

Лабораторная работа №3

Определение влажности, вязкости, текучести, загустеваемости и скорости набора черепка керамических шликеров

Общие сведения. Литье является одним из древнейших и в то же время современным способом формования в технологии керамики, обеспечивающим получение крупногабаритных, тонкостенных, разнотолщинных изделий сложной формы, а также тонких пленок. При литье упрощается технология производства изделий за счет исключения некоторых технологических операций, метод не требует сложного оборудования, возможно использование малопластичных и непластичных масс.

Однако процесс литья связан с ручным трудом и необходимостью применения специальных форм, что отражается на производительности. Для этого метода характерны достаточно большие возвратные потери.

Для получения изделий литьем используются текучие суспензии (шликеры), содержащие дисперсионную среду (вода, парафин и др.), а также распределенную в ней во взвешенном состоянии дисперсную фазу. Соотношение между твердой и жидкой фазами в керамических шликерах обычно колеблется от 3:7 до 7:3.

К литейным шликерам, независимо от их природы и технологии последующего литья, предъявляются общие требования:

- оптимальное количество связующего;
- хорошая текучесть при относительно низком содержании связующего;
- агрегативная устойчивость, отсутствие агрегирования, коагулирования и оседания;
- высокая фильтрующая способность;
- отсутствие химического взаимодействия между дисперсионной средой и дисперсной фазой.

Наиболее распространенным способом изготовления керамических изделий из жидкотекучих масс является литье водных шликеров в пористые формы.

К основным характеристикам водных шликеров относятся плотность, содержание связки (влажность) по массе и объему, текучесть, вязкость, коэффициент загустеваемости, скорость набора черепка в пористой форме.

Влажность шликера – это отношение массы воды к массе дисперсной системы, выраженное в %.

Текучесть количественно представляет величину, обратную вязкости. Для характеристики керамических суспензий используют так называемую условную вязкость, выражаемую временем истечения определенного объема шликера через отверстие заданного диаметра.

Относительная вязкость – это соотношение времени истечения шликера ко времени истечения такого же объема воды при одинаковых условиях и выражается в градусах Энглера (°E).

Коэффициент загустеваемости – это отношение условных вязкостей шликеров, выдержанных в покое после выстаивания в течение 30 мин и 30 с соответственно. Довольно часто в производстве время истечения 100 мл шликера после выстаивания в течение 30 с при определении на вискозиметре Энглера называют первой текучестью (T_1), а после 30 мин – второй текучестью (T_2), таким образом коэффициент загустевания будет равен

$$K_3 = T_2 / T_1.$$

Коэффициент загустевания применяют для характеристики подвижности шликера, залитого в гипсовые или другие пористые формы.

Загустевание происходит вследствие тиксотропного упрочнения содержащей массы в процессе переориентировки частиц глины и молекул воды при длительном выстаивании шликера и образования прочной коагуляционной структуры.

При заливке шликера в пористую форму под ее отсасывающим действием в дисперсной системе возникают микропотоки частиц, в результате чего начинается осаждение твердой фазы на внутренней поверхности формы при одновременном поглощении жидкой фазы ее порами. При этом частицы принимают уплотненное ориентированное расположение в пристеночном слое (большими плоскостями параллельно стенке). В дальнейшем фильтрация идет через набравшийся слой, процесс удаления влаги замедляется, а частицы внутренних слоев располагаются неориентированно (анизотропно), что приводит к снижению плотности внутренних слоев отливки.

Процесс образования частично обезвоженного уплотненного слоя материала на внутренней стенке пористой формы в керамической технологии называется *набором черепка*.

Литье изделий в пористые формы является, по существу, процессом фильтрования, происходящим в трехслойной системе: шликер – уплотненный слой – гипсовая форма. При этом пористость последней имеет исключительное значение, поскольку процесс образования черепка обеспечивает капиллярное давление, создающее мениски воды в порах гипсовой формы.

Образование слоя массы протекает тем медленнее, чем мельче частицы массы и чем выше содержание пластичных компонентов. Тонкодисперсные глинистые частицы забивают поры формы, уменьшая её фильтрационную способность. Отливки из высокопластичных масс долго подсыхают и плохо отделяются от формы. Напротив, с повышением содержания непластичных составляющих менее гидрофильных и с большим размером частиц можно ускорить образование пристеночного слоя массы, что обусловлено значительным повышением влагопроводности системы и скорости процесса фильтрации.

