



**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
(ДГТУ)**

УТВЕРЖДЕНО
на заседании кафедры
«Строительные материалы»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к лабораторной работе
«Изучение свойств глинистого сырья»

Ростов-на-Дону
2017

Методические указания к лабораторной работе по теме «Изучение свойств глинистого сырья». – Ростов н/Д: Донской государственный технический университет, 2017. – 28 с.

Изложены общепринятые методики оценки свойств глинистого сырья, используемого в керамической промышленности.

Предназначены для обучающихся бакалавриата и магистратуры по направлению подготовки 08.03.01 и 08.04.01 «Строительство» и направления 29.03.04 «Технология художественной обработки материалов».

Составители: ст. преп. Я.В. Черевкова

докт. техн. наук, проф. В.Д. Котляр

канд. техн. наук, доц. А.А. Наумов

Рецензент: канд. техн. наук, доц. А.В. Козлов

© Донской государственный технический университет, 2017

I. ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

ВВЕДЕНИЕ

Качество керамических материалов и изделий во многом определяется свойствами исходного глинистого сырья. Умение методически правильно устанавливать его технологические характеристики позволяет технологу принимать грамотные решения при выборе способа производства строительной керамики.

Данная работа ставит целью научить студентов способам определения качества глинистого сырья, ознакомить с приборами, оборудованием и методиками работы на них.

1. ОТБОР СРЕДНЕЙ ПРОБЫ СЫРЬЕВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Средней пробой называют небольшое количество материала, которое по химическому составу и физическим свойствам соответствует всей партии испытуемого сырья. Правильный отбор средней пробы имеет большое значение для оценки качества сырья в целом. При нарушении правил отбора средней пробы можно получить неточную характеристику сырья.

Отбирая среднюю пробу, необходимо учитывать, что состав крупных кусков материала может отличаться от состава средних и мелких кусков. Поэтому нужно отбирать их в таком соотношении, в каком они содержатся в партии сырья. При этом следует иметь в виду, что и по высоте происходит расслоение сырья в зависимости от размеров кусков.

Среднюю пробу составляют способом «двух конвертов» из частных проб, которые отбирают лопатой или совком с различной глубины в восьми точках, равномерно отстоящих друг от друга, но не ближе 300 мм от края и не ближе 200 мм от поверхности материала (рис. 1). Масса частной пробы должна быть не менее 1 кг.

Отобранные частные пробы ссыпают в одну кучу, после чего перемешивают и подвергают измельчению крупные куски глины.

Полученную среднюю пробу подвергают сокращению. Для этого пользуются делительным аппаратом, методом квартования или вычерпывания. Наиболее часто используют метод квартования.

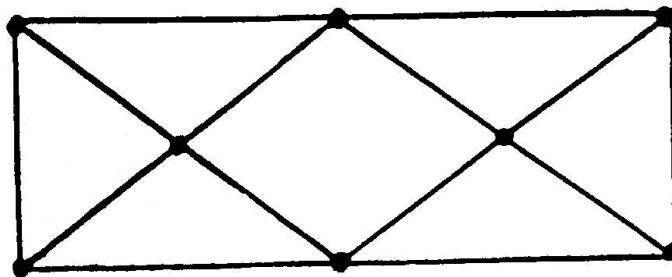


Рис.1. Места отбора частных проб сырьевых материалов

При сокращении средней пробы методом квартования тщательно перемешивают среднюю пробу, насыпают в виде конусообразной кучи и выравнивают ее поверхность так, чтобы получить усеченный конус высотой 5 – 8 см. Верхнюю горизонтальную поверхность усеченного конуса делят двумя взаимно перпендикулярными линиями на четыре равные части (рис. 2). Две противоположные части усеченного конуса убирают, а две оставшиеся части смешивают и снова подвергают квартованию. Процесс квартования средней пробы производят до тех пор, пока ее вес не уменьшится до необходимого.

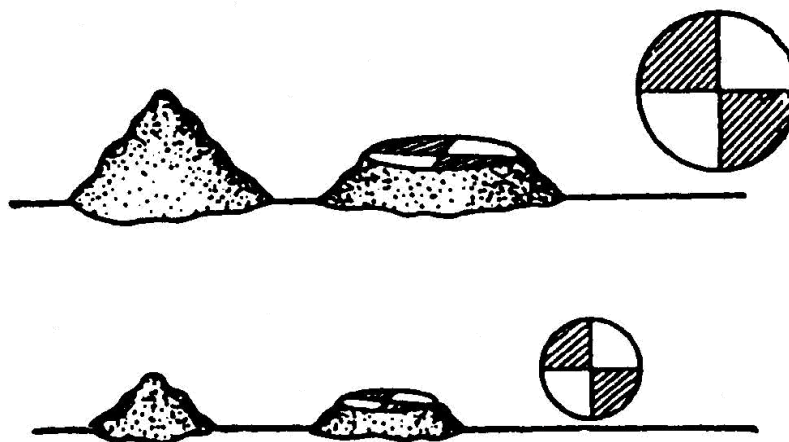


Рис.2. Сокращение средней пробы по методу квартования

При сокращении средней пробы методом вычерпывания среднюю пробу укладывают тонким слоем в виде квадрата. Квадрат делят линейкой на 9, 16, 20 и т.д. квадратов меньших размеров. Из каждого второго такого квадратика (рис. 3) совочком берут порцию материала. Все отобранные порции сырья ссыпают вместе. В результате перемешивания получают среднюю лабораторную пробу, масса которой должна быть не менее 8 кг.

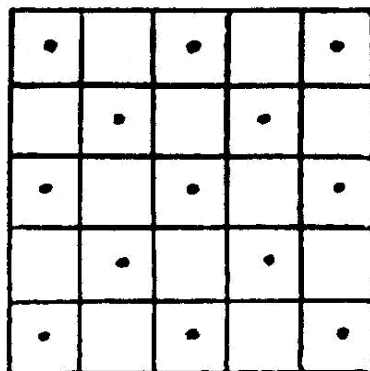


Рис.3. Сокращение средней пробы методом вычерпывания

Лабораторная средняя проба – наименьшее количество измельченной средней пробы, используемой для испытаний и анализов.

Полученную лабораторную среднюю пробу хранят в герметичной таре, чтобы химический состав и влажность ее не изменились. Обычно применяют стеклянные банки с притертыми крышками.

