

## Лабораторная работа №4

### Определение плотности, пористости и водопоглощения

**Общие сведения.** Любой керамический материал – это, как правило, сочетание твердого вещества (кристаллического и стекловидного) с пустотами – порами. Объем пор, их размеры и характер распределения оказывает значительное влияние на ряд свойств керамических изделий и материалов. Так, например, механическая прочность керамики зависит не только от общей пористости, но и от размера пор, равномерности их распределения. Бесспорно, что с увеличением пористости механическая прочность керамики уменьшается за счет увеличения дефектности структуры и снижения прочности связей. Установлено, что объем пор, заполненных водой, определяет морозостойкость строительной керамики; количество, размер и характер распределения пор во многом определяют шлакоустойчивость огнеупорной футеровки печей; пористость влияет на теплопроводность и звукопроводность керамических материалов.

Поры в керамике имеют разнообразную форму, очертания, неравномерно распределены по объему, поэтому полную характеристику пористости получить чрезвычайно трудно, даже при использовании современных поромеров. Несмотря на разнообразие форм, поры можно подразделить на закрытые поры (недоступные для проникновения в них жидкости и газа) и открытые, которые в свою очередь делятся на тупиковые (заполняемые жидкостью и газом, но не влияющие на проницаемость керамики) и каналобразующие (открытые с обоих концов поры, создающие поровые каналы).

Поскольку прямые методы измерения пористости материалов чрезвычайно сложны, то в технологии керамики этот показатель часто оценивают путем определения других свойств, непосредственно зависящих от пористости. К таким показателям относятся плотность материала (истинная, кажущаяся, относительная) и водопоглощение.

*Истинная плотность* ( $\rho_{и}$ ) является физической константой для индивидуального вещества и зависит от его строения. Для керамики эта величина зависит от плотности упаковки атомов в кристаллах и химического состава стекловидной фазы. Истинная плотность  $\rho_{и}$  определяется как отношение массы материала к его объему без учета пор и выражается в  $\text{кг/м}^3$ ,  $\text{г/см}^3$ .

*Кажущаяся плотность* ( $\rho_{к}$ ) – это отношение массы тела ко всему занятому им объему, включая поры (выражают ее также в  $\text{кг/м}^3$ ,  $\text{г/см}^3$ ).

*Относительную плотность* ( $\rho_{отн}$ ) определяют как отношение кажущейся плотности к истинной (выражают в долях единицы или в процентах). Она представляет объемную долю твердого вещества в материале.

*Водопоглощение* – это отношение массы воды, поглощенной керамическим телом при полном насыщении, к массе сухого образца. Водопоглощение обозначают буквой В и выражают в %. Этот показатель часто используют в производственных условиях для характеристики степени спекания, качества изделий и соответствия требованиям стандарта.

Измерив вышеуказанные характеристики, можно оценить общую, открытую и закрытую пористость керамики.

*Истинная или общая пористость* – суммарный объем всех пор открытых и

закрытых, выраженный в процентах к общему объему материала. Эта величина обозначается  $\Pi_{и}$  и численно равна сумме закрытой и открытой пористости.

*Кажущаяся* или *открытая пористость* – это отношение объема всех открытых пор тела (заполняемых водой при кипячении) ко всему объему материала, включая объем всех пор. Величину обозначают через  $\Pi_{к}$  ( $\Pi_{о}$ ) и выражают в %.

*Закрытая пористость* – это отношение объема всех замкнутых пор тела к его объему, включая объем всех пор; обозначают ее через  $\Pi_{з}$  и выражают в %.

Между указанными параметрами керамических изделий и материалов, исходя из указанных определений, существует взаимосвязь, которая может быть выражена следующими формулами:

$$\rho_{и} = m / v_m ; \rho_{к} = m / v ; \rho_{отн} = (\rho_{к} / \rho_{и}) \cdot 100\%, \quad (4.1)$$

где  $\rho_{и}$ ,  $\rho_{к}$  – плотность материала: истинная, кажущаяся, соответственно,  $\text{кг}/\text{м}^3$ ,  $\rho_{отн}$  – относительная плотность, %,  $v_m$  – объем материала (твердого вещества без пор),  $\text{м}^3$ ;  $v$  – объем материала, включая поры,  $\text{м}^3$ ;  $m$  – масса материала, кг.

$$\Pi_{и} = (v_n / v) \cdot 100 ; \Pi_{к} = (v_o / v) \cdot 100 ; \Pi_{з} = (v_з / v) \cdot 100 ; \quad (4.2)$$

$$\Pi_{и} = \Pi_{з} + \Pi_{к} ; \Pi_{и} = ((v - v_m) / v) \cdot 100 ; \quad (4.3)$$

где  $\Pi_{и}$ ,  $\Pi_{к}$ ,  $\Pi_{з}$  – пористость материала истинная, кажущаяся, закрытая, %,  $v_n$  – объем всех пор,  $v_o$  и  $v_з$  – объем открытых и закрытых пор соответственно.

$$\rho_{к} = \rho_{и} (1 - (\Pi_{и} / 100)), \text{ откуда } \Pi_{и} = ((1 - (\rho_{к} / \rho_{и})) \cdot 100, \\ \text{или } \Pi_{и} = (1 - \rho_{отн}) \cdot 100. \quad (4.4)$$

$$\Pi_{к} = V \cdot \rho_{к}.$$

Зная истинную и открытую пористость, можно найти закрытую пористость из выражения  $\Pi_{з} = \Pi_{и} - \Pi_{к}$ .

