

Лабораторная работа №2

Определение числа пластичности глинистого сырья. Определение дисперсного состава сырьевых материалов

Общие сведения. Основой процесса пластического формования является способность глин, каолинов, бентонитов при увлажнении образовывать тестообразные массы, которые под действием внешних сил способны изменять форму без разрыва сплошности (образования трещин) и сохранять ее после снятия нагрузки. Такое свойство глинистых материалов называется пластичностью (от греч. *plastikos* – годный для лепки, податливый).

В пластических керамических массах взаимодействие между твердыми частицами глинистых минералов осуществляется через разделяющие их прослойки жидкости.

При приложении внешнего деформирующего усилия водные пленки, окружающие твердые частицы, действуют как смазка, облегчающая проскальзывание частиц относительно друг друга, в то время как связность обеспечивается силами молекулярного притяжения и поверхностного натяжения воды. В результате тело изменяет свою форму без нарушения сплошности и появления разрывов.

Таким образом, возникновению пластичности способствуют факторы, которые, с одной стороны, обеспечивают взаимопроскальзывание частиц, т. е. понижают трение между ними, что равнозначно уменьшению вязкости керамической массы; с другой стороны, пластичность масс тем выше, чем слабее связь между слоями при формовании, т. е. чем выше прочность массы на разрыв.

Пластичность в первую очередь зависит от гранулометрического состава глин. Установлено, что с повышением дисперсности глинистых материалов их пластические свойства увеличиваются; особенно сильно при этом влияет на пластичность содержание частиц менее 0,5 мкм. Запесоченность глин способствует понижению их пластичности.

В значительной степени на пластичность влияет минеральный тип глины. Наиболее пластичными считаются монтмориллонитовые глины, наименее – каолиновые.

Для оценки пластических свойств глин и керамических масс широкое распространение получил метод Васильева – Аттерберга, который основан на введении в глину большего или меньшего количества воды.

По своей физической сущности этот метод основан на определении способности глины связывать воду. Замечено, что чем пластичнее глина, тем шире интервал влажности, при котором она проявляет пластичность. Верхний предел влажности, при котором глина сохраняет пластические свойства, называют границей текучести W_T . При больших значениях влажности глиняная масса теряет способность сохранять форму – она течет. Нижний предел влажности глины именуют границей раскатывания W_P . Ниже этого предела глина приобретает хрупкие свойства. Разность между влажностями «границы текучести» и «границы раскатывания» количественно характеризует пластичность и называется числом пластичности P .

Физическое значение числа пластичности заключается в том, что оно указывает интервал изменения влажности, в котором глиняная масса сохраняет пластическое состояние. Наглядно это может быть проиллюстрировано зависимостью

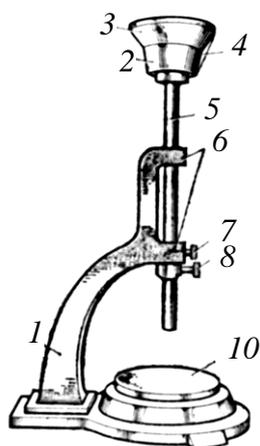
напряжения сдвига, характеризующего прочность глиняной массы, от ее влажности (рисунок 2.1).

При малых значениях влажности глина находится в хрупком состоянии. Дальнейшее увеличение влажности приводит к замедлению падения прочности, где наблюдается деформация образцов без разрыва сплошности. Это и есть то пластическое состояние, при котором глинистые частицы, обладая достаточными водными оболочками, имеют значительную сдвиговую подвижность, обеспечивая возможность их взаимного скольжения.

Дальнейшее увеличение толщины водных оболочек при увеличении влажности приводит к такому уменьшению сил межмолекулярного притяжения и капиллярного давления, что система неспособна выдерживать действие силы тяжести. Это явление характерно для вязкотекучего состояния.

По значению числа пластичности глины классифицируются, в соответствии с ГОСТ 21216.1, на пять групп: высокопластичные ($P > 25$), среднепластичные ($25 \geq P > 15$), умеренно пластичные ($15 \geq P > 7$), малопластичные ($7 \geq P > 3$) и непластичные (не образуют пластической пасты).

Определение границы текучести.



