб. и доп. М. : Стройиздат, 1966. 272 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ГЛИН	2
1.1. Пластичность и отношение глин к спеканию	2
1.1.1. Определение пластичности глин	2
1.1.2. Определение формовочной влажности	7
1.1.3. Определение линейной воздушной и огневой усадки	8
1.1.4. Определение водопоглощения, открытой пористости и кажущейся плотности	10
1.1.5. Определение истинной плотности и общей пористости	11
1.2. Определение огнеупорности	15
1.3. Разжижение глин при помощи электролитов	23
1.4. Определение гранулометрического состава глинистого сырья	29
2. ПРИЕМЫ БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ	37
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	38

Учебное электронное текстовое издание

Иванова Алевтина Валерьяновна
Михайлова Надежда Александровна

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ГЛИН

Редактор *К.Б. Позднякова*
Компьютерная верстка *Н.В. Лутовой*

Рекомендовано РИС ГОУ ВПО УГТУ-УПИ
Разрешен к публикации 07.04.06.
Электронный формат – PDF
Формат 60x90 1/8

Издательство ГОУ-ВПО УГТУ-УПИ
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19
e-mail: sh@uchdep.ustu.ru

Информационный портал
ГОУ ВПО УГТУ-УПИ
<http://www.ustu.ru>