Температура также влияет на скорость образования массы. При повышении температуры шликера от 20 до 50°C скорость образования массы, в зависимости от степени ее охлаждения в процессе литья, возрастает от 50 до 100%. Это объясняется тем, что при повышении температуры понижается вязкость воды и она быстрее отсасывается через набранный слой массы в гипсовую форму.

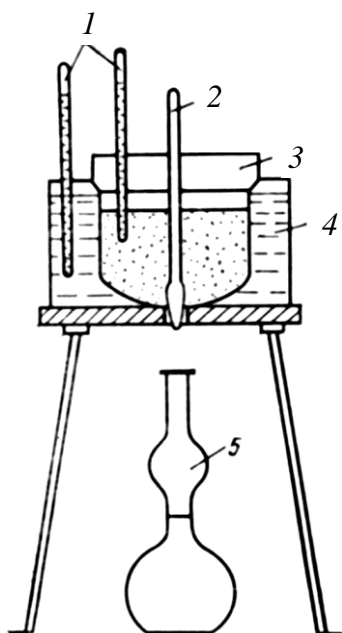
На практике формы часто подогревают до 60°C, что более чем в 2 раза ускоряет набор стенки изделия.

Скорость водоотдачи шликера в пористую форму и соответственно скорость увеличения толщины набираемого слоя определяют время отливки и являются важными характеристиками шликера. Они играют существенную роль при сравнении различных шликеров, а также при выборе оптимальных условий разжижения, а также позволяют оценить работоспособность литейных форм.

Проведение анализа.

Определение показателей влажности, текучести и условной вязкости шли-

кера. Для определения влажности керамических шликеров используют различные методы. Наиболее простым и в то же время точным является определение влажности по потере массы шликера при его высушивании.



- 1 – термометр; 2 – штырь-пробка;
3 – внутренний сосуд;
4 – термостат; 5 – мерный
сосуд-приемник

Рисунок 3.1 – Вискозиметр Энглера

Порцию шликера (20–50 г) помещают в предварительно взвешенную чашку, бюкс или другую емкость и определяют их общую массу. Затем пробу подвергают сушке до постоянной масс в сушильном шкафу (2–4 ч) или радиационной сушилке (10–30 мин). Влажность шликера рассчитывают по формуле:

$$W = \frac{m_b - m_c}{m_b - m_o} \cdot 100\%, \quad (3.1)$$

где m_b – масса бюкса с влажной пробой; m_c – масса бюкса с сухой пробой; m_o – масса пустого бюкса.

Для определения текучести и условной вязкости в керамической технологии широко используют несложный прибор типа вискозиметра Энглера.

Вискозиметр Энглера состоит из двух цилиндрических медных или латунных сосудов, вставленных один в другой (рисунок 3.1) Внутренний сосуд – цилиндрический резервуар с дном, имеющим вид шарового сегмента. В центре дна имеется конусное выходное отверстие, которое закрывается плотно притертым металлическим или деревянным штырем с конусным концом. К внутренним стенкам сосуда прикреплены на одном уровне три заостренных штифта – указатели высоты уровня шликера. С помощью штифтов контролируют также горизонтальность положения вискозиметра при заливке суспензии. Наружный сосуд служит водяной баней (термостатом) для поддержания заданной температуры шликера, которую контролируют термометром. В некоторых случаях применяют вискозиметр Энглера без наружного резервуара.

Перед испытанием на текучесть приготовленный шликер энергично перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником и переливают в тщательно промытый и насухо вытертый внутренний сосуд вискозиметра Энглера. Объем заполнения шликера контролируется штифтами. Шликер выдерживают в состоянии покоя в течение 30 с. Затем открывают выпускное отверстие, под которое подставляется колба или стакан с отметкой на уровне, соответствующем объему 100 мл. Скорость истечения (в с) фиксируется по секундомеру, который включается одновременно с касанием дна колбы выходящей из отверстия струей шликера и останавливается при достижении уровня суспензии метки на мерной колбе. В тот же момент отверстие вискозиметра закрывают штырем во избежание переполнения колбы шликером.