На полученную лабораторную среднюю пробу составляют учетную карточку, в которой указывают регистрационный номер, наименование материала, его месторождение, дату и место отбора пробы.

2. МАКРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

Макроскопическую характеристику сырья составляют на основании осмотра средней лабораторной пробы или валовой пробы глины с помощью лупы или невооруженным глазом. При этом фиксируют следующие показатели:

- цвет и оттенок (в сухом и влажном состоянии);
- структуру;
- текстуру;
- наличие известняка и его распределение;
- наличие других примесей (гипса, слюды, кварца, пирита, органических примесей).

Результаты осмотра записывают по форме табл. 1.

Таблица 1- Макроскопическое описание глинистого сырья

Регистрационный номер	Наименование сырья	Цвет и оттенок	Структура, текстура, запесоченность	Наличие известняка, его распределение	Содержание других примесей

2.1.Цвет

Окраска глин разнообразна и меняется в зависимости от их основной минеральной составляющей, так называемого пелитового вещества, и присутствия в нем красящих компонентов. Окрашивающими являются тонкодисперсные оксиды и гидроксиды железа, органические вещества, реже – оксиды марганца. Часто встречаются глины неоднородной окраски – пятнистые, что обусловливается неравномерным распределением в их массе красящих компонентов.

2.2.Структура и текстура

Особенность строения минеральных частиц (зерен) глинистых пород называется структурой, а их взаимное расположение – текстурой. По структуре различают глины тонкодисперсные, крупнодисперсные, алевроитовые, песчаные и разнотернистые (рис. 4).

Тонкодисперсные глины, состоящие в основном из частиц менее 0,001 мм, при скатывании из массы в состоянии формовочной влажности (глина, затворенная водой, не липнет к рукам и металлу) образуют без разрыва сплошности длинные жгуты толщиной менее 0,5 см. При раскатывании влажной глины в руках отдельные ее частицы не ощущаются, а при разрезании ножом не слышно характерного хруста и в месте разреза получается гладкое сечение. При рассмотрении в лупу глина имеет однородную массу; излом – чешуйчатый или очень ровный, для уплотненных глин – иногда раковистый.

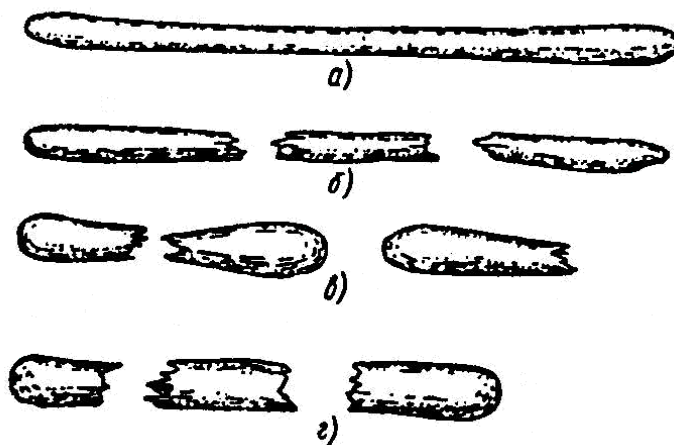


Рис.4. Жгуты из глинистого сырья разной структуры:

а)тонкодисперсной; б)крупнодисперсной; в)алевроитовой; г)песчаной.

Крупнодисперсные глины при скатывании дают более толстые и короткие жгуты. При растирании влажной глины в руках, а также разрезании ножом чувствуется примесь частиц более крупных, чем

глинистые, как говорят, «глина хрустит». В лупу иногда видны отдельные мелкие зерна минеральных примесей. Излом породы слабо шероховатый.

Алевритовые глины при скатывании во влажном состоянии дают короткие жгуты. При разрезании ножом глина сильно хрустит. В лупу видны отдельные крупные частицы минералов, которые можно легко отделить, если на ладони слегка отмыть глину, удалив глинистые и пылеватые частицы. Излом породы неровный, шероховатый.

Песчаные глины дают при скатывании еще более короткие и толстые, быстро рвущиеся жгуты. Резко ощущается присутствие частиц более 0,01 мм. Излом породы неровный, зернистый.

Текстуры глинистых пород подразделяются на следующие основные типы (рис. 5): беспорядочная (неориентированная) – комковатая, плотная; микрослоистая (ориентированная); флюидальная (спутанная) – типа сланцеватой.

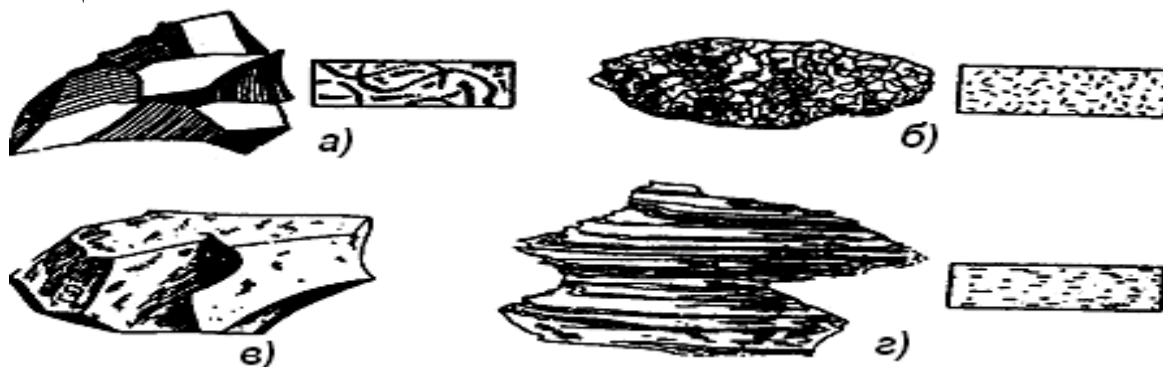


Рис.5. Основные типы текстуры глинистых пород:

а)сланцеватая; б)комковатая; в)плотная; г)горизонтально-слоистая

2.3.Наличие известняка CaCO_3

Грубые включения карбонатов приводят к образованию такого дефекта керамики, как «дутик». Примеси CaCO_3 в глине легко обнаружить по выделению углекислого газа при воздействии на влажную глину 10 %-м раствором HCl .

