

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА імені О. М. БЕКЕТОВА

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до виконання лабораторних робіт
з навчальної дисципліни

«ТЕОРІЯ ТА ПРАКТИКА ОДЕРЖАННЯ
ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН І МАТЕРІАЛІВ»

*(для студентів I курсу денної форми навчання другого (магістерського)
рівня вищої освіти за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія)*

Харків
ХНУМГ ім. О. М. Бекетова
2020

Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт із навчальної дисципліни «Теорія та практика одержання хімічних речовин і матеріалів» (для студентів 1 курсу денної форми навчання другого (магістерського) рівня вищої освіти за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія) / Харків. нац. ун-т міськ. госп-ва ім. О. М. Бекетова ; уклад. : Г. К. Воронов, О. В. Саввова, Ю. О. Смирнова, О. І. Фесенко. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2020. – 45 с.

Укладачі: канд. техн. наук, доц. Г. К. Воронов,
д-р техн. наук, доц. О. В. Саввова,
канд. техн. наук, ст. викл. Ю. О. Смирнова,
канд. техн. наук, асист. О. І. Фесенко

Рецензент

Т. Д. Панайотова, кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії та інтегрованих технологій Харківського національного університету міського господарства імені О. М. Бекетова

Рекомендовано кафедрою хімії та інтегрованих технологій, протокол № 1 від 28.08.2019.

ЗМІСТ

Вступ.....	4
1 Лабораторна робота № 1 Відбір середньої проби матеріалів і виробів.....	5
2 Лабораторна робота № 2 Визначення втрат при прожарюванні.....	15
3 Лабораторна робота № 3 Ситовий аналіз порошків.....	18
4 Лабораторна робота № 4 Визначення вологості матеріалів.....	24
5 Лабораторна робота № 5 Водозачинення глинистих матеріалів.....	27
6 Лабораторна робота № 6 Визначення пластичності глин.....	33
7 Лабораторна робота № 7 Визначення спучування глин.....	38
Список рекомендованої літератури.....	44

ВСТУП

Лабораторні роботи розроблені в межах учбового курсу «Теорія та практика одержання хімічних речовин і матеріалів» для ефективного засвоєння теоретичних знань та надання практичних навичок студентам які проходять підготовку за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія. Лабораторні роботи містять теоретичні відомості, експериментальну частину та контрольні запитання.

Мета лабораторних робіт – набуття навичок відбору середньої проби та визначення властивостей глинистої сировини. Ознайомлення з методиками перевірки якісних показників глин та можливостей їх використання у технологіях керамічних матеріалів.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ВІДБІР СЕРЕДНЬОЇ ПРОБИ МАТЕРІАЛІВ І ВИРОБІВ

Майже усі об'єкти дослідження в технології кераміки – сировинні компоненти, напівфабрикати, готові вироби, лабораторні зразки – в тому або іншому ступені розрізняються за хімічним складом, фізико-хімічними, механічними та іншими характеристиками. Внаслідок цього отримати надійну інформацію про властивості досліджуваної партії за одиничними зразками матеріалу або виробів не можна. Тому для визначення об'єктивних характеристик необхідно, щоб проба матеріалу або вибірка виробів, з якою працює дослідник, була б представницькою, тобто повною мірою відбивала увесь комплекс їх хімічних, фізичних і інших властивостей. Такі проби зазвичай називають середніми.

Правильність відбору середньої проби та її підготовки має велике значення для їх подальшої об'єктивної оцінки. Оскільки узяти пробу повторно не завжди можливо, а помилки при її відборі можуть бути непоправимими, то їх слід відбирати строго по інструкції. Передусім це відноситься до відбору проб природної сировини.

1.1. Відбір середньої проби сировинних матеріалів

Сировина лише в окремих випадках є цілком однорідним матеріалом. Наприклад, в родовищах глин зазвичай зустрічаються ділянки, що відрізняються від основної маси хімічним і зерновим складом, пластичністю, забарвленням, механічними властивостями.

Шматки кам'янистих матеріалів – польового шпату, кварцу, пегматита, магнезиту, бокситу і інших – можуть також відрізнятися за мінеральним і хімічним складом. Тому проби природної сировини, що надходить на виробництво, слід відбирати з особливою ретельністю.

Техніка відбору середньої проби при вхідному контролі сировини залежить від виду матеріалу (кусковий або сипкий) і способу його доставки на підприємство (залізничним або автомобільним транспортом, в тарі або навалом тощо).

Найбільш поширений метод відбору проб – вичерпання. Матеріал відбирають совком, лопатою або спеціальним щупом з різних точок вагону або машини і з різної глибини, отримуючи так звану точкову пробу. Якщо на підприємство поступає не один, а декілька вагонів однотипної сировини, то проби необхідно відбирати від кожного вагону. Їх можна об'єднати, якщо партія цього виду сировини на вигляд однорідна.

З кускової сировини через кожні 0,5 або 1,0 м відбирають по декілька шматків матеріалу в різних точках. Для забезпечення об'єктивності відбір середньої проби слід робити за твердо встановленою схемою, яка, зазвичай, затверджується головним інженером підприємства. При відборі проби слід мати на увазі, що склади великих і дрібних шматків можуть бути різними. Тому в пробі різні за крупністю шматки мають бути представлені приблизно в такому ж співвідношенні, в якому вони є присутніми в аналізованій партії сировини.

Загальна кількість проби комової глини, відібраної з вагону (при його повному завантаженні), повинне складати 30–50 кг.

Техніка відбору проби дрібнокускових або сипких матеріалів, завантажених навалом, в основному аналогічна описаній вище.

Якщо сировина поступає в тарі, пробу відбирають з кожного мішка, ящика (при малій кількості матеріалу) або вибірково з окремих одиниць за заздалегідь наміченою схемою (при великій кількості матеріалу). У стандартах і технічних умовах зазвичай вказано мінімальне число мішків, з яких слід відбирати пробу.

Наприклад, пробу комової глини, що транспортується в залізничних вагонах, відбирають на глибині не менше 200 мм з різних точок, розташування яких показано на рисунку 1.1, а. Кількість точок відбору має бути не менше 8, маса проби повинна складати не менше 0,5 кг.

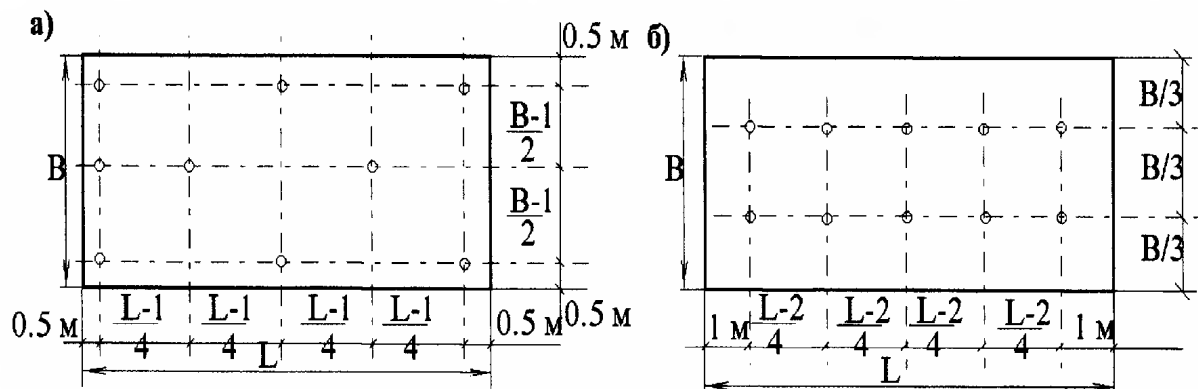


Рисунок 1.1 – Розташування точок відбору
комової (а) і бентонітової (б) глин із залізничного вагону

Середню пробу каоліну при його надходженні в залізничних вагонах навалом відбирають від кожного вагону цієї партії з різних точок, рівновіддалених один від одного і від стінок. Для чотиривісних вагонів число точок відбору проб має бути не менше 20, маса проби – не менше 0,3 кг. При надходженні каоліну в тарі пробу відбирають в наступній кількості: для каоліну мокрого збагачення – один мішок від кожних двадцяти п'яти цієї партії, для каоліну сухого збагачення – один мішок від кожних п'ятдесяти. З кожного відібраного мішка щупом з трьох різних місць відбирають не менше 100 г каоліну.

Середню пробу кускового польового шпату, пегматиту, жильного кварцу від кожної партії беруть, зазвичай, не менше ніж з 15 місць, рівновіддалених один від одного і розташованих на різній глибині. Сумарна маса усіх точкових проб має бути не менше 10 кг.

Для аналізу хімічного складу кварцового піску пробу відбирають від кожного вагону не менше ніж з 10 місць, рівномірно віддалених один від одного і розташованих на різній глибині. Кожна точкова проба повинна мати масу не менше 250 г.

При зберіганні сировини в штабелях масою менше 50 т точки відбору розташовують по одному з варіантів, показаних на рис. 1, б. Пробу беруть на глибині не менше 30 см. При масі штабелів матеріалу більше 50 т проби

відбирають не менше ніж з 20 точок, 10 з яких розташовані на поверхні в шаховому порядку, а інші – по периметру на рівні приблизно половини висоти штабелю. Маса точкової проби складає при цьому не менше 300 г.