- 1 – станина; 2 – верхний диск;
3 – чашка; 4 – резиновый хомут;
5 – стержень; 6 – обойма;
7 и 8 – винты; 9 – опорная
плита

Рисунок 2.1 – Прибор Васильева для определения пластичности

Для испытаний берут пробу глины массой 100–150 г, высушивают, измельчают до полного прохождения через сито № 05. Отбирают навеску массой ~50 г в фарфоровую чашку и постепенно добавляют воду при постоянном перемешивании шпателем до получения густой однородной пластической массы. Массу равномерно распределяют по дну чашки слоем толщиной 10 мм и разрезают до дна специальным профильным шпателем так, чтобы между двумя ее равными частями образовалась канавка шириной 3 мм вверху и 1 мм внизу. Чашку 3 закрепляют на верхнем диске 2 прибора Васильева (рисунок 2.1) резиновым хомутиком 4. Стержень прибора 5, закрепленный в обойме 6 станины 1 прибора, должен быть поднят на высоту 75 мм от опорной плиты 9 и закреплен винтами 7 и 8. После этого стержень освобождают и предоставляют свободному падению на опорную плиту.

Масса в чашке встряхивается, а просвет между ее частями уменьшается. Данную процедуру выполняют трижды. Если после третьего падения разрезанные слои массы не соединились, в массу добавляют 0,5–1 мл воды, перемешивают, разравнивают и повторяют испытание. Если соединение пласта происходит после первого или второго удара, в массу добавляют 1,0–1,5 г сухой глины и повторяют определение. Испытание считается законченным, если после третьего удара стержня обе половинки массы сольются на протяжении 10–15 мм по длине разреза.

После окончания испытания отбирают навеску массой 25 г, помещают в высушенный и взвешенный бюкс и высушивают в сушильном шкафу или радиационной сушилке при 105–110°C до постоянной массы и определяют влажность глины.

Абсолютную влажность рассчитывают по формуле

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m_0} \cdot 100\% , \quad (2.1)$$

где m_0, m_1, m_2 – массы высушенного бюкса, бюкса с высушенной навеской и бюкса с влажной навеской соответственно, г.

Определение границы раскатывания.

В оставшуюся после предыдущего определения массу добавляют немного сухой глины до получения пластического теста и раскатывают на ровной поверхности жгут диаметром около 3 мм. Если при этом жгут сохраняет вязкость и пластичность, его собирают в комок, добавляют измельченной глины, проминают и вновь раскатывают до указанного диаметра. Раскатывание следует вести до тех пор, пока жгут из подсыхающей массы не начнет рассыпаться на отдельные кусочки размером 3–10 мм. От полученной массы отбирают навеску, помещают в высушенный и взвешенный бюкс, высушивают в радиационной сушилке и проводят определение и расчет влажности, соответствующей границе раскатывания (W_p).

Число пластичности Π определяют по формуле

$$\Pi = W_T - W_p. \quad (2.2)$$

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Запись определений составляют по форме таблицы 2.1.

Таблица 2.1 – Результаты определения числа пластичности

Определение W массы на границе	Номер бюкса	Масса бюкса, г			Абсолютная влажность, %	Число пластичности, %	Класс пластичности
		Без навески, m_0	С влажным материалом, m_2	С сухим материалом, m_1			
текучести							
раскатывания							

Для проведения испытаний необходимы: весы электронные, сушильный шкаф с терморегулятором или радиационная сушилка, прибор конструкции Васильева, бюксы, специальный профильный шпатель, сито с сеткой 05, ступка с пестиком, фарфоровая чашка.

2.4.1. Ситовой анализ

Общие сведения. Керамическая технология предъявляет жесткие требования к зерновому составу исходных компонентов. Размер частиц во многих случаях является решающим фактором, определяющим технологические свойства сырья и формовочных масс, которые, в свою очередь, влияют на выбор технологии подготовки сырья, перемешивания компонентов и формования полуфабриката. Кроме того, зерновой состав массы оказывает непосредственное влияние на скорость диффузии влаги при сушке и определяет методы и режимы сушки изделий. И наконец, процессы спекания керамики, движущей силой которых является сво-

бодная поверхностная энергия частиц на границе раздела фаз, также будут зависеть от гранулометрического состава исходных компонентов. Текстура обожженных изделий и их свойства будут во многом определяться исходным зерновым составом формовочных масс.

Зерновой состав – это функциональная зависимость между размером частиц и их количеством

$$Q = f(x), \quad (10)$$

где x – размер частиц, Q – процентное содержание частиц данного размера.

Основными характеристиками зернового состава являются:

– *фракция* – это совокупность частиц, размеры которых находятся в строго заданных пределах. Например, фракция 1–2 мм содержит частицы $1 \leq x_i \leq 2$ мм;

– *остаток на сите* (выход по плюсу) – $q_x, \%$ – количество частиц, размеры которых превышают заданный размер;

– *прохождение через сито* (выход по минусу) – $Q_x, \%$ – количество частиц, размеры которых меньше заданного размера.