2.4. Другие примеси и включения

Кварц (SiO_2) обычно присутствует в глинах в виде окатанных бесцветных или окрашенных зерен.

Пирит (FeS_2) встречается в глинах в виде скоплений иногда значительных размеров. Он отличается светло-желтым блеском.

Гипсовый камень содержится в глинах в виде скопления кристаллов.

3.ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРУПНОЗЕРНИСТЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ

Количественное определение крупнозернистых включений (более 0,5 мм) производят мокрым способом с использованием сита, имеющего отверстия диаметром 0,5 мм.

Пробу глинистого сырья, высушенную до постоянной массы в количестве 1 кг, замачивают водой в стеклянной емкости таким образом, чтобы объем воды превышал объем материала в 3-4 раза, и выдерживают 24 часа. Полученную массу тщательно промывают через сито №05. Промытый остаток высушивают до постоянной массы прямо в сите.

Сухой остаток сначала подвергают визуальному осмотру с целью установления вещественного состава включений (полевого шпата, кварца, известняка, пирита, гипса, корней растений и т.д.), а затем подвергают рассеиванию через сита с диаметром отверстий 1 и 5 мм.

Результаты определений заносят в табл. 2 и используют в соответствии с ГОСТ 9169 для классификации глинистого сырья по количеству, размеру и виду крупнозернистых включений.

Таблица 2 - Определение наличия крупнозернистых включений

Реги- стра- цион- ный номер	Наименова- ние сырья	Количество включений		Размер включений			Характер включений	Приме- чания
				<1	1-5	>5		
		г	%	мм, г	мм, г	мм, г		

Наиболее вредными включениями являются карбонатные с размером зерен более 1 мм. Чтобы определить включения карбонатов, остатки на ситах смачивают в нескольких местах 10 %-м раствором HCl. При взаимодействии карбонатов с раствором соляной кислоты происходит вскипание вследствие выделения углекислого газа (CO_2). При обнаружении в примесях карбонатных включений необходимо количественно определить суммарное содержание CaCO_3 и MgCO_3 в каждом из полученных на ситах остатков.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КАРБОНАТОВ В КРУПНОЗЕРНИСТЫХ ВКЛЮЧЕНИЯХ ГЛИНИСТЫХ ПРОБ

Для определения количества карбонатов в крупнозернистых включениях глинистых проб от каждой фракции отбирают навеску массой

10 г и тонко ее измельчают в фарфоровой ступке. На аналитических весах взвешивают 1 г полученного порошка, после чего его переносят в коническую колбу емкостью 250 мл и приливают 25 мл однонормального раствора соляной кислоты. Содержимое колбы кипятят в течение 5 минут. Избыток соляной кислоты титруют однонормальным раствором щелочи (NaOH) в присутствии 6-8 капель 1 % спиртового раствора фенолфталеина до появления бледно-розовой окраски.

Суммарное процентное содержание CaCO_3 и Mg CO_3 в навеске определяют по формуле:

$$(25 \cdot N_1 - \frac{1}{2} \cdot V \cdot N_2) \cdot 5 / q,$$

где N_1 -нормальность соляной кислоты (HCl);

N_2 -нормальность щелочи (NaOH);

V -объем щелочи, пошедшей на обратное титрование, мл;

q -масса навески пробы, г.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ГЛИН (по методу Б.И.Рутковского)

Вещественный состав глинистого сырья представлен собственно глинистой частью (каолинитом, монтмориллонитом, гидрослюдой и др.) и примесями (кварцем, полевым шпатом, карбонатами, гипсом, пиритом, растворимыми солями, органическими включениями и др.). Метод определения гранулометрического состава по Рутковскому основан на способности глинистых частиц набухать в воде и на различной скорости падения частиц в воде в зависимости от их размера. С помощью этого метода можно выделить три основные фракции:

глинистую с размером частиц 0,005 мм;

пылеватую с размером частиц 0,005...0,05 мм;

песчаную с размером частиц 0,05...2 мм.

5.1. Определение содержания глинистых частиц

5.1.1. Анализируемое глинистое сырье в воздушно-сухом состоянии растирают резиновым пестиком в порошок и просеивают через сито с диаметром отверстий 2 мм.

5.1.2. Просеянную пробу всыпают в стеклянный мерный цилиндр емкостью 100 см³ в таком количестве, чтобы после уплотнения постукиванием 15-16 раз о мягкое основание (ладонь, книгу, тетрадь) в цилиндре образовался постоянный объем, равный 10 см³.

5.1.3. В цилиндр с 10 см³ глинистого сырья доливают воду до метки 50 см³ и содержимое цилиндра перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Перемешивание продолжают до полного разрушения

комочков. Об этом свидетельствует отсутствие мазков глины на стенках цилиндра при растирании пробы.

5.1.4. К полученной суспензии в качестве коагулятора прибавляют 3 см³ CaCl₂ (5,5 г на 100 см³ воды). Суспензию размешивают, после чего добавляют воды до 100 см³ и оставляют до полного отстаивания на 48 часов.

5.1.5. По истечении этого времени определяют с точностью до 1 см³ объем набухшего грунта V₁ и вычисляют полученный прирост на 1 см³ первоначального объема V₀ по формуле:

$$K_v = (V_1 - V_0) / V_0 ,$$

где V₀ – первоначальный объем, V₀ = 10 см³;

V₁ – объем набухшего грунта, см³.

Зависимость между объемом анализируемого сырья и величиной набухания выражается эмпирической формулой:

$$X = 22,7 \cdot K_v,$$

где X – содержание глинистых частиц, %;

K_v – прирост объема на 1 см³ сырья.

5.2. Определение содержания песчаных частиц

5.2.1. Содержимое цилиндра, где определялось набухание, тщательно размешивают стеклянной палочкой и отстаивают в течение 90 с (из расчета, что частицы песка размером более 0,05 мм проходят 1 см пути за 5 с). По истечении указанного времени суспензию в объеме 70...75 см³ выливают в стеклянную емкость. При этом необходимо следить за тем, чтобы уже осевшие на дно частицы не поднимались и не оказались слитыми.