З конусоподібного штабелю проби беруть згідно зі схемою, представленою на рисунку 1.2.

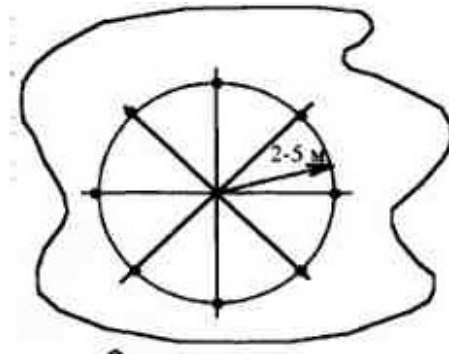


Рисунок 1.2 – Розташування точок відбору проб з конусоподібних штабелів

У відмічених місцях бурінням витягають матеріал через кожні 0,5 м по глибині, і частину його відділяють в якості проби. У штабелях заввишки більше 4 м для відбору проби закладають шурфи, що досягають дна штабелю. Шурфи слід розташовувати в різних місцях штабелю на відстані 10–12 м один від одного. Точкові проби в цьому випадку відбирають з окремих порцій матеріалу, узятих з різних шурфів з різної глибини.

1.2 Підготовка середньої проби до випробувань

Для підготовки до випробувань точкові проби однієї партії сировини ретельно перемішують, за необхідності подрібнюючи великі шматки матеріалу, і отримують таким чином об'єднану пробу.

Маса об'єднаної проби залежить від виду сировини, способу його доставки, величини партії. Партією вважають певну кількість матеріалу одного родовища, однієї марки і оформлене одним документом про якість.

Оскільки сировина на завод поступає, як правило, досить великими партіями, маса об'єднаної проби може виявитися дуже великою (близько 400 кг, наприклад, при відборі проб від партії кускового польового шпату). Природно, така кількість матеріалу для лабораторних досліджень не знадобиться.

Для отримання середньої проби об'єднану пробу скорочують до 2–5 кг. Звичайне скорочення проби роблять квартуванням, квадратуванням або спеціальними механічними дільниками. При підготовці об'єднаної проби досліджуваного матеріалу для скорочення її викладають тонким шаром на спеціальний дерев'яний або металевий щит, лист фанери або чисту підлогу. Описують зовнішній вигляд сировини: колір, приблизні розміри шматків, характер їх будови (щільне, рихле, каменеподібне тощо), візуально характеризують домішки та сторонні включення. Потім великі шматки подрібнюють: глинисті матеріали – дерев'яним молотком до розміру шматків 20–30 мм, кам'янисті – за допомогою лабораторних машин (дробарок, валків і тощо) або сталевих загартованих молотків до розмірів близько 10 мм, після чого приступають до скорочення і відбору середньої проби.

При квартуванні подрібнений матеріал ретельно перемішують дерев'яною лопатою і розподіляють тонким шаром на площі в 1 м². Отриманий квадрат ділять лініями, що сполучають середини протилежних сторін, і двома діагоналями на 8 рівних трикутників; часто квадрат ділять тільки на 4 рівні трикутники. Для середньої проби беруть матеріал двох протилежних трикутників. Решту сировини відкидають. Відібрану пробу знову ретельно перемішують і ділять описаним вище способом на 8 трикутників. Потім знову беруть для середньої проби два протилежні трикутники, а інші відкидають і так далі. Цю операцію повторюють до тих пір, поки маса середньої проби не складе 2–5 кг.

При скороченні проб тонкомолотих матеріалів частіше застосовують квадратування. Для цього досліджувану пробу порошку перемішують і укладають тонким рівним шаром у вигляді прямокутника, який потім ділять на невеликі рівні квадрати. Середню пробу складають невеликі, приблизно

рівні порції матеріалу, узяті з центру кожного або кожного другого квадрата. У останньому випадку матеріал відбирають з квадратів, розташованих в шаховому порядку.

Для зменшення проби застосовують також механічні скорочувачі. Найбільшого поширення для сипких матеріалів отримали жолобчасті та струменисті дільники. Вони є бункером, дно якого утворюють 6–12 жолобків, нахилених по черзі в праву і ліву сторони. По жолобках матеріал зсипається в приймальні ящики. Об'єднану пробу рівномірно подають у бункер, де по жолобках вона приблизно порівну розподіляється між правим і лівим приймальними ящиками. Матеріал з одного ящика відкидають, а з іншого піддають повторному діленню до отримання середньої проби у необхідній кількості. Недоліком подібних дільників є часте засмічення жолобків великими шматками або грудками матеріалу, що злежався, що порушує правильність скорочення проби і може привести до спотворення результатів подальших визначень.

Отриману середню пробу ще раз ретельно перемішують і ділять на дві рівні частини. Одну направляють на дослідження (лабораторна проба), іншу (контрольна проба) в опечатаному виді зберігають на заводі впродовж двох місяців для проведення (при необхідності) випробувань для арбітражу.

Кожна контрольна проба забезпечується етикеткою, в якій вказано найменування матеріалу і його марка (сорт), підприємство-виготівника, дату відбору проби, номер випробувань по журналу, номер вагону (автомобіля), транспортної накладної і прізвища осіб, що проводили відбір проб.

Тара для зберігання контрольних і лабораторних проб має бути щільною і міцною (поліетиленові пакети, банки з притертою кришкою тощо), щоб виключити зміну хімічного складу, яка можлива за рахунок забруднення проби сторонніми домішками або взаємодії з вологою повітря.

1.3 Відбір середньої проби напівфабрикату на різних стадіях технологічного процесу

Метод відбору середньої проби напівфабрикату визначається її призначенням, тобто тим дослідженням, для якого вона призначена. У технології кераміки у напівфабрикату зазвичай контролюють вологість шлікера, прес-порошку, пластичного тіста, відформованого або висушеного виробу і щільність різних суспензій і відформованого сирцю.

Відбір середньої проби суспензії. При відборі середньої проби різних суспензій основна трудність полягає в тому, що практично усі суспензії седиментаційний нестійкі, тобто здатні розшаровуватися навіть при нетривалому вистоюванні в спокійному стані. Тому проби суспензій слід відбирати при перемішуванні або відразу ж після нього. Середню пробу отримують змішуванням декількох порцій суспензії, відібраних з ємності з різної глибини.

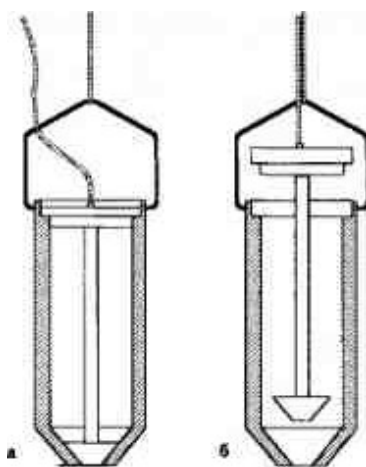


Рисунок 1.3 – Циліндр для відбору суспензій в закритому (а) і відкритому (б) положеннях

Проби суспензій і керамічних шлікерів відбирають спеціальними пробовідбірниками. Простим з них є черпак, що є мірним кухлем місткістю 200–250 мл, забезпеченим довгою ручкою. Проте таким пробовідбірником не вдається узяти пробу суспензії із заданої глибини, оскільки при зануренні

черпака в суспензію він неминуче захоплює частину матеріалу з верхніх шарів; те ж відбувається і при підйомі відбірника. У цьому полягає головний недолік такого способу відбору проб суспензій. Частково усунути цей недолік можна, застосовуючи для відбору проби трубку або спеціальну піпетку.

Пробовідбірники спеціальної конструкції дозволяють відбирати проби із заданої глибини. Вони є сталевим циліндром з конічним дном (рис. 1.3). Дно має отвір. Пробка, що закриває цей отвір, і кришка згори циліндра пов'язані сталевим стрижнем в єдину конструкцію, що дозволяє одночасно відкривати і закривати обидва отвори в пробовідбірнику. Для відбору проби циліндр із закритими пробками занурюють у шлікер на задану глибину. Потягнувши за мотузку, прив'язаний до кришки, відкривають верхній отвір і отвір в дні пробовідбірника. Суспензія заповнює циліндр, після чого мотузку послабляють, і пробка під власною масою повертається в початкове положення, щільно закриваючи отвір. Відбірник проби витягають з ємності, і узяті ним порцію шлікера зливають в приготований посуд.

Відбір середньої проби прес-порошка. Відбір проб прес-порошка зазвичай проводять із стрічкового транспортера, що йде від розпорошувальної сушарки, агрегатів змішувачів або витратних (накопичувальних) бункерів. Пробу з потоку матеріалів відбирають вручну або механічними пробовідбірниками. Принцип роботи таких відбірників полягає в поперечному відсіканні потоку порошку на стрічковому транспортері косими шкрябаннями. При цьому необхідно захоплювати увесь шар матеріалу, що рухається, по висоті та по ширині. Такі зарубки повторюють кілька разів до отримання об'єднаної проби відповідної маси. Цю масу визначають залежно від досліджень, для яких вона призначена. При контролі вологості або зернового складу об'єднана проба складає 3–5 кг. Середню пробу в 200–300 г отримують скороченням об'єднаної проби.