В случае, если закрытые поры практически отсутствуют, величины  $\rho_{и}$ ,  $\rho_{к}$  и  $V$  связаны следующей приблизительной зависимостью:

$$\rho_{к} = \rho_{и} (1 - (\Pi_{к} / 100)) ; V = 100 ((1 / \rho_{к}) - (1 / \rho_{и})); \quad (4.5)$$

Таким образом, измерив плотность и водопоглощение керамики, можно косвенно оценить все виды ее пористости.

### **Проведение анализа.**

Определение истинной плотности керамических образцов. Для определения истинной плотности керамики и других материалов наибольшее распространение получил пикнометрический метод. Сущность этого метода заключается в измерении объема жидкости, вытесненной пробой испытуемого материала из сосуда с известной вместимостью. В качестве жидкой среды чаще всего используют дистиллированную воду.

Отобранную среднюю пробу материала в количестве 15–20 г измельчают в агатовой ступке до полного прохождения через сито 0,2. Используемые пикнометры очищают и высушивают. Определяют массу сухих пикнометров на аналитических весах.

Плотность определяют параллельно на двух навесках в двух пикнометрах. Из высушенной измельченной пробы отбирают по 5–8 г материала и через во-

ронку засыпают его в предварительно взвешенные, высушенные пикнометры. Взвешивают пикнометры с пробами на аналитических весах. Необходимо следить за тем, чтобы на наружных поверхностях пикнометра не было частиц материала. По разности масс пикнометра, наполненного материалом и пустого, определяют точную массу навески образцов материала. Затем в пикнометры до половины объема заливают дистиллированную воду, при этом необходимо снять частицы материала с горлышка пикнометра. Пикнометры подвергают кипячению на песчаной бане в течение 25–30 мин.

Необходимо следить за тем, чтобы вода при кипячении не выплескивалась из пикнометров, так как это может принести к потере материала и к значительной ошибке опыта.

После кипячения пикнометры охлаждают до комнатной температуры, после чего доливают водой до метки, удаляя жгутиком из фильтровальной бумаги избыток жидкости и взвешивают на аналитических весах. Затем содержимое пикнометров выливают, тщательно промывают, заполняют дистиллированной водой до метки и определяют их массу на аналитических весах. Все взвешивания производят с точностью до 0,0002 г. Результаты определений заносят в таблицу по прилагаемой форме (таблица 4.1).

Таблица 4.1 – Экспериментальные и расчетные данные

№ пик-нометра	Масса пикнометра, г				Масса пробы, $m$ , г ( $m_2 - m_1$ )	Объем пробы $v$ , $\text{см}^3$	Истинная плотность $\rho_{\text{и}}$ , $\text{г/см}^3$ ( $\text{кг/м}^3$ )	Средняя величина истинной плотности, $\rho_{\text{ср}}$ , $\text{г/см}^3$ ( $\text{кг/м}^3$ )
	пустого, $m_1$	с пробой, $m_2$	с пробой и водой, $m_4$	с водой, $m_3$				

Объем пробы керамического материала и его истинную плотность рассчитываем по формулам:

$$v = ((m - (m_3 - m_4)) / \rho_{\text{ж}} = ((m_2 - m_1) - (m_3 - m_4)) / \rho_{\text{ж}}; \quad (4.6)$$

$$\rho_{\text{и}} = m / v = (m \cdot \rho_{\text{ж}}) / ((m - (m_3 - m_4)) = ((m_2 - m_1) \cdot \rho_{\text{ж}}) / ((m_2 - m_1) - (m_3 - m_4)), \quad (4.7)$$

где  $m$  – масса навески используемого материала, г;  $m_1$  – масса пикнометра, г;  $m_2$  – масса пикнометра с пробой, г;  $m_3$  – масса пикнометра с пробой и жидкостью, г;  $m_4$  – масса пикнометра с жидкостью, г;  $\rho_{\text{ж}}$  – плотность использованной жидкости,  $\text{г/см}^3$  (для воды и температуры  $20^\circ\text{C}$   $\rho_{\text{ж}} = 0,998 \text{ г/см}^3$ ).

Плотность материала определяют как среднее арифметическое двух параллельных испытаний, различие между которыми не должно превышать  $0,005 \text{ г/см}^3$ .