5.2.2. Оставшуюся суспензию снова заливают водой до метки 100 см³, взмучивают и сливают через 90 с отстаивания в количестве 70...75 см³ в ту же стеклянную емкость.. отмучивание производят до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной. После этого в цилиндр доливают воды до метки 50 см³, взбалтывают его содержимое и через 45 с отстаивания сливают всю жидкость над осадком песчаной фракции. Отмучивание повторяют до полного осветления жидкости.

5.2.3. По окончании отмучивания цилиндр доливают водой до 100 см³, дают песку отстояться в течение 120 с и определяют его объем (см³).

5.2.4. Принимая, что 1 см³ осевших частиц равен 10 % пробы, вычисляют содержание песчаных фракций. Результаты анализа заносят в таблицу3.

Экспериментальные данные анализа гранулометрического состава в соответствии с ГОСТ 9169 наносятся на тройную диаграмму В.В.Охотина (рис.6), с помощью которой окончательно устанавливается тип глинистого сырья.



6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАСТИЧНОСТИ

Пластичностью глин называют способность глиняного теста деформироваться под нагрузкой без образования трещин и разрывов и сохранять приданную форму после снятия этой нагрузки. Пластичные свойства глины определяются ее влажностью, они изменяются в зависимости от содержания в ней воды.

Влажность, при которой глина переходит из пластичного состояния в текучее, называется нижней границей текучести (W_1).

Влажность, при которой глина переходит из пластичного состояния в хрупкое, называется границей раскатывания (W_2).

В соответствии с ГОСТ 50298.1 пластичность глин выражается числом пластичности (Π), которое соответствует разности между указанными выше значениями.

$$\Pi = W_1 - W_2, \%$$

6.1. Определение нижней границы текучести

Пробу материала массой 150 г измельчают вручную до полного прохождения через сито с сеткой 0,5 мм. От подготовленной пробы отбирают навеску массой 50 г и помещают ее в фарфоровую чашку, куда при непрерывном перемешивании добавляют воду до образования густой однородной пластичной массы. Массу равномерно распределяют по дну чашки слоем толщиной 10 мм и разрезают наконечником шпателя на две равные части так, чтобы зазор между ними в верхней части был шириной 2,5 – 3 мм, а по дну чашки – 1 мм (рис. 7 а).

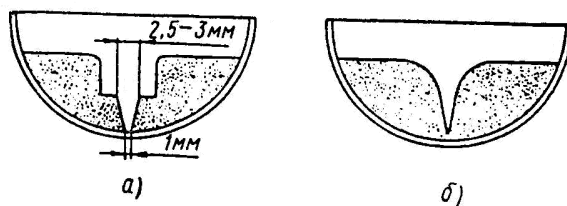


Рис.7. Распределение глиняного теста при определении предела пластичности

Чашку закрепляют на верхнем диске прибора Васильева (рис. 8). Стержень прибора с установленной на нем чашкой фиксируют так, чтобы он находился на расстоянии 75 мм от опорной плиты прибора. При освобождении фиксатора стержень с чашей свободно падает и ударяется об опорную плиту. Такое встряхивание массы в чашке производится трижды. При этом зазор между двумя ее частями уменьшается. Если после третьего падения обе половинки массы в чашке сольются на расстоянии 10...15 мм по длине зазора (рис.7 б), испытания считаются законченными. Если этого не произойдет, то путем добавления воды (0,5...1 см³) или сухого глинистого

сырья (1,0...1,5 г) изменяют пластичность массы и испытания повторяют. Продолжительность испытаний не должна превышать 2 ч.

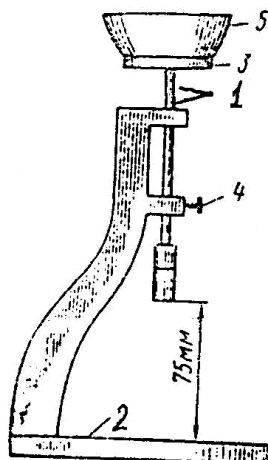


Рис.8. Прибор А. М. Васильева для определения верхнего предела пластичности

После окончания испытания из глиняной массы отбирают навеску не менее 25 г, помещают ее в предварительно взвешенную бюксу, взвешивают и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105...110 °Х до постоянного веса. Результаты взвешивания заносят в табл. 4.

Таблица 4 - Определение пластичности глинистого сырья

Наименование сырья	Номер бюксы	Масса,г				Влажность		Число пластичности
		Бюксы с навеской		Навески		W ₁	W ₂	
		Влажной	Сухой	Влажной	Сухой			

По полученным данным рассчитывают влажность на нижней границе текучести по формуле:

$$W_1 = (m_1 - m_2) / m_2 \cdot 100\%,$$

где m_1 – масса влажной пробы, г;

m_2 – масса сухой пробы, г.

6.2. Определение границы раскатывания

Оставшуюся после определения границы текучести массу раскатывают ладонью на стеклянной пластинке до образования жгута диаметром около 3 мм. Если при этой толщине сохраняется цельность и пластичность массы, ее собирают в комок, добавляют глину, тщательно перемешивают, проминают и вновь раскатывают до указанного диаметра.

Раскатывание при очередных добавлениях глины продолжают до тех пор, пока жгут начнет делиться поперечными трещинами на кусочки длиной 3...10 мм. От полученных кусочков отбирают навеску массой не менее 10 г, помещают в предварительно взвешенную бюксу, взвешивают и высушивают до постоянной массы. Результаты взвешивания заносят в табл. 4.

По полученным данным рассчитывают влажность на границе раскатывания по формуле:

$$W_2 = (m_1 - m_2) / m_2 \cdot 100\%,$$

где m_1 – масса влажной пробы, г;

m_2 – масса сухой пробы, г.

Сравнивая экспериментальные данные с показателями, приведенными в приложении, классифицируют испытанную глину по соответствующим параметрам и делают окончательное заключение о ее качестве и возможности использования в производстве строительной керамики.

II. ИЗУЧЕНИЕ ДООБЖИГОВЫХ И ОБЖИГОВЫХ СВОЙСТВ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

ВВЕДЕНИЕ

Высокие технические и эксплуатационные свойства грубой строительной керамики обеспечивают ее конкурентоспособность по сравнению с другими строительными материалами. Однако производство керамических изделий – это сложный многогранный процесс переработки глинистого сырья. Умение правильно оценить свойства используемой глины помогают технологам принимать грамотные решения при назначении режимов работы технологического оборудования.