Відбір середньої проби маси після фільтр-пресування. Для контролю вологості маси, що відібрано з фільтр-преса і поступає в м'ялку, використовують три коржі: два з периферії і один з центральної частини пресу.

З кожного коржа вирізають сектор в 1/16 частину його, швидко розламують на дрібні (розміром до 0,5 см) шматочки, ретельно перемішують і відбирають середню лабораторну пробу масою близько 100 г.

Відбір проби маси після вакуумування. Пробу маси, що виходить з вакуум-м'ялки, завжди слід відбирати одним методом. Це обумовлено тим, що вологість пластичного тіста, що виходить з м'ялки, різна по перерізу качалки. При визначенні вологості маси від неї беруть пласт завтовшки приблизно 1 см і з нього вирізають сектор, що становить 1/8, 1/16 або дрібнішу долю пласта. Маса такої проби має бути не менше 100 г. Після усереднення пробу поміщають у банку з притертою кришкою, де вона зберігається до аналізу.

Відбір проби відформованого сирцю. Для визначення вологості відформованого сирцю від кожної партії відбирають не менше ніж по три вироби. У відібраних виробів в якості точкової проби відділяють 1/4 або 1/8 частину, їх розламують і поміщають в заздалегідь зважений бюкс. Час зберігання середньої проби, призначеної для визначення вологості, від моменту відбору до аналізу повинно бути зведено до мінімуму, оскільки тривале зберігання може привести до спотворення дійсних результатів.

1.4 Відбір середньої проби готової продукції

Методи відбору і величина середньої проби готової продукції дуже різноманітні. Це залежить від виду виробів, їх призначення, розміру партії, способу складування, методів контролю. Практично усі керамічні вироби для радіо- та електронної техніки проходять 100 %-ий вихідний контроль за найбільш важливими експлуатаційними характеристиками: конденсатори – за ємністю, резистори – за опором, корпуси мікросхем – по геометричних розмірах і зовнішньому вигляді. Інші характеристики виробів, наприклад, щільність, пористість, механічну міцність визначають на декількох зразках, узятих з середньої проби. При цьому число зразків в середній пробі встановлене відповідними стандартами і зазвичай складає 0,5 – 1,0 % від партії.

Середню пробу відбирають з різних місць партії. Якщо вироби складаються на піддонах (вогнетривку цеглу), в ящиках або в контейнерах (керамічна плитка), то з кожного контейнера, ящика або іншої упаковки відбирають певну кількість виробів за заздалегідь встановленою схемою.

Середню пробу відбирають з різних місць партії. Якщо вироби складаються на піддонах (вогнетривку цегла), в ящиках або в контейнерах (керамічна плитка), то з кожного контейнера, ящика або іншої упаковки відбирають певну кількість виробів за заздалегідь встановленою схемою.

У виробництві господарського фарфору та фаянсу продукцію складають стопками і штабелями. В цьому випадку відбір проби плоских виробів роблять наступним чином. З першої стопки відбирають перший (верхній) виріб, з другої – третій, з третьої – шостий і т. д. Це чергування можна змінити залежно від кількості виробів в партії і мінімального розміру середньої проби.

Порожні вироби (чашки, чайники, цукорниці і ін.) складають зазвичай в ящиках або на спеціальних піддонах, які встановлюють штабелями, а також безпосередньо в штабелях з прокладенням через кожен ряд картоном або фанерою. Для середньої проби зі штабелю відбирають вироби, розташовані по діагоналі однієї із стінок штабелю. При складуванні виробів в один ряд пробу рекомендують відбирати в шаховому порядку.

На складах готової продукції виробу зберігають в упакованому виді. В цьому випадку з пакетів, призначених для контролю, відбирають один-два вироби.

Приведені способи відбору середньої проби виробів для вибіркового контролю є приблизними. У кожному конкретному випадку залежно від способу складування виробів, їх кількості, форми схема відбору може бути змінена.

Після отримання середньої проби від неї відбирають мінімальну кількість виробів для проведення необхідних лабораторних досліджень. Вироби, що залишилися в середній пробі, приєднують до товарної партії продукції.

Контрольні запитання

1. Наведіть приклади техніки відбору середньої проби.
2. Яка повинна бути кількість точок відбору середньої проби?
3. Як відбирають середню пробу піску, глини, каоліну?
4. Як проводять відбір середньої проби рідин?
5. Як проводять відбір середньої проби готової продукції?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

ВИЗНАЧЕННЯ ВТРАТ ПРИ ПРОЖАРЮВАННІ

Для контролю складу сировинних матеріалів і випалених виробів широко застосовують хімічний аналіз, який виконують різними методами залежно від природи основної речовини, виду контрольованих домішок і їх кількості. У звичайному хімічному аналізі величина втрат при прожарюванні (в.п.п.) включає загальний вміст речовин (за рахунок видалення фізично і хімічно зв'язаної води, вигорання органічних речовин, розкладання сульфатів, карбонатів і тому подібне), що випаровуються при термічній обробці. У технології кераміки визначення в.п.п. дозволяють оцінити склад і співвідношення складових керамічної шихти без виконання повного хімічного аналізу. У такий спосіб визначають якість каолінітових глин, ступінь гідратації порошоків випаленого магнезиту тощо.

Устаткування та матеріали: муфельна піч, технічні ваги, тигельні щипці, ексікатор, тиглі, кальцію хлорид, випробовуваний матеріал.

2.1 Порядок проведення роботи

Втрати при прожарюванні визначають на пробах масою 20–50 г при зважуванні на технічних вагах з точністю $\pm 0,01$ г або на пробах 1–2 г при зважуванні на аналітичних вагах з точністю $\pm 0,0001$ г. Пробу заздалегідь висушують до постійної маси в сушильній шафі при 105–110 °С. Потім її переносять в тигель, заздалегідь прожарений при 900–1 000 °С до постійної маси. Тиглі з пробою поміщають в муфельну піч і нагрівають до 900–1 000 °С з витримкою при максимальній температурі 2–4 год. Після витягування тигля з печі його охолоджують в ексікаторі над шаром кальцію хлориду до кімнатної температури і зважують. Залежно від необхідної точності визначення пробу прожарюють одноразово або багаторазово до постійної маси. Розбіжність між масою тигля після двох послідовних прожарювань не повинна перевищувати 0,02 г для зважування на технічних вагах або 0,0002 г при використанні аналітичних ваг.

2.2. Визначення результатів вимірювання

Втрати при прожарюванні (у відсотках) розраховують з точністю до 0,1 або 0,02 % за формулою

$$\text{в.п.п.} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100, \quad (2.1)$$

де m_1 – маса тигля без наважки, г;

m_2 – маса тигля з непрожареною наважкою, г;

m_3 – маса тигля з прожареною наважкою, г.

Визначення проводять на 2-3 паралельних пробах. Результати записують в таблицю 2.1.

Таблиця 2.1 – Найменування матеріалу (вказати назву матеріалу)

Номер проби	Маса тигля, г			в.п.п., %
	прожареного	з вихідною наважкою	з прожареною наважкою	

Метод можна використати також для визначення вмісту одного з компонентів в двокомпонентній суміші, наприклад, глини в шамотній масі, вмісту тимчасової технологічної зв'язки в ливарних термопластичних шлікерах і т. п. Якщо відомі в.п.п. кожного з компонентів суміші, то, визначивши в.п.п. суміші (шихти), можна знайти вміст (%) кожного компонента по співвідношеннях

$$a = (a_1 \cdot k_1 + a_2 \cdot k_2) \cdot 0,01 \quad (2.2)$$

де a_1, a_2 – втрати при прожарюванні суміші, першого і другого компонентів, %;

k_1, k_2 – масова частка кожного компонента, %.

Контрольні запитання

1. Що включає в себе величина втрат при прожарюванні?
2. Що оцінюють за величиною втрат при прожарюванні?
3. Для яких матеріалів виконують оцінку втрат при прожарюванні?
4. При яких температурах проводять обробку зразків?
5. Яка маса однієї проби для проведення дослідження та яка загальна кількість проб для при оцінюванні?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

СИТОВИЙ АНАЛІЗ ПОРОШКІВ

3.1 Ситовий аналіз. Загальні відомості

Ситовий аналіз є найбільш старим і простим способом визначення зернового складу порошків. Він полягає у знаходженні кількості матеріалу, що затримується сіткою з отворами у світлу певного розміру. Метод використовують для аналізу дисперсних матеріалів з відносно великим розміром часток (від 40 мкм до 100 мм). Чим менше розмір часток, тим складніше проводити точний ситовий аналіз. У виробничих умовах часто дисперсні порошки характеризують по залишку на контрольному ситі з певним розміром отворів.

Сита плетуть або тчуть з металевого дроту (сталевого, мідного, бронзового), шовку, капрону і інших органічних матеріалів. Великі сита з отворами більше 3 мм виготовляють штампуванням з металевих листів. Прецизійні мікросита (отвори <100 мкм) з допуском за розміром отворів ± 1 мкм отримують електрогальванічним способом.