Определение текучести шликера повторяют несколько раз и берут среднее значение. Среднее время истечения для нормально приготовленных шликеров со-

ставляет: для фарфоровых масс – 10 с, полуфарфоровых – 15 с, фаянсовых – 20 с.

По результатам определения текучести и вязкости шликера делают заключение о реологических свойствах шликера и необходимости их корректировки.

Определение коэффициента загустеваемости шликеров. Испытания проводят на шликере с нормальной текучестью.

Подготовленный шликер (120–150 мл) помещают в промытый и насухо вытертый внутренний сосуд вискозиметра Энглера и выдерживают в спокойном состоянии в течение 30 с.

Поместив под выпускное отверстие вискозиметра мерную колбу с отметкой на объеме 100 мл, поднимают деревянный или металлический штырь, освобождая выпускное отверстие вискозиметра, и засекают время по секундомеру, определяя время заполнения мерной колбы до метки, что соответствует первой текучести T_1 .

При определении времени истечения следует сделать не менее трех параллельных измерений и из них вычислить среднее значение.

Аналогичные испытания проводят для шликера после выстаивания в вискозиметре в течение 30 мин и определяют вторую текучесть T_2 .

Рассчитывают коэффициент загустеваемости как отношение

$$K_3 = T_2 / T_1 \quad (3.2)$$

По показанию коэффициента загустеваемости оценивают технологические свойства шликера.

Для высококачественных шликеров, применяемых в тонкой керамике, коэффициент загустеваемости находится в пределах 1,8–2,2.

Большая величина K_3 свидетельствует об излишней тиксотропии шликера, меньшая – о его излишней текучести, что осложняет процесс отливки изделий и требует корректировки литейных свойств шликера.

Для проведения испытаний необходимы: электронные весы, бюксы, сушильный шкаф или радиационная сушилка, вискозиметр Энглера, мерная колба или мерный стакан вместимостью 150 мл, секундомер, фарфоровый стакан вместимостью 500 мл, сито с сеткой 05, термометр.

Определение скорости набора черепка. Зависимость скорости образования пристеночного слоя на пористой форме имеет сложный характер. В начальный момент соприкосновения литейного шликера с высушенной поверхностью гипсовой формы отсос воды происходит наиболее интенсивно, и скорость набора массы в это время максимальна. Затем форма постепенно насыщается водой, и ее поглощательная способность уменьшается. Кроме того, образующийся слой массы оказывает основное сопротивление процессу водоотдачи шликера. Вследствие этого скорость фильтрации и набора массы постепенно снижается во времени.

Скорость набора массы из шликера можно определять методами с использованием гипсовых стержней.

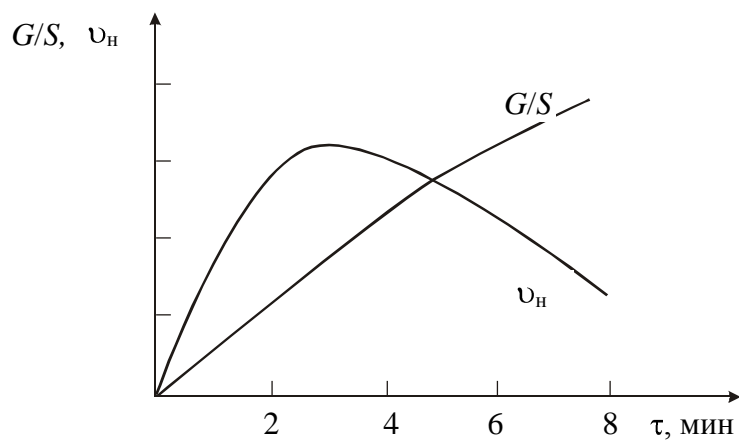


Рисунок 3.3 – Зависимость набора массы и скорости набора массы от времени

Для проведения испытаний необходимы: набор гипсовых стерженьков; штангенциркуль; весы электронные; шкаф сушильный с терморегулятором; секундомер; сосуд для шликера; стекло часовое – 3–5 шт.; штатив.