Сушка и обжиг являются завершающими и самыми ответственными этапами в производстве керамических изделий. На этих этапах производства в результате сложных физико-химических процессов происходит формирование керамического тела. Режимы сушки и обжига во многом определяются свойствами глинистого сырья и составом шихты.

Поэтому комплекс исследований состава и свойств глины позволяет дать оценку термических свойств сырья, подобрать состав шихты и параметры технологических процессов сушки и обжига.

Цель данной лабораторной работы – ознакомить студентов с термическими свойствами глинистого сырья, научить их определять и использовать эти свойства в производственных процессах.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМОВОЧНОЙ ВЛАЖНОСТИ

Под формовочной влажностью подразумевается количество воды затворения, необходимое для придания глиняной массе (шихте) нормальной

рабочей консистенции, при которой глиняное тесто проявляет пластические свойства, сохраняет приданную ему форму и при раскатывании не прилипает к рукам и металлу.

В зависимости от минералогического и гранулометрического состава глины численное значение формовочной влажности изменяется в широком диапазоне.

Высушенную и измельченную глину (до размера зерен менее 3 мм) в количестве 1500 г замачивают водой (в 2...3 приема) при непрерывном перемешивании, пока масса не приобретает рабочую консистенцию. Перемешанную глину сбивают в брикет и выдерживают в условиях, исключающих испарение влаги, в течение 48 часов (в полиэтиленовом пакете или эксикаторе). От подготовленной массы отбирают пробу массой 300 г и помещают ее в усеченный конус прибора Вика (рис. 9). Поверхность глины выравнивают в уровень с краями конуса. Усеченный конус устанавливают на приемный столик прибора Вика, а иглу прибора приводят в соприкосновение с поверхностью глины. Шток прибора фиксируют стопорным винтом, при этом стрелка прибора должна находиться на нулевой отметке шкалы. После чего стопорный винт освобождают и дают возможность игле в течение 5 мин свободно погружаться в глину. По шкале прибора фиксируют глубину погружения иглы, результат заносят в табл. 5. Опыт повторяют трижды в точках, удаленных друг от друга не менее чем на 1 см.

За нормальную формовочную влажность глиняного теста принимают количество воды затворения, обеспечивающее глубину погружения иглы прибора Вика на 30...40 мм в течение 5 мин.

Величина формовочной влажности определяется общепринятым весовым методом. Для этого из конуса отбирают пробу материала, помещают в предварительно взвешенную бюксу. Бюксу с материалом закрывают крышкой и взвешивают, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 105...110 °Х. Высушенную пробу охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результаты взвешивания заносят в табл. 5.

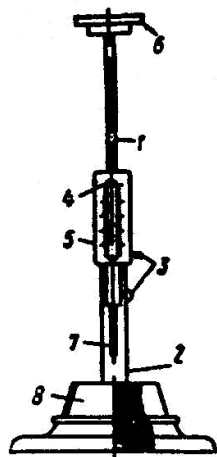


Рис.9. Прибор Вика для определения нормальной формовочной влажности глины: 1-стержень; 2-кронштейн; 3-стопорный винт; 4-стрелка-указатель; 5-шкала; 6-груз; 7-игла; 8-форма

Расчет влажности производят по формуле:

$$W = (m_1 - m_2) / (m_1 - m_d) \cdot 100\%,$$

где m_1 – масса влажной пробы с бюксы, г;
 m_2 – масса сухой пробы с бюксы, г;
 m_d – масса бюксы, г.

Таблица 5 - Результаты определения формовочной влажности

№ о п ы т а	Состав массы, г			Глубина погружения прибора Вика,мм	Масса бюксы, г			Формо- вочная влажность
	Глина	Добав- ки	Вода		пустой	с влаж- ной навеской	с сухой навеской	

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ГЛИН К СУШКЕ

2.1. Ускоренным методом А. Ф. Чижского

Чувствительность глин к сушке определяется способностью сырца, отформованного из глины, противостоять без трещин и деформаций внутренним напряжениям, развивающимся в результате удаления воды и усадки материала.

По ускоренному методу А.Ф. Чижского чувствительность глин к сушке определяется длительностью периода облучения свежесформованного образца мощным тепловым потоком до момента появления на нем трещин. Время облучения (с) и является критерием оценки чувствительности к сушке.

Оценку чувствительности глин к сушке производят по следующей шкале:

высокочувствительные – менее 100 с;

среднечувствительные – 100...180 с;

малочувствительные – более 180 с.

Из глиняной массы, полученной в работе №1 (с формовочной влажностью), изготавливают образцы-плитки размером 55х55х10 мм и укладывают на асбестовую пластинку, покрытую фольгой, затем переносят на приемный столик прибора Чижского (рис.10). Столик подводят под облучатель и включают секундомер. При этом производят визуальное тщательное наблюдение за образцами. При появлении трещины или посечки на образце секундомер выключают. Период облучения (ПО) до появления трещин и характеризует чувствительность глин к сушке. Опыт повторяют трижды, по среднеарифметическому трех испытаний определяют группу чувствительности к сушке испытуемой глины.

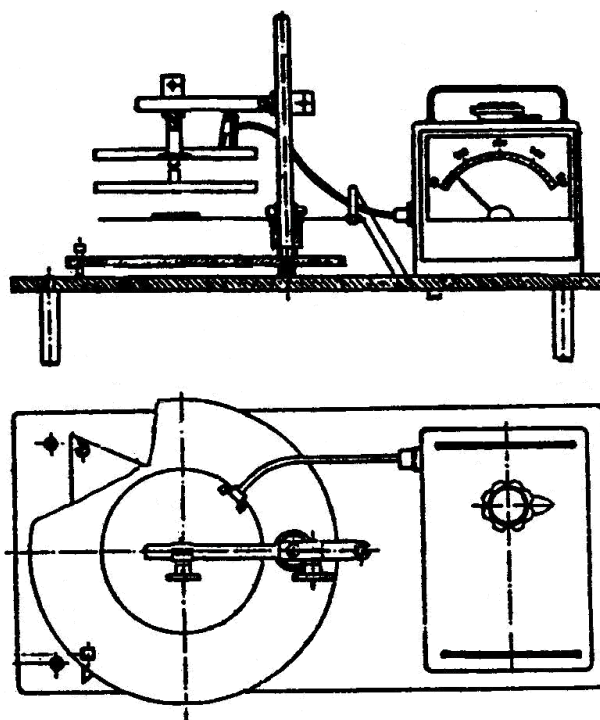


Рис.10. Прибор А. Ф. Чижского для ускоренного определения чувствительности глин к сушке

2.2. Метод ВНИИСтрома (факультативно).