Міжнародної системи сит не існує, проте відношення ширини отвору у світлі до товщини дроту в усіх країнах складає приблизно 3:2, що дозволяє легко перераховувати сита з однієї системи в іншу.

В Україні дротяні сита виготовляють з бронзи марки Бр.ОФ. 6,5 – 0,15, напівтомпаку марки Л 80 і зі сталі Х 18Н9Т і Х 18Н10Т. Номер сітки відповідно до вказаних ДОСТів дорівнює номінальному розміру (мм) сторони комірки у світлі (табл. 3.1). Для сіток з розміром комірки менше 1 мм в номері сита кома перед десятими долями міліметра опускається. Наприклад, розмір комірки 0,2 мм, номер сітки 02.

Таблиця 3.1 – Характеристика сіток за ДОСТ 6613-86

Номер сітки	Діаметр дроту		Номінальний розмір сторони комірки в світлі	Граничне відхилення середнього арифметичного розміру сторони комірки від номінального	Максимальне відхилення розміру сторони комірки від номінального	Допустиме число осередків з максимальним розміром, %
	Номін.	Макс. відхил.				
4	0,03	0,004	0,04	0,004	0,028	8
45	0,036		0,045	0,005	0,031	
5	0,036		0,05	0,006	0,034	
56	0,04		0,056	0,006	0,038	
63	0,04		0,063	0,007	0,041	
71	0,05		0,071	0,007	0,045	
8	0,055		0,08	0,008	0,05	
9	0,06	0,006	0,09	0,009	0,055	
1	0,06		0,1	0,009	0,06	
112	0,08		0,112	0,01	0,067	
125	0,08		0,125	0,011	0,074	
14	0,09		0,14	0,012	0,081	
16	0,1	0,01	0,16	0,014	0,091	
18	0,12		0,18	0,015	0,099	
2	0,12		0,2	0,016	0,106	
224	0,12		0,224	0,018	0,116	
25	0,12		0,25	0,02	0,125	
28	0,14		0,28	0,022	0,14	
315	0,16		0,315	0,024	0,151	
355	0,16		0,355	0,026	0,163	
4	0,16		0,4	0,029	0,18	
45	0,2	0,015	0,45	0,032	0,194	
5	0,25		0,5	0,04	0,21	
56	0,25		0,56	0,04	0,22	
63	0,3		0,63	0,05	0,25	
7	0,3		0,7	0,05	0,28	
8	0,3		0,8	0,06	0,31	
9	0,4		0,9	0,06	0,34	
1	0,4		1	0,07	0,37	
1,25	0,4		1,25	0,08	0,45	
1,6	0,5	0,02	1,6	0,1	0,56	
2	0,5		2	0,12	0,7	
2,5	0,5		2,5	0,15	0,88	

У німецькій системі сит номер сітки відповідає числу отворів на 1 см. Зазвичай ці сита характеризують числом отворів на 1 см², тобто величиною N^2 . Враховуючи, що відношення ширини отвору у світлі до товщини дроту складає приблизно 3:2 або 6:4, можна знайти розмір отвору у світлі d (мм):

$$d = 6/N. \quad (3.1)$$

В Англії і в США сита характеризують числом меш M , яке дорівнює числу отворів на 1 дюйм. Оскільки 1 дюйм = 2,54 см, то

$$N = M/2,54 \quad (3.2)$$

$$d = 6 \cdot 2,54/M \quad (3.3)$$

При ситовому аналізі матеріалу необхідно враховувати наступні чинники, які можуть спотворити результати:

1. Тертя між частками, що зростає у міру зменшення їх розмірів, перешкоджає проходженню порошків крізь сито. Для дрібних часток тому точність ситового аналізу зменшується. Використання вібрації, ультразвуку, води і ПАВ, що зменшують тертя, прискорює аналіз і підвищує його точність;

2. Злипання часток і утворення агрегатів, що зростає зі зменшенням розміру часток і наявністю вологи, адсорбованої з атмосфери. Тому сухі аналізовані порошки, особливо високодисперсні, не повинні містити води;

3. Несферичні частки (голчасті, пластинчаті тощо) можуть проскакувати по діагоналі в квадратних сітках;

4. Дроти в ситах здатні розсуватися, тому неприпустимо натискати на матеріал, що просіюється, для прискорення аналізу;

5. Занадто велика тривалість розсівання і надмірні навішування проб при використанні вібрації призводять до самоподрібнення часток і до підвищеного зносу сит. Якщо збільшення часу розсівання на 1 хв не призводить до збільшення кількості матеріалу, що пройшов, більш ніж на 0,1 %, то розсівання рекомендують припиняти.

Ситовий аналіз проводять сухим і мокрим способами. Сухий спосіб використовують для порошків, що реагують з водою або містять невелику кількість дрібних часток. Порошки, що складаються з часток, верхній розмір яких $\leq 0,1$ мм, не рекомендують аналізувати сухим способом.

Сита, особливо дрібні, забиваються і їх необхідно очищати, використовуючи різні механічні дії. Для дрібних сит ефективно застосування ультразвукового очищення.

Нині проведення ситового аналізу повністю комп'ютеризовано.

На вібростіл закріплюють необхідний набір аналітичних сит (рис. 3.1). Залишки на ситах зважують на вагах, а отримані значення маси автоматично передаються в комп'ютер. Комп'ютер показує оптимальний набір сит для проведення аналізу на підставі апріорної інформації або попередніх експериментів. Управління режимом розсіювання на ситах і необхідні розрахунки здійснює комп'ютер. Результати ситового аналізу виводяться на монітор і принтер у вигляді графіків і таблиць.



Рисунок 3.1 – Зовнішній вигляд віброгрохоту з набором сит

3.2 Сухий та мокрий ситовий аналіз

Сухий ситовий аналіз

Висушену до постійної маси наважку порошку пропускають крізь набір сит, закритих знизу суцільним піддоном і розташованих одне під одним в порядку зменшення розмірів отворів. Порошок поміщають на верхнє сито і струшують вручну або за допомогою механічних пристроїв, наприклад, механічних сит або класифікаторів. Після закінчення розсіювання залишки на окремих ситах, у тому числі і найдрібнішої фракції, зібраної на піддоні, зважують з точністю до 0,01 г на технічних вагах і розраховують зерновий склад у відсотках. Оскільки при сухому способі можливі втрати порошку, то при підрахунку фракційного складу рекомендують брати не масу початкової проби, а сумарну масу отриманих після аналізу фракцій. Доцільно використати суцільнотягнуті обичайки для сит з ущільнювальними прокладками при їх з'єднанні, що практично виключає втрати порошку при аналізі.

Мокрий ситовий аналіз

Устаткування і матеріали: набір сит, вібратор, технічні ваги, сушильна шафа, ексікатор, фарфорова ступка, фарфорові чашки, волосяна жорстка пензлик, промивалка, папір глянцевої.

Мокрий спосіб використовують для високодисперсних матеріалів, наприклад, при аналізі глин і керамічних шлікерів. Матеріал висушують до постійної маси при 105–110 °С, злегка роздавлюють товкачиком у фарфоровій ступці, зважують з точністю до 0,01 г і розпускають у воді. Для виключення утворення бульбашок на отворах сито заздалегідь змочують водою і потім виливають на нього суспензію. Залишки суспензії переносять на сито за допомогою промивалки. Для прискорення процесу сито переносять в чашу з водою і кілька разів обережно опускають і піднімають. Можна промивати матеріал на ситі слабким струменем води. Про повноту промивання судять по прозорості води, що проходить через сито.

Матеріал, що залишився на ситі, ретельно змивають в заздалегідь зважену фарфорову чашку, висушують і зважують з точністю до 0,01 г. Вихід по плюсу (%) визначають за формулою:

$$q = m_{\text{зал}} \cdot 100 / m_{\text{поч}} \quad (3.4),$$

де $m_{\text{зал}}$ – маса висушеного залишку на ситі;

$m_{\text{поч}}$ – маса висушеної початкової проби.

Особливо зручний мокрий спосіб для визначення записоченості глин і каолінів. Для цього часто спочатку проводять за мокрим способом на ситі № 0063; отриманий на ситі залишок висушують при 105–110 °С і потім аналізують за сухим способом.

Після проведення аналізу сита очищують, обережно доторкаючись до нижньої сторони сітки волосяною щіткою. Сита з розміром отворів менше 0,5 мм рекомендують очищувати в ультразвуковій ванні.

Результати ситового аналізу записують в табл. 3.1 і представляють також графічно.