Определение кажущейся плотности и водопоглощения образцов. Оценка общей, открытой и закрытой пористости материала. Кажущаяся плотность – это отношение массы материала к его общему объему. Поэтому при известной массе тела определение кажущейся плотности сводится к измерению его объема, включая объем всех его пор. Для этой цели существуют различные методы и приборы (волюмометры), принцип работы которых основан на вытеснении испытуемым образцом несмачивающей жидкости, или на гидростатическом взвешивании образцов, предварительно насыщенных жидкостью.

Наибольшее распространение получил метод гидростатического взвешива-

ния (ГОСТ 2409), позволяющий одновременно определять кажущуюся плотность и водопоглощение и рассчитывать открытую пористость.

В качестве пропитывающей жидкости для обожженных материалов и изделий, не подвергающихся гидратации, обычно используют воду.

Подготовленные образцы (не менее трех) взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г. Для насыщения пор образцов жидкостью применяют кипячение или метод вакуумного насыщения.

Для насыщения кипячением сухие взвешенные образцы помещают на подставке с отверстиями в сосуд, который постепенно заливают водой с таким расчетом, чтобы уровень воды на 2–3 см перекрывал поверхность образцов. Образцы кипятят в течение 1,5–2 ч.

Испарившуюся часть воды необходимо возмещать, так как кипячение образцов, не полностью погруженных в воду, приводит к ошибкам опыта. После кипячения образцы охлаждают в воде до комнатной температуры.

Насыщенные жидкостью образцы взвешивают на воздухе и в погруженном состоянии в жидкости на гидростатических весах. Для этого образец вынимают из сосуда, удаляют с его поверхности избыточную влагу хлопчатобумажной тканью, предварительно смоченной и тщательно отжатой, после чего образец немедленно взвешивают на электронных весах. Взвешенный образец снова помещают в жидкость до завершения всех измерений и расчетов.

Для взвешивания в погруженном состоянии образец помещают в легкую сетчатую подставку или подвешивают проволочной петлей на чашке весов со специальным подвесным устройством для погружения образца в воду. Перед началом опыта чашки весов уравнивают.

Водопоглощение рассчитывают по следующей формуле с точностью до 0,01%:

$$B = ((m_1 - m) / m) \cdot 100\%, \quad (4.8)$$

где  $m$  и  $m_1$  – масса сухого образца и насыщенного водой соответственно, г.

Кажущуюся плотность определяют из выражения

$$\rho_{\text{каж}} = (m \cdot \rho_{\text{ж}}) / (m_1 - m_2), \quad (4.9)$$

где  $\rho_{\text{ж}}$  – плотность жидкости, г/см<sup>3</sup>;  $m_1$  и  $m_2$  – масса насыщенного жидкостью образца при взвешивании на воздухе и погруженного в жидкость соответственно, г.

Открытую пористость определяют, как  $\Pi_o = B \cdot \rho_k$  или

$$\Pi_o = ((m_1 - m) / (m_1 - m_2)) \cdot 100, \% \quad (4.10)$$

Истинную или общую пористость находят исходя из значений кажущейся и истинной плотности:

$$\Pi_{\text{и}} = ((\rho_{\text{и}} - \rho_{\text{к}}) / \rho_{\text{и}}) \cdot 100 \% = ((1 - (\rho_{\text{к}} / \rho_{\text{и}})) \cdot 100\% \quad (4.11)$$

Закрытая пористость может быть найдена исходя из уже известных величин  $\Pi_{\text{и}}$  и  $\Pi_o$ :

$$\Pi_3 = \Pi_{\text{и}} - \Pi_o \quad (4.12)$$

Относительную плотность находят из отношения  $\rho_{\text{отн}} = \rho_{\text{к}} / \rho_{\text{и}}$  в долях единицы или в %  $\rho_{\text{отн}} = (\rho_{\text{к}} / \rho_{\text{и}}) \cdot 100\%$

Результаты всех испытаний и расчетов заносят в таблицу по прилагаемой форме (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – Экспериментальные и расчетные данные

№ образца	Масса образца, г			Плотность жидкости, г/см <sup>3</sup>	Кажущаяся плотность образца, г/см <sup>3</sup>	Относительная плотность, %	Пористость, %		
	сухого, $m$	Насыщенного, взвешенного на воздухе, $m_1$	Насыщенного, взвешенного в воде, $m_2$				истинная, $P_i$	открытая, $P_o$	закрытая, $P_z$

В результате определения плотности, водопоглощения и пористости керамических образцов можно сделать заключение о текстуре, степени спекания керамического материала, оценить виды пористости и в связи с этим его эксплуатационные характеристики.

Для проведения испытаний необходимы: аналитические весы; электронные весы; весы с приспособлением для гидростатического взвешивания; электрическая плитка; песчаная баня; сушильный шкаф; емкость для кипячения с решетчатой подставкой; пикнометры вместимостью 25 мл; сита с номерами сеток 02.