По методу ВНИИСтрома при определении чувствительности глин к сушке фиксируют минералогический коэффициент чувствительности к сушке ($K_{мин}$).

Для опыта от пробы берут 200 г воздушно-сухой глины, измельчают деревянным молотком путем легкого нажима руки, а затем просеивают через сито №3. Из просеянной пробы берут 6 навесок по 10 г каждая с погрешностью до 0,001 г. Навески помещают в стеклянные бюксы, предварительно высушенные и взвешенные.

Три бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 100 °С, а три другие – в сушильный шкаф, нагретый до 200 °С. Бюксы с навесками выдерживают в сушильных шкафах в течение 10 мин, по истечении которых бюксы вынимают из сушильных шкафов и охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием. После охлаждения до комнатной температуры бюксы вынимают из эксикатора и взвешивают с погрешностью до 0,001 г. Максимальное расхождение массы в параллельных пробах, находящихся при одной и той же температуре, не должно превышать 0,03 г. Результаты взвешивания заносят в табл. 6.

Чувствительность глин к сушке рассчитывают по формуле:

$$K_{мин} = (P_{200} - P_{100}) \times 10,$$

где $K_{мин}$ - минералогический коэффициент чувствительности к сушке;

P_{200} – масса навески после обработки ее при 200 °С, г;

P_{100} - масса навески после обработки ее при 100 °С, г;

10 – постоянный множитель.

Оценку чувствительности глин к сушке производят по следующей шкале:

малочувствительные $K_{мин}$ – менее 2,0;

среднечувствительные $K_{мин} = 2,0 \dots 3,0$;

высокочувствительные $K_{мин} = 3,01 \dots 5,0$.

Таблица 6 - Определение чувствительности глин к сушке

№ п р о б ы	№ б ю к с ы	Масса бюксы, г				Минералогический коэффициент чувствительности к сушке $K_{мин}$
		пустой	с матери- алом	после прокаливания при 100 °Х	после прокаливания при 200 °Х	

3.ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКОРОСТИ ВЛАГООТДАЧИ И КРИТИЧЕСКОЙ ВЛАЖНОСТИ

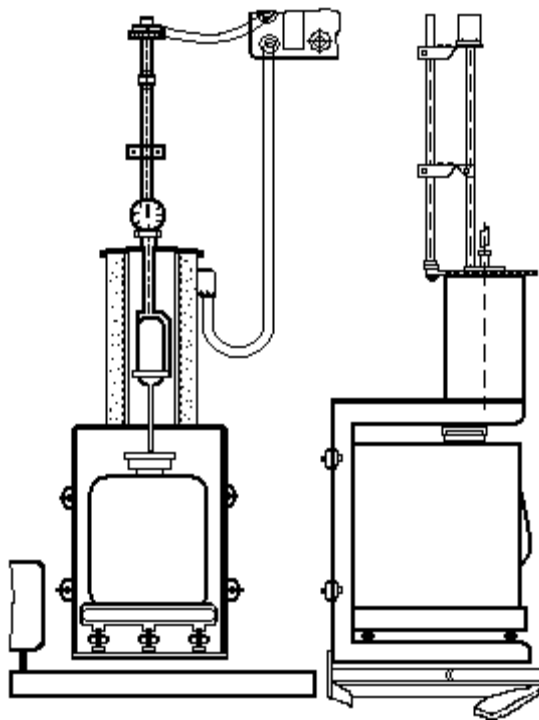
Для разработки рациональных режимов сушки полуфабриката необходимо уметь определять скорость влагоотдачи и критическую влажность.

Скорость влагоотдачи определяют как отношение массы испаренной из материала влаги ко времени сушки.

Критическая влажность соответствует такой влагоотдаче высушиваемого образца, при которой усадка в изделии прекращается.

Определение этих показателей производят методом непрерывного замера усадки и потери влажности образца при сушке в среде с температурой 100 °С.

Из массы с нормальной формовочной влажностью методом пластического формования изготавливают образец в виде цилиндра высотой 50 мм и диаметром 30 мм. Свежеизготовленный образец крепится в штативе с индикатором часового типа. Его помещают в сушильный шкаф на подвеске, соединенной с весами (рис.11). затем записывают начальную массу образца и отмечают нулевое положение индикатора. Нагрев камеры с образцом производят со скоростью 0,5 °Х/мин. При достижении 100 °С, температуру поддерживают постоянной. Замер усадки образца по высоте и потерю влаги производят через каждые 10 минут до прекращения изменений линейных размеров, т.е. до прекращения воздушной усадки. Результаты замеров заносят в табл. 7.



- 1.Весы ВЛТК-500
- 2.Стол
- 3.Лабораторный автотрансформатор
- 4.Станина
- 5.Платформа весов
- 6.Держатель образца
- 7.Камера нагрева
- 8.Индикатор
- 9.Термометр стеклянный электроконтактный
- 10.Провод контакта термометра
- 11.Пульт
- 12.Держатель термометра
- 13.Кронштейн
- 14.Стойка

Рис.11. Прибор для определения критической влажности керамических масс

После этого образец осторожно вынимают из камеры и досушивают в сушильном шкафу при температуре 100...110 °С до постоянной массы.

По полученным данным определяют:

а) относительную влажность:

$$W = (m_1 - m_2) / m_1 \cdot 100\%,$$

где m_1 – первоначальная масса образца, г;

m_2 – масса образца при каждом замере, г;

б) воздушную усадку:

$$I_B = (a_1 - a_2) / I \cdot 100\%,$$

где a_1 – первоначальное показание индикатора, мм;

a_2 – показания индикатора каждого отдельного замера, мм;

I – первоначальная длина образца, мм;

в) формовочную влажность:

$$W_\Phi = (m_1 - m_3) / m_1 \cdot 100\%,$$

где m_1 – первоначальная масса образца, г;

m_3 – масса образца после полного высушивания, г.

Критическая влажность определяется по графику зависимости усадки от влагоотдачи (рис.12).