Таблиця 3.1 – Найменування порошку (вказати назву матеріалу)

Початкова проба, висушена до постійної маси $m_{\text{поч}}$, г

Пройшло крізь сито № 0063 (мокрий спосіб)	Залишок на ситі (сухой спосіб)					
	№ 0063 (на піддоні)	№	№	№	№	№

Контрольні запитання

1. Для чого використовують ситовий аналіз?
2. З яких матеріалів виготовляють аналітичні сита?
3. Чому відповідає номер сітки згідно ДОСТу?
4. Які чинники можуть впливати на результати ситового аналізу?
5. Якими способами проводять ситовий аналіз, чим вони відрізняються?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

ВИЗНАЧЕННЯ ВОГОСТІ МАТЕРІАЛІВ

4.1 Вологість матеріалів. Теоретичні положення

Вологість є одним з основних параметрів, що контролюються на стадіях підготовки маси, формування і сушіння керамічного напівфабрикату. Вміст води у вихідній сировині, керамічній формувальній масі або напівфабрикаті виражають у відсотках по відношенню до загальної маси вологого або сухого матеріалу. Першу величину називають відносною вологістю – $W_{відн}$ (%), другу – абсолютною вологістю – $W_{абс}$ (%). Між цими характеристиками існують такі співвідношення:

$$W_{абс} = \frac{100 \cdot W_{відн}}{100 - W_{відн}} \quad (4.1)$$

$$W_{відн} = \frac{100 \cdot W_{абс}}{100 + W_{абс}} \quad (4.2)$$

У деяких випадках, наприклад, для порівняння вмісту води в сумішах з матеріалів різної дійсної щільності, доцільно використовувати не масові, а об'ємні співвідношення. Об'ємний вміст φ (%) води або іншої рідини (тимчасової технологічної зв'язки), що входить до складу маси

$$\varphi = \frac{W_{відн} \cdot \rho_{тв}}{W_{відн} \cdot \rho_{тв} + (100 - W_{відн}) \cdot \rho_{рід}} \cdot 100 \quad (4.3)$$

де $\rho_{тв}$ та $\rho_{рід}$ – дійсна щільність сухої речовини та рідини, г/см³.

Відносна вологість пов'язана з об'ємним вмістом рідини співвідношенням

$$W_{відн} = \frac{\varphi \cdot \rho_{рід}}{(100 - \varphi) \cdot \rho_{рід} + \varphi \cdot \rho_{тв}} \cdot 100 \quad (4.4)$$

Коливання вологості, що не порушують нормального перебігу технологічного процесу, допустимі в досить вузьких межах. При напівсухому пресуванні вогнетривів ці коливання становлять $\pm 0,3$ % при середньому

значенні вологості 3–12 %, в разі пластичного формування $\pm(0,2-0,4 \%)$, при вологості маси 19–27 %. Жорсткі допуски відхилень вологості ускладнюють розробку автоматизованих і приладових методів її контролю у виробництві.

3.2 Гравіметричні методи визначення вологості

Для визначення вологості сировинних матеріалів, формувальних мас і напівфабрикатів основним є гравіметричний метод.

Визначення вологості висушуванням в сушильній шафі. Наважку матеріалу масою 50–100 г зважують у тарованому бюксі на технічних вагах з точністю $\pm 0,01$ г і сушать в сушильній шафі при 105–110 °С до постійної маси протягом 2–4 год залежно від розміру та вологості зразка. Бюкс з висушеним матеріалом закривають кришкою, переносять в ексікатор, охолоджують над шаром хлориду кальцію до 20–25 °С і зважують. За необхідності цикл висушування повторюють до тих пір, поки розбіжність в масі висушеного зразка не стане менше 0,02 г при двох послідовних визначеннях. Визначення проводять на 2–3 паралельних пробах.

Устаткування і матеріали: технічні ваги, сушильна шафа з терморегулятором, тигельні щипці, ексікатор, бюкси з кришками, випробуваний матеріал.

Значення вологості розраховують за формулою

$$W_{abc} = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100 \quad (4.5)$$

$$W_{відн} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \quad (4.6)$$

де m_1 і m_2 – маса вологого та сухого матеріалу, г.

Похибка визначення вологості становить близько 0,1 %, тривалість визначення – 4–6 год. При використанні аналітичних ваг, що забезпечують точність зважування $\pm 0,0001$ г, наважка матеріалу може бути зменшена до 5–10 г без шкоди для точності.

Прискорений метод висушування. Наважку матеріалу масою 50-100 г сушать протягом 15 хв при 180–200 °С в сушильній шафі. Зважування і розрахунок ведуть за методикою, що представлена вище.

Результати заносять до таблиці 4.1.

Таблиця 4.1 – Найменування зразку (вказати назву матеріалу)

Номер проби	Маса, г					Вологість, %	
	бюкси			матеріалу		відносна	абсолютна
	без матеріалу	з вологим матеріалом	з сухим матеріалом	вологого	сухого		
1							

Контрольні запитання

1. Що вологість керамічного матеріалу, як її розділяють?
2. На яких технологічних стадіях контролюють вологість?
3. Які допустимі значення вологості при різних методах формування керамічних виробів?
4. Який метод використовують для визначення вологості?
5. Яка маса однієї проби для проведення дослідження та яка повинна бути точність оцінювання вологості?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

ВОДОЗАЧИННЕННЯ ГЛИНИСТИХ МАТЕРІАЛІВ

5.1 Вологість та водопоглинання керамічних мас

Отримання пластичної формувальної маси на основі глин і каолінів з властивостями, необхідними для нормального протікання процесу формування, є складним завданням. Маси для пластичного формування фарфоро-фаянсових виробів деяких видів будівельної кераміки, крім глин, містять інші компоненти. На властивості мас впливає вміст і вид глинистої сировини, кількість, природа та дисперсність інших компонентів, спосіб переробки та інші фактори. Найважливішим показником, який визначає властивості мас, є вологість.

Стан маси, що містить глину, при якому вона може змінювати форму під дією руки людини (навантаження 0,1–0,2 МПа), що не прилипаючи до рук або металу, називається нормальною (робочою) консистенцією, а вологість, що їй відповідає, – формувальною вологістю.

Такий стан глиняної маси відповідає утворенню прошарків води між усіма глинистими частинками та створенню розвиненої сітки коагуляційних контактів між ними. Абсолютною формувальною вологістю (%), або водою зачинення V_z , називають масу води, яку необхідно додати до повітряно-сухої глині для отримання глини нормальної формувальної консистенції:

$$V_z = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100 \quad (5.1)$$

де m_1, m_2 – маса вологої та сухої глини, г.

Повним вмістом води, або відносною формувальною вологістю V_n (%), називають масу води, що міститься в глині робочої консистенції:

$$V_n = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100. \quad (5.2)$$

Визначення нормальної робочої консистенції і, отже, водозачиннення за прилипанням до руки або металу є вельми суб'єктивним методом, що залежить від безлічі факторів. Для підвищення об'єктивності аналізу використовують більш точні методи.

Однією з умов точності та об'єктивності отриманих результатів є спосіб підготовки зразків. Досліджуваний матеріал попередньо висушують до повітряно-сухого стану при 105–110 °С, подрібнюють дерев'яним молотком (киянкою) і просіюють через сито № 1 (розмір отворів 1 мм). Застосовують два способи приготування маси: пластичний та шлікерний.

При шлікерному способі дистильовану воду в кількості 50–150 % від маси сухої глини заливають в бак, обладнаний мішалкою. Подрібнену висушену глину всипають у воду невеликими порціями при працюючій мішалці. Час приготування суспензії 2–4 год.

Якщо шлікер готують без використання мішалки, то після висипання всього матеріалу його періодично перемішують дерев'яною лопаткою і пропускають через сито № 1. Залишок маси протирають через сито та змивають процідженим шлікером. Шлікер витримують не менше 48 год, потім виливають в сухі гіпсові форми, закривають зверху вологим полотном й гіпсовими дошками. Масу періодично ретельно проминають руками. Відбір вологи проводять до отримання маси нормальної робочої консистенції.

При пластичному способі підготовки глину одразу замочують необхідним для отримання нормальної формувальної консистенції кількістю води в 2–3 прийоми з проміжками в 30 хв. Глиняне тісто витримують не менше 10–15 год і проминають вручну до зникнення великих грудок.

Приготоване тим чи іншим способом тісто проминають для видалення повітря, формують грудки, які загортають у вологу тканину та багаторазово (не менше 10–15 разів) відбивають киянкою. Найкращим способом є вакуумування за допомогою лабораторної вакуум-м'ялки.

5.2 Визначення нормальної формувальної консистенції на приладі Віка

Устаткування та матеріали: прилад Віка, металева форма, секундомір, технічні ваги, сушильна шафа, тигельні щипці, ексікатор, бюкси, випробуваний матеріал.

Прилад Віка призначений для визначення термінів схоплення і нормальної густини гіпсового тіста. Прилад (рис. 5.1) складається з металевого стрижня 3, в нижню частину якого вставлена полірована сталева голка (7) діаметром $1,1 \pm 0,04$ мм, довжиною 50 ± 1 мм. Голка закріплена гвинтом (6). На верхній частині стрижня встановлено майданчик (2) для розміщення вантажу (1). Стрижень вільно переміщається в обоймі металеві станини (11) і фіксується на довільній висоті стопором (5). До обойми прикріплена металева пластина (13) з міліметровою шкалою. Для відліку глибини переміщення стрижня є стрілка-показчик (4). На майданчик (8) станини поміщають скляну пластинку (9), на яку ставлять зразок для випробувань (10).