Тогда

$$Q_x + q_x = 100\%, \quad (11)$$

где x – размер ячейки сита.

– *удельная поверхность* – $S, \text{ см}^2/\text{г}, \text{ м}^2/\text{г}$ – это суммарная поверхность всех частиц, содержащихся в единице массы материала.

Между удельной поверхностью (S) и средним размером частиц (x) существует зависимость $S = 6 / (\rho \cdot x)$, где ρ – плотность материала.

Зерновой состав порошков можно выразить в виде таблицы количественного содержания частиц разного размера, аналитической зависимостью, а также в виде графиков в координатах: количество – размер частиц.

Все известные методы анализа зернового состава можно разделить на две группы – прямые и косвенные.

Прямые методы позволяют непосредственно установить размер и содержание частиц в материале. К ним относятся ситовой анализ, метод подсчета частиц различных размеров под микроскопом и электронно-микроскопический метод с обработкой микрофотографий.

Косвенные методы позволяют установить размер частиц по какому-либо косвенному признаку: массе, скорости оседания в воде или другой жидкости, способности к набуханию, отражению света и т.д.

Ситовой анализ является одним из наиболее распространенных в керамической технологии, особенно для частиц с размером более 0,1 мм. Такие материалы с достаточной степенью точности можно разделить на ряд фракций и определить их количество. При уменьшении размера частиц до 0,1 мм и менее за счет возрастания сил адгезии и слипания частиц точность определения значительно уменьшается. Она также зависит от влажности материала, продолжительности просеивания и качества сит.

Существуют три типа сит: штампованные (пробивные), плетеные и тканые. Номера сеток в ситах, нормированных по ГОСТ 3584, соответствуют размеру стороны ячейки в свету в мм и, таким образом, характеризуют максимальный размер

просеявшихся частиц. Если размер сита менее 1 мм, то запятую в обозначении номера сит не ставят (таблица 2.2).

Таблица 2.2 – Характеристика сит по ГОСТ 3584

Номер сита	Размер отверстий, мм	Количество отверстий на 1 см ²	Номер сита	Размер отверстий, мм	Количество отверстий на 1 см ²
5,0	5,0	2,7	028	0,28	566
4,0	4,0	4	025	0,25	729
3,3	3,3	5,8	0224	0,224	847
2,8	2,8	7,8	02	0,2	980
2,5	2,5	11,2	018	0,18	1109
2	2	16	016	0,16	1482
1,6	1,6	22	014	0,14	1829
1,25	1,25	37,2	0125	0,125	2381
1	1	51	0112	0,112	2714
09	0,9	59,1	01	0,1	3906
08	0,8	83	009	0,09	4435
07	0,7	100	008	0,08	5914
063	0,63	116	0071	0,071	6823
056	0,56	151	0063	0,063	9428
05	0,5	177	0056	0,056	10858
045	0,45	237	005	0,05	13526
04	0,4	320	0045	0,045	15252
0355	0,355	376	004	0,04	20420
0315	0,315	445			

Сетки нормированных сит изготавливают из термически обработанной проволоки бронзы, латуни, низкоуглеродистой и нержавеющей стали. Количество отверстий в сите будет зависеть от толщины проволоки. В табл. 7 приведено число ячеек на 1 см² для нормальной плотности сетки.

В технической и научной литературе, на производстве можно встретить обозначения иностранных систем сит (чаще немецкой по DIN № 1171). В этой системе номер сит равен числу отверстий на 1 погонный см, т. е. квадрат числа, обозначающего номер сита, дает число отверстий на 1 см² (таблица 2.3).

Таблица 2.3 – Характеристика шкалы немецкой стандартной системы сит (DIN № 1171)

Номер сита	Размер отверстий, мм	Количество отверстий на 1 см ²	Номер сита	Размер отверстий, мм	Количество отверстий на 1 см ²
1	6	1	20	0,3	400
2	3	4	24	0,25	576
3	2	9	30	0,2	900
4	1,5	16	40	0,1	1600
6	1,02	36	50	0,12	2506
8	0,75	64	60	0,102	3606
10	0,6	100	70	0,068	4900
11	0,54	121	80	0,075	6400
12	0,49	144	90	0,066	8100
16	0,38	256	100	0,06	10000

Номера американских сит (по системам Тэйлора и бюро стандартов США) соответствуют числу отверстий (меш) на 1 погонный дюйм (2,54 см). Система Тэйлора построена таким образом, что размеры отверстий соседних номеров находятся в соотношениях $1 : \sqrt{2}$ и $1 : \sqrt[4]{2}$. За основу взято сито № 200 (размер отверстия 0,074 мм). Система бюро стандартов США за основу берет сито № 18 (размер отверстий 1 мм) с теми же модулями перехода в ряду номеров сеток.