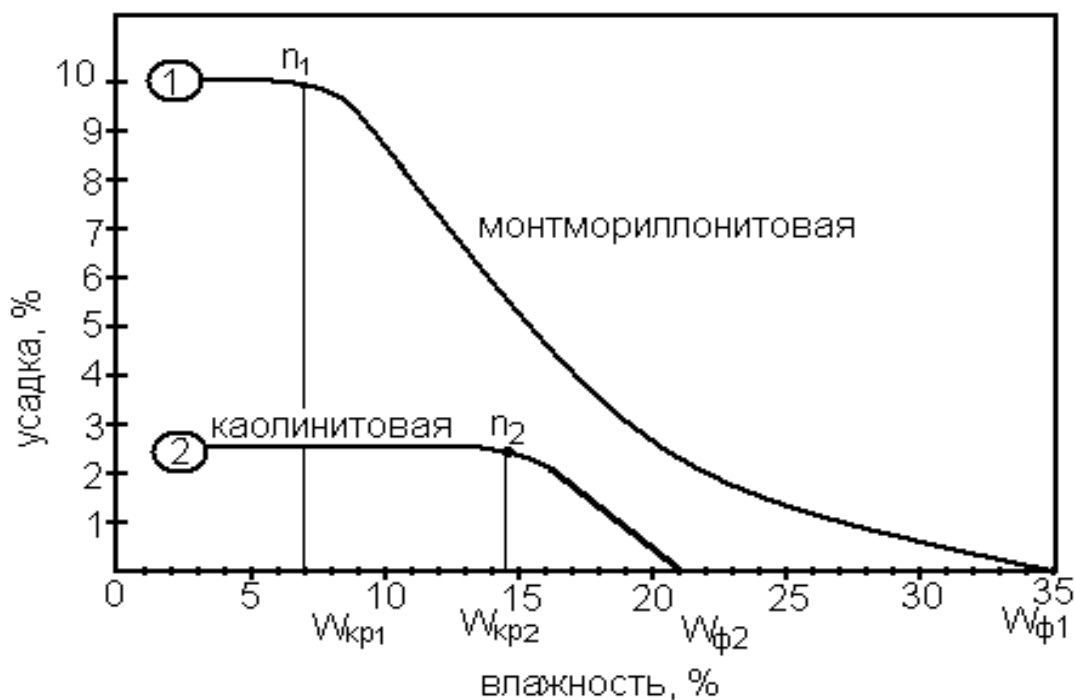


Рис.12. Зависимость усадки от влагоотдачи глин

Влажность массы в точке перегиба (п), при которой усадка прекращается, соответствует критической влажности ($W_{кр}$). Точка перегиба (п) определяется пересечением касательных, проведенным по двум ближайшим к перегибу экспериментальным точкам на обоих участках кривой.

Остаточная влажность

$$W_o = W_{ф} - W_{кр}.$$

Таблица 7

№ п/п	Масса образца, г	Показания прибора, мм	Влажность образца, %	Воздушная усадка, %	Примечания
----------	------------------------	-----------------------------	----------------------------	---------------------------	------------

4.ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИНЕЙНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПРИ СУШКЕ И ОБЖИГЕ

При сушке и обжиге керамических изделий происходит изменение линейных размеров, т.е. усадка. Различают воздушную, огневую и общую усадку.

4.1. Воздушную усадку определяют по изменениям линейных размеров образцов в результате сушки.

Из пластичной массы с нормальной формовочной влажностью изготавливают образцы-кирпичики размером 67х30х15 мм. На отформованных образцах по двум диагоналям штангенциркулем наносят метки на расстоянии 50 мм (рис.13). отформованные образцы сушат до постоянной массы, а затем измеряют расстояние между метками.

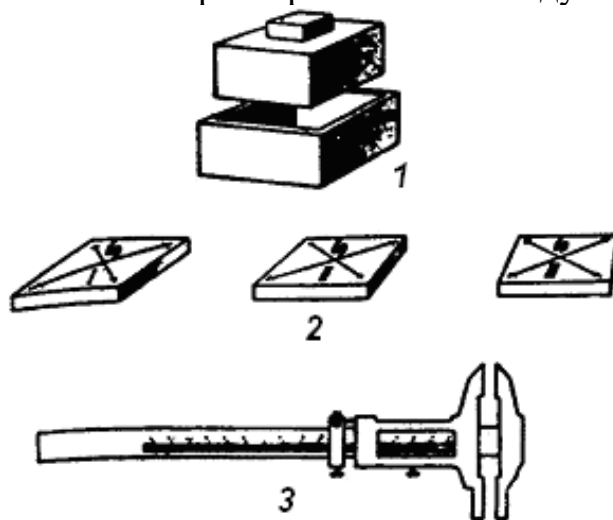


Рис.13.Аппаратура, используемая для определения усадки на образцах-плитках: 1-форма с выталкивателем; 2-образцы; 3-штангенциркуль

Вычисление линейной усадки производят по формуле:

$$L = (L1 - L2) / L1 \cdot 100\%,$$

где L1 – расстояние между метками на образцах до сушки, мм;

L2 - расстояние между метками на образцах после сушки, мм.

4.2. Общую усадку определяют по изменению линейных размеров образцов после обжига.

Для определения общей усадки образцы-кирпичики, оставшиеся после определения воздушной усадки, обжигают и определяют расстояние между метками после обжига.

$$L_{\text{общ}} = (L1 - L3) / L1 \cdot 100\%$$

где L1 - расстояние между метками на образцах до обжига, мм;

L3 - расстояние между метками на обожженных образцах, мм.

4.3. Огневую усадку определяют по разности между общей и воздушной усадками по формуле:

$$L_{\text{огн}} = L_{\text{общ}} - L_{\text{возд.}}$$

Результаты замеров и расчетов заносят в табл. 8.

Таблица 8 - Определение воздушной, общей и огневой усадок

Шифр Образ- ца	Расстояние между метками, мм				Воздушная усадка, %			Общая усадка, %			Огневая усадка, %		
	После сушки		После обжига		1	2	Сред- няя	1	2	Сред- няя	1	2	Средняя
	1	2	1	2									

5.ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ИНТЕРВАЛА СПЕКАНИЯ

Температуру спекания устанавливают по водопоглощению обожженного черепка. Черепок считается спекшимся, если его водопоглощение не более 5 %.