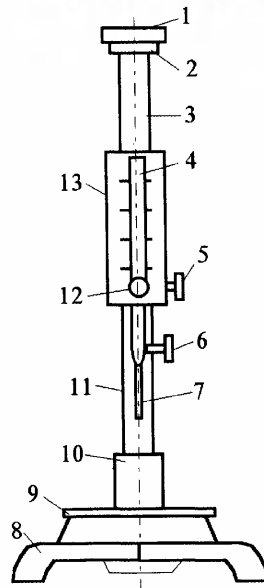


Рисунок 5.1 – Прилад Віка

Перед початком роботи прилад встановлюють строго горизонтально. На скляну пластину поміщають шаблон висотою 50 мм, до якого, послабивши стопор (5), підводять голку стрижня (3). Показчик (4) повинен збігатися з верхнім нульовим діленням шкали (13). Для регулювання положення показчика переміщують шкалу 13, послабивши гвинт (12). Закінчивши установку нульового положення стрижня, його піднімають вгору та фіксують стопором (5). На верхній майданчик стрижня встановлюють вантаж, щоб загальне зусилля на зразок становило $3,00 \pm 0,02$ Н. Зазвичай маса стрижня – 265 г, а голки – 7,5 г.

З глиняної маси в металевій формі виготовляють зразок діаметром 35 і висотою 50 мм, який встановлюють на майданчик під голку. Стрижень опускають до зіткнення голки з поверхнею зразка, відзначають положення стрілки-показчика і, звільнивши стопор 5, опускають голку в зразок.

Вважають, що тісто має нормальну формувальну консистенцію, якщо при зусиллі 3,00 Н голка опуститься на глибину 30–40 мм за 5 хв.

Випробування повторюють 3 рази, зміщуючи кожен раз зразок відносно попереднього отвору, утвореного голкою. Голку перед кожним зануренням протирають. Якщо голка занурюється на глибину 40 мм швидше, ніж за 5 хв, то масу доводять до робочого стану, підсушуючи або додаючи суху глину. Занадто суху масу (глибина занурення голки менше 30 мм) розбавляють водою (дозвожують).

Кількість води зачинення та повний вміст води у масі при нормальній робочій консистенції визначають на 5–6 пробах, відібраних у різних місцях пласта глини, методом висушування. Результати випробувань записують у таблицю за формою, що представлена при визначенні вологості.

5.3 Визначення максимальної молекулярної вологості

Формувальну вологість можна оцінити за величиною максимальної молекулярної вологості. Остання відповідає вмісту в глині зв'язаної води. Зв'язана вода утримується глинистими частинками навіть при дії значного тиску. Встановлено, що абсолютна формувальна вологість (вода зачинення) V_z (%) пов'язана з максимальною молекулярною вологостістю V_m (%) співвідношенням:

$$V_z = 1,7 \cdot V_m . \quad (5.3)$$

Устаткування та матеріали: гідравлічний прес, сталева форма, ніж, годинник, тканина, фільтрувальний папір, технічні ваги, сушильна шафа, тигельні щипці, ексикатор, бюкси, випробуваний матеріал.

Для випробування близько 50 г сухої подрібненої глини змішують з водою до кашкоподібного стану. З суміші в металевій формі виготовляють зразки діаметром 50 і висотою 2 мм. Надлишок маси видаляють ножем. Зразок поміщають між шматками тканини. Зверху і знизу кладуть по 20 аркушів фільтрувального паперу для видалення води. Зразок з папером поміщають між дерев'яними або металевими прокладками і стискають на гідравлічному пресі при тиску 6,5–7 МПа протягом 10 хв. Віджатиї глиняний коржик згинають вручну. Отримання крихкого коржу вказує на повноту водовіддачі і досягнення стану максимальної молекулярної вологості. Відбирають шматки коржа та визначають їх вологість методом висушування в сушильній шафі. Отримана величина абсолютної вологості відповідає максимальній молекулярній вологості.

Якщо віджатиї коржик гнеться, не ламаючись, то дослід повторюють, збільшуючи час прикладання тиску до 30 хв. За необхідності кожне наступне випробування проводять при подвоєні тривалості прикладання тиску.

Вологість, яка відповідає максимальній молекулярній вологості, визначають на двох паралельних зразках. Розбіжність між визначеннями не повинна перевищувати 0,5 % для глин низької та середньої пластичності і 1,5 – для високопластичних глин. За остаточний результат приймають середнє арифметичне визначень.

Контрольні запитання

1. На які характеристики впливає водопоглинання матеріалів?
2. Що таке водозачинення керамічної маси?
3. Які способи використовують при підготовці мас?
4. Для чого застосовують прилад Віка?
5. Що таке молекулярна вологість?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

ВИЗНАЧЕННЯ ПЛАСТИЧНОСТІ ГЛИН

6.1 Пластичність глин. Загальні відомості

Пластичністю називають здатність твердого тіла деформуватися при дії механічного навантаження без порушення цілісності та зберігати отриману форму після зняття навантаження. Пластичність глин пов'язана з кількістю доданої води – чим її більше, тим більш рухлива маса. Визначаючи вміст води, який необхідний для надання глині пластичних властивостей, можна оцінити пластичність. На цьому засновано більшість методів визначення пластичності глин і гліновміщуючих мас, що застосовуються в заводській практиці. Інша група методів передбачає визначення деформаційних параметрів маси: граничного напруження зсуву, в'язкості, еластичності і інших показників.

6.2 Визначення числа пластичності

Метод заснований на визначенні інтервалу вологостей, в межах якого маса має пластичний стан. Максимальне значення вологості, при якому глиняна маса зберігає надану їй форму, називається границею текучості W_t . При більшій вологості маса розтікається. Нижню межу називають границею розкочування (W_p). Нижче цієї вологості маса під дією навантаження руйнується як крихке тіло. Числом пластичності Pl (%) називають різницю між абсолютними вологостями границі текучості та границі розкочування:

$$Pl = W_t - W_p. \quad (6.1)$$

Глини за числом пластичності поділяють на 5 груп: високопластичні ($Pl > 25$), середньопластичні ($Pl = 15-25$), помірнопластичні ($Pl = 7-15$), малопластичні ($Pl < 7$) і непластичні, що не утворюють пластичного тіста.

Устаткування та матеріали: прилад Васильєва, технічні ваги, порцелянова ступка, порцелянова чашка, шпатель, сушильна шафа, бюкси, випробуваний матеріал.

Верхня межа пластичності (границя текучості) визначають на приладі Васильєва. Прилад (рис. 6.1) складається з штатива (1), в обоймі (6) якого вертикально переміщається стрижень (5) довжиною 240 і діаметром 12 мм з дерев'яним диском (2), що має заглиблення. У заглибленні встановлюють чашку (3) з масою діаметром 95 і глибиною 25 мм. Чашку кріплять тримачем (4). Стрижень фіксують гвинтом (7) на заданій висоті від поверхні плити (10). Гвинт (8) закріплює обмежувальне кільце (9), яке регулює висоту підйому стрижня. Маса падаючої частини приладу разом зі зразком повинна бути 400 ± 50 г.

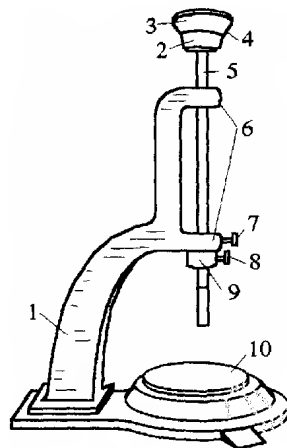


Рисунок 6.1 – Прилад Васильєва для визначення границі текучості пластичної маси

Для випробування беруть близько 100 г глини, висушують до повітряно-сухого стану та розтирають у фарфоровій ступці. Подрібнену глину просіюють до повного проходження крізь сито № 05. Близько 50 г глини поміщають в фарфорову або латунну чашку і заливають дистильованою водою, безперервно перемішуючи шпателем. Воду додають до одержання маси, дещо більш текучої, ніж в нормальному робочому стані. Масу рівномірно розподіляють по дну чашки шаром товщиною 15 мм і розрізають спеціальним шпателем (рис. 6.2) по діаметру так, щоб між її частинами утворилася канавка.

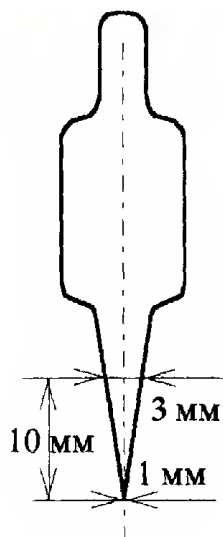


Рисунок 6.2 – Шпатель для розрізання маси

Чашку встановлюють на диск приладу і закріплюють. Стрижень піднімають на висоту 75 мм від плити і закріплюють. Потім стрижень звільняють і він, падаючи під власною вагою, ударяється об плиту. При ударі маса струшується, і її частини зближуються. Масу струшують тричі, спостерігаючи кожен раз за величиною просвіту. Межа текучості вважається досягнутою, якщо маса повністю змикається після третього удару (рис. 6.3). Якщо маса змикається раніше (після першого або другого удару), в неї додають 0,5–1 г сухої глини, ретельно перемішують і повторюють випробування. Якщо маса не зімкнулася після третього удару, її зволожують 0,5–1 г води. Воду або глину додають до тих пір, поки не буде досягнута необхідна консистенція маси.