Таким образом, сопоставляя характеристики сит различных классификаций можно отметить, что отечественному сити 0063 приблизительно соответствует сито № 100 по классификации DIN № 1171, № 250 по шкале Тэйлора и № 230 по шкале бюро стандартов США (приложение 3).

При необходимости экспериментального определения размера отверстий сит при неизвестном его номере пользуются микроскопом или лупами с миллиметровыми делениями. Мелкие сита проверяют с помощью проекционных установок, увеличивающих изображение сита на экране, и масштабного измерителя. Кратность увеличения изменяется в зависимости от размера ячейки сита и составляет от 50 до 1000 раз.

Проведение анализа. Анализируемая проба порошкообразного материала (шлака, шамота, песка, полевого шпата, аглопоритового песка и т. д.) должна быть высушена до постоянной массы. Методом средней пробы отбирается около 200 см^3 порошка и взвешивается с точностью до 0,01 г.

Подбирается набор из сит с размером отверстий от 10 до 0,1 мм. Максимальный размер сита сопоставляется с максимальным размером частиц исследуемого порошка. Сита должны быть чистыми и сухими. Сита собираются в колонку с последовательным уменьшением размера ячейки сит. Под колонкой устанавливается поддон, сверху накрывают крышкой. Пробу материала помещают на верхнее самое крупное сито и осуществляют просеивание материала. Рассев можно осуществить механическим и ручным способами. При механическом отсеиве используют лабораторную машину, создающую вращательные и колебательные движения сит в горизонтальной плоскости, вибрацию или движения сит по сложной траектории.

При ручном просеивании сита рекомендуется встряхивать в наклонном положении при постепенном поворачивании их вокруг центральной оси. Просеивание производить не менее 1–2 мин. Окончание процесса можно проконтролировать, встряхивая сита над листом чистой бумаги.

Затем остатки на отдельных ситах и поддоне взвешивают с точностью до 0,1%. Частный остаток на сите ΔQ , Δq рассчитывают по формуле

$$\Delta Q = (m_i / m_o) \cdot 100\%, \quad (12)$$

где m_i – масса остатка на данном сите; m_o – масса исходной пробы.

Для получения интегральной характеристики q_x для данного размера ячейки сита «X» суммируют все частные остатки на ситах с размером ячейки «X» и выше. Тогда Q_x находится из выражения $Q_x = 100 - q_x$. Фракция определяется размерами ячеек соседних сит, средний размер X_{cp} рассчитывается как среднее арифметическое между размерами ячеек соседних номеров сит. Полученные экспериментальные и расчетные данные заносятся в форму таблицы 2.4

Таблица 2.4 – Характеристика зернового состава исследуемого порошка

Размер ячейки сита, X , мм	Прохождение через сито, Q_x , %	Полный остаток на сите q_x , %	Фракция, мм	ΔX , мм	X_{cp} , мм	Частный остаток $(\Delta Q, \Delta q)$, %	Функция $F = \Delta Q / \Delta x$

На основании табличных данных строят интегральные и дифференциальные кривые зернового состава в координатах $X - Q_x(q_x)$,

$$X_{cp} - \Delta Q / \Delta X, X_{cp} - \Delta Q(\Delta q).$$

Исходя из процентного содержания отдельных фракций можно рассчитать приближенно средний размер частиц исследуемого порошка по формуле

$$X_{cp} = \frac{X_{cp1} \cdot \Delta Q_1 + X_{cp2} \cdot \Delta Q_2 + \dots + X_{cpn} \cdot \Delta Q_n}{100}$$

На основании этого можно найти приближенную удельную поверхность материала по формуле: $S = 6 / (\rho \cdot X_{cp})$, см²/г. Плотность материала принимают по справочным данным или в случае необходимости определяют опытным путем.

По результатам определений можно сделать выводы о зерновом составе исследуемой пробы порошка и возможности его использования в технологии для приготовления керамических масс. Делается заключение о достаточности или недостаточности степени дисперсности порошка и необходимости дополнительного измельчения с предложением рациональной технологической схемы помола данного материала.

Для проведения испытаний необходимы: набор сит с размером отверстий от 10 до 0,25 мм; весы технические; разновес; чашки фарфоровые.