Отримавши потрібний результат, відбирають 15–20 г маси для визначення вологості, відповідної границі текучості, висушуванням в сушильній шафі.

Частину маси, що залишилася, використовують для визначення межі розкочування. Для цього в масу додають 15–20 г сухої просіяної глини, ретельно перемішують, проминають і розкочують вручну в джгут діаметром 3 мм. Суху глину додають до тих пір, поки джгут при розкочуванні не почне розсипатися на окремі шматочки. Ці шматочки (15–20 г) збирають для визначення вологості, відповідної межі розкочування.

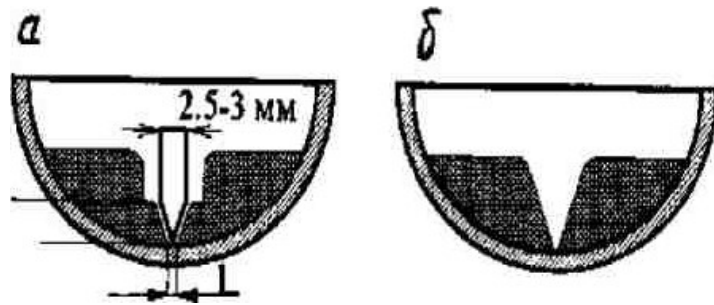


Рисунок 6.3 – Розподіл маси при визначенні границі текучості:
а – до струшування; б – після струшування

Випробування повторюють 2–3 рази. Результати записують в табл. 6.1.

Таблиця 6.1 – Найменування зразку (вказати назву матеріалу)

Межа пластичності	Номер бюкси	Маса бюкси, г			Маса матеріалу, г		Вологість, %	Число пластичності, Пл
		без наважки	з вологою наважкою	з сухою наважкою	вологого	сухого		
Верхня								
Нижня								

6.3 Визначення верхнього числа пластичності за допомогою балансного конусу

Устаткування і матеріали: прилад для визначення числа пластичності, технічні ваги, сушильна шафа, шпатель, бюкси, випробуваний матеріал.

Прилад (рис. 6.4) складається з балансного конусу (1) висотою 25 мм і кутом при вершині 30° з полірованою поверхнею. На висоті 10 мм від вершини конуса нанесена кругова мітка (3). Балансир утримує конус в вертикальному положенні. Він являє собою сталеве коромисло (2) з металевими вантажами загальною масою $76,0 \pm 0,2$ г.

Пластичне тісто укладають в чашку (4) діаметром 40 і висотою 20 мм. При заповненні чашки її періодично постукують по твердій поверхні

для запобігання захоплення повітря. Заповнену чашку встановлюють на підставку (6), поверхню загладжують шпателем. Конус змащують тонким шаром вазеліну, підносять до поверхні тіста та надають можливість конусу опускатися під вагою власної маси. Якщо конус протягом 5 с зануриться на глибину 10 мм, то консистенція маси відповідає верхній межі пластичності. Для отримання необхідної консистенції масу при необхідності підсушують, проминаючи на повітрі.

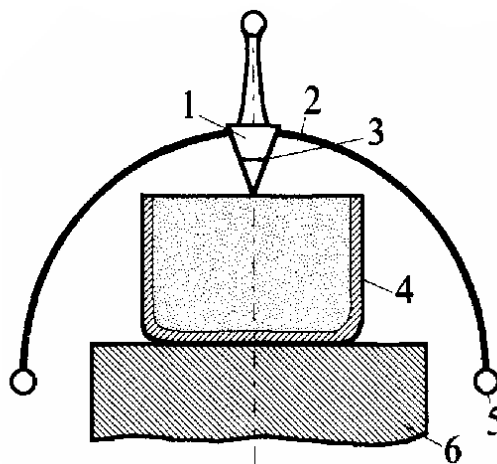


Рисунок 6.4 – Розподіл маси при визначенні

Вологість маси визначають на 2–3 пробах, висушуючи в сушильній шафі.

За границю межі розкочування приймають величину максимальної молекулярної вологоємності.

Контрольні запитання

1. Що таке пластичність глин?
2. На чому засноване визначення пластичності глинистої сировини?
3. Як поділяють глини за числом пластичності?
4. Для чого застосовують прилад Васильєва?
5. Як визначають пластичність за допомогою балансирного конусу?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

ВИЗНАЧЕННЯ СПУЧУВАННЯ ГЛИН

7.1 Загальні положення

Спучування – це збільшення при нагріванні об'єму матеріалу за рахунок утворення внутрішніх, переважно закритих пір.

Спучування глин може грати як негативну, так і позитивну роль. У глиномістких вогнетривких виробках (наприклад, шамотних) спучування небажано, оскільки порушує сталість об'єму і є ознакою неприпустимого перевипалу виробів. Це явище зазвичай фіксують при вивченні спікання глинистої сировини для встановлення гранично допустимої температури випалу.

Позитивну роль явище спучування глин грає в технології керамзиту – високопористого теплоізоляційного матеріалу.

Для ефективного спучування глинистих порід необхідно, щоб газовиділення усередині матеріалу, що випалюється, збігалось з його піропластичним (розм'якшеним) станом. Виділення газів відбувається в результаті реакцій розкладання і відновлення оксидів заліза при їх взаємодії з органічними домішками в глині або з добавками, що вводяться, а також за рахунок дегідратації слюдистих і інших мінералів, присутніх в глинах в якості домішок. Відновлення оксидів заліза сприяє також інтенсифікації процесу переходу глини з крихкого в піропластичний стан, оскільки при цьому утворюються більш легкоплавкі евтектики, притому в більшій кількості, оскільки з 1 моля Fe_2O_3 утворюється 2 моля FeO .

На спучування глин впливає їх хімічний, мінеральний і гранулометричний склад, вміст органічних домішок, режим нагрівання. Кращому спучуванню сприяють легкоплавкі оксиди лужних металів, органічні домішки або добавки, підвищений вміст гідрослюдистих глин, збільшення кількості тонких фракцій <1 мкм.

Тому для виробництва керамзиту використовують легкоплавку пластичну (глини і суглинки) і непластичну (аргіліти, алевроліти, сланці) сировину, що має здатність істотно збільшувати об'єм при швидкому нагріванні.

При оцінці таких глин визначають їх температурний інтервал спучування $t_{сп}$ і коефіцієнти спучування $K_{сп}$. Перший характеризує інтервал між температурою утворення спучених гранул з мінімальною щільністю і температурою початку спучування, при якій середня щільність керамзитових гранул становить $г/см^3$. Цей інтервал повинен становити не менше 30° . Другий показує, у скільки разів збільшився об'єм вихідних гранул після їх випалу при температурі спучування. $K_{сп}$ повинен бути більше чи рівним 2. За цим показником глини підрозділяють на низькоспучувані ($K_{сп} = 2-2,5$), середньо- ($K_{сп} = 4-5$) і високоспучувані ($K_{сп} > 7$).

7.2 Визначення коефіцієнту спучування

Температурний інтервал і коефіцієнт спучування визначають за ДСТУ Б В.2.7-14-94.

Устаткування та матеріали: форма для виготовлення гранул, сушильна шафа, штангенциркуль, мірний циліндр ємністю 10 мл і ціною поділки 0,1–0,2 мл, скляна воронка, технічні ваги, лабораторна піч, термopари, кварцові тиглі, тигельні щипці, годинник, ексикатор, гас, вода, кварцовий пісок або електроплавлений корунд, випробуваний матеріал.

З пластичного глиняного тіста нормальної робочої консистенції будь-яким способом виготовляють циліндричні гранули діаметром і висотою 16 мм. Для цього можна використовувати лабораторний стрічковий прес, на якому формують глиняний джгут діаметром 15–16 мм, потім джгут розрізають на циліндрики висотою 16–18 мм. Отримані гранули підсушують при кімнатній температурі протягом 5–6 год, а потім висушують до постійної маси в сушильній шафі при температурі 105–110 °С. Підготовку зразків проводять заздалегідь до дня виконання лабораторної роботи. Висушені гранули вимірюють металевою лінійкою або штангенциркулем по висоті і діаметру і обчислюють їх об'єм. Якщо гранули мають неправильну форму, то їх об'єм

визначають за допомогою об'ємометру або методом гідростатичного зважування в гасі. Результати вимірювань записують у журнал.

Нагрівають гранули за двоступінчастим режимом, що забезпечує максимально швидкий прогрів гранул до температури спучування при збереженні цілісності гранул. Таким чином, режим нагріву складається з витримки гранул при двох температурах: термopідготовки (попереднього нагріву) і остаточного випалу. Для знаходження температури термopідготовки гранул рекомендовано проводити випал при всіх можливих комбінаціях температур попереднього нагріву (200, 300, 400 і 500 °C) і температур остаточного випалу (1 140, 1 170 і 1 200 °C). Для кожного випробування беруть групу з трьох висушених гранул, поміщають їх в електропіч для термopідготовки і витримують протягом 20 хв при одній із зазначених вище температур, починаючи з нижньої. Потім підігріті гранули переносять в піч для випалу при одній з температур остаточного випалу, де їх витримують протягом 7 хв. Після охолодження визначають щільність кожної гранули за ГОСТ 9758-86 і обчислюють середнє арифметичне значення щільності. За температуру термopідготовки приймають температуру попереднього нагрівання, при якій після подальшого спучування при одній із зазначених вище температур гранули мають найменшу щільність. Таким чином, стандартний метод передбачає для визначення температури термopідготовки 12 дослідів, які потребують виготовлення не менше 36 зразків.

З метою скорочення тривалості експериментів і загального числа зразків в лабораторній роботі температуру термopідготовки можна встановити наступним чином. Три висушених гранули в кварцовому тиглі нагрівають протягом 20 хв в муфельній електропечі при температурі 200 °C, а потім поміщають на 7 хв в піч, розігріту до 1 140 °C. Якщо гранули не зруйнувались, то температуру термopідготовки приймають рівною 200 °C. Руйнування гранул свідчить про те, що температура попереднього випалу низька і в цьому випадку дослід необхідно послідовно повторити при більш високих температурах (300, 400 і 500 °C). Для термічної підготовки вибирають таку мінімальну температуру, кратну 100, після нагрівання при якій гранула, будучи перенесеної в піч з температурою 1 140 °C, не руйнується.

Остаточний випал для спучування гранул проводять в інтервалі температур 990–1 260 °С (верхню границю температури випалу обмежують початком оплавлення зразків) через кожні 30°. Для цього партію висушених і заміряних зразків (3 од.) Поміщають в кварцовий тигель, дно якого посипано грубозернистим кварцовим піском або електроплавленим корундом, нагрівають попередньо протягом 20 хв. при обраній температурі підготовки, а потім швидко переносять тигель з гранулами з муфеля в піч, розігріту до температури остаточного випалу. При цій температурі зразки випалюють протягом 7 хв, після чого тигель витягують і охолоджують до кімнатної температури. Візуально визначають ступінь оплавлення поверхні спучених гранул, зважують їх і визначають об'єм. При отриманні оплавлених гранул температуру остаточного випалу знижують на 10°.

Результати випробувань записують у журнал за формою, представленої нижче, і розраховують середню щільність ρ (г/см³) кожної гранули по формулі

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (7.1)$$

де m – маса спученої гранули, г;

V – її об'єм, см³.

Розбіжність між результатами паралельних визначень не повинна перевищувати 10 %, в іншому випадку випробування повторюють. За остаточний результат приймають середнє арифметичне значення результатів трьох паралельних визначень.

Інтервал спучування визначають графічно, для чого за результатами випробувань будують графік в координатах: середня щільність гранул, температура випалу. На рисунку 7.1 показаний приклад побудови графіка визначення інтервалу та температури спучування. Коефіцієнт спучування розраховують за відношенням об'ємів спучених і відформованих гранул, випалених при температурі спучування. Щоб не проводити додаткового експерименту при температурі спучування, яка визначається графічно, можна з допустимою похибкою прийняти її рівною температурі випробування, яка найближче знаходиться до дійсної температури спучування. Розбіжність між

результатами трьох паралельних визначень на повинна перевищувати 10 %, інакше випробування необхідно повторити. За остаточний результат приймають середнє арифметичне значення визначення коефіцієнта спучування трьох зразків.

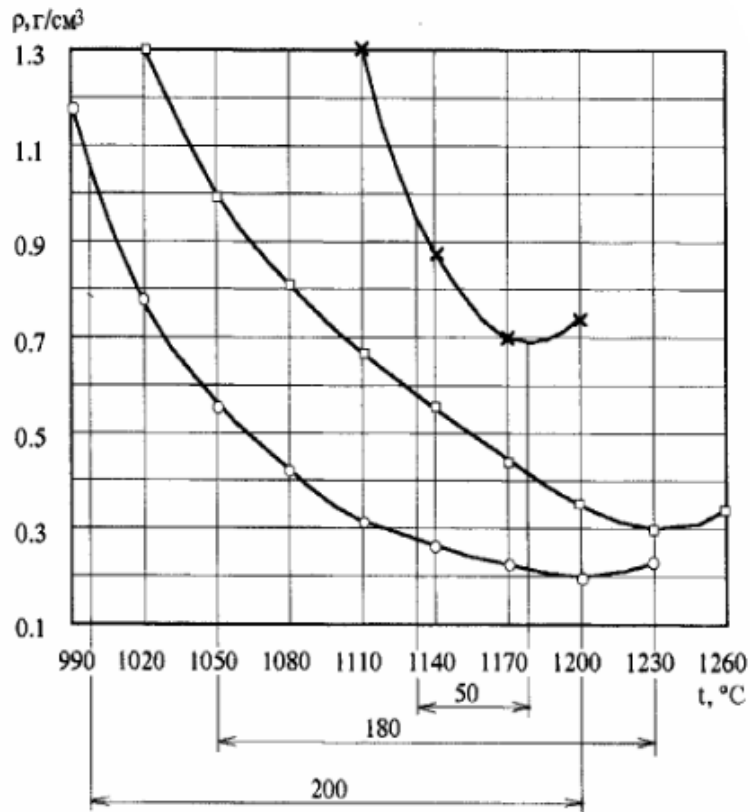


Рисунок 7.1 – Залежність середньої щільності ρ від температури для трьох різних глин

Результати досліджень заносяться до таблиці 7.1.

Таблиця 7.1 – Результати вимірювань

Номер зразків	Температура випалу, °C	Розмір зразків, см				Об'єм зразків, см ³		Маса зразків після спучування m, г	Середня щільність ρ , г/см ³
		до спучування		після спучування		до спучування, V ₀	після спучування, V		
		діаметр, d ₀	висота, h ₀	діаметр, d	висота, h				
1									

Контрольні запитання

1. Що спучування глини та як воно впливає на виготовлення виробів?
2. Що сприяє процесу спучування глини?
3. Як показники визначають при оцінці спучування глинистої сировини?
4. При яких температурах оцінюють спучування для глини?
5. Як графічно відображають та оцінюють спучування?

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Общая технология силикатов / Под ред. А. А. Пашенко. – Київ : Вища школа, 1983. – 406 с.
2. Технология эмали и защитных покрытий: учеб. пособие / Под ред. Л. Л. Брагиной, А. П. Зубехина. – Харьков : НТУ «ХПИ»; Новочеркасск: ЮРГТУ(НПИ), 2003. – 484 с.
3. Бутт Ю. М. Общая технология силикатов / Ю. М. Бутт, Г. Н. Дудеров, М. А. Матвеев, – Л. : Стройиздат, 1976. – 599 с.
4. Крупа А. А. Химическая технология керамических материалов / А. А. Крупа, В. С. Городов. – Киев : Вища школа, 1990. – 399 с.
5. Стрелов К.К. Технология огнеупоров: учебник для техникумов / К. К. Стрелов, И. Д. Кашеев, Ц. С. Мамикин. – М. : Металлургия, 1988. – 528 с.
6. Будников П. П. Химическая технология керамики и огнеупоров / П. П. Будников, Д. Н. Полубояринов. – М. : Стройиздат, 1972. – 551 с.
7. Захаров А. И. Основы технологии керамики / А. И. Захаров. – М. : РХТУ, 1999. – 80 с.
8. Химическая технология стекла и ситаллов / Под ред. Н. М. Павлушкина. – М. : Стройиздат, 1983. – 432 с.
9. Бутт Ю. М. Практикум по химической технологии вяжущих материалов / Ю. М. Бутт, В. В. Тимашев. – М. : Изд-во «Высшая школа», 1973. – 498 с.
10. Петцольд А. Эмаль и эмалирование: справочник. / А. Петцольд, Г. Пешманн. – М. : Металлургия, 1990. – 573 с.
11. Справочник по производству стекла / Под ред. И. И. Китайгородского. – М., 1963. – 1026 с.

Виробничо-практичне видання

Методичні рекомендації
до виконання лабораторних робіт
з навчальної дисципліни

**«ТЕОРІЯ ТА ПРАКТИКА ОДЕРЖАННЯ
ХІМІЧНИХ РЕЧОВИН І МАТЕРІАЛІВ»**

*(для студентів для студентів I курсу денної форми навчання
другого (магістерського) рівня вищої освіти
за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія)*

Укладачі: **ВОРОНОВ** Геннадій Костянтинович,
САВВОВА Оксана Вікторівна,
ФЕСЕНКО Олексій Ігорович,
СМИРНОВА Юлія Олегівна

Відповідальний за випуск *І. С. Зайцева*

За авторською редакцією

Комп'ютерне верстання *Г. К. Воронов*

План 2020, поз. 86 М.

Підп. до друку 15.07.2020. Формат 60 × 84/16.

Друк на ризографі. Ум. друк. арк. 2,0.

Тираж 50 пр. Зам. № .

Видавець і виготовлювач :

Харківський національний університет
міського господарства імені О. М. Бекетова,
вул. Маршала Бажанова, 17, Харків, 61002.
Електронна адреса : rectorat@kname.edu.ua

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи :

ДК № 5328 від 11.04.2017.