Для определения температуры спекания из пластичной глины изготавливают образцы-плиточки размером 50х50х5 мм, высушивают при температуре 105...110 °Х, а затем обжигают в электрической печи по три штуки при температурах:

800, 850, 900, 950, 1000, 1050 °Х - для легкоплавких глин,

1000, 1050, 1100, 1150 °Х - для тугоплавких глин.

После обжига определяют водопоглощение плиток. Обожженные плитки взвешивают, а затем насыщают водой в течение 48 часов. Насыщенные образцы обтирают влажной тканью и взвешивают.

$$W = (m_1 - m_2) / m_1 \cdot 100\%,$$

где m_1 – масса обожженного образца, г;

m_2 – масса насыщенного водой образца, г.

Водопоглощение вычисляют как среднее арифметическое значение результатов определений для трех образцов. Результаты испытаний заносят в табл. 9.

Таблица 9 - Определение температуры спекания

Шифр образ- ца	Темпе- ратура обжига	Масса образца, г		Водопоглощение, %		Примеча- ние
		обожжен- ного	насыщен- ного водой	образца	среднее для каждой температуры	

По полученным данным строят кривую спекаемости в координатах «температура – водопоглощение», по которой определяют интервал спекания (рис.14).

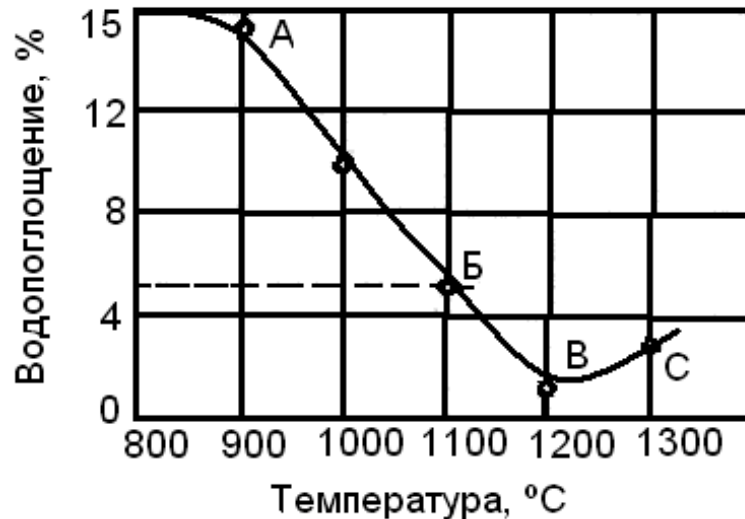


Рис.14.Зависимость изменения водопоглощения материала от температуры обжига (кривая спекания)

6.ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Одной из основных технологических характеристик керамических материалов является предел прочности при изгибе и сжатии.

6.1. Определение предела прочности при сжатии

Определение предела прочности при сжатии производят на образцах-кубиках размером 50х50х50 мм. Образцы изготавливают из глиняного теста формовочной влажности, затем сушат и обжигают при требуемой температуре.

В целях выравнивания поверхности и достижения параллельности две противоположные грани кубика шлифуют. С помощью штангенциркуля измеряют длину ребер образца и вычисляют площадь шлифованной грани. Испытания производят на лабораторном гидравлическом прессе мощностью 50 т.

Предел прочности при сжатии находят по формуле:

$$R_{сж} = P/F,$$

где P – разрушающая нагрузка, определяемая по манометру пресса, кгс;

F – площадь, воспринимающая нагрузку, см².

6.2. Определение предела прочности при изгибе.

Для определения предела прочности при изгибе из глины с нормальной формовочной влажностью изготавливают образцы-балочки размером 135x30x15 мм, высушивают и обжигают при требуемых температурах. Для испытания применяют рычажный прибор Михаэлиса (рис.14).

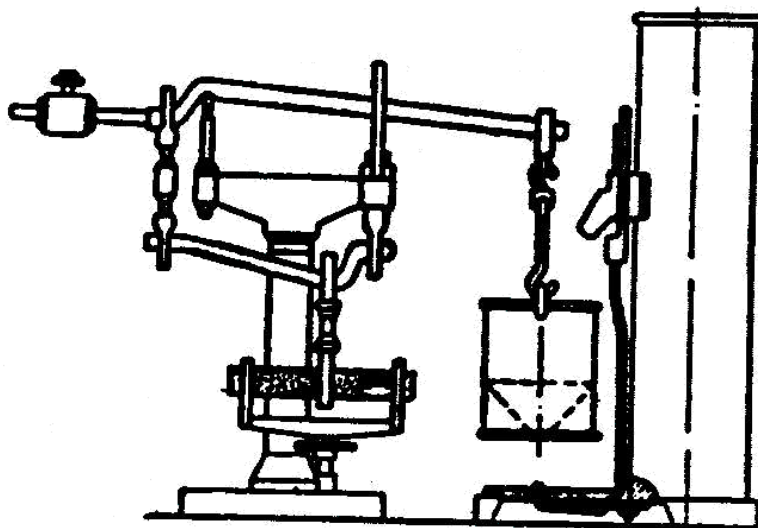


Рис.15.Рычажный прибор для определения предела прочности керамических балочек при изгибе

Предел прочности при изгибе определяют по формуле:

$$R_{изг} = 3a P / 2 b h^2,$$

где a – передаточное отношение рычажной системы;

P – масса дробы, пошедшей на разрушение образца, кг;

l – расстояние между опорами, на которые устанавливается образец, см;

b – ширина сечения испытуемого образца, см;

h – высота сечения испытуемого образца, см.

ЛИТЕРАТУРА

1. Будников П.П. и др. Технология керамики и огнеупоров. – М.: Госстройиздат, 1962.
2. Книгина Г.И., Вершинина Э.Н., Тацки Л.Н. Лабораторные работы по технологии строительной керамики и искусственных пористых заполнителей. – М.: Высшая школа, 1985.
3. Методические указания по использованию глинистого сырья для производства обыкновенного и пустотелого кирпича, пустотелых керамических камней и дренажных труб / Под ред. Х.С.Воробьева. – М., 1975.
4. Нагибин Т.В. Лаборант керамического производства. – М.: Высшая школа, 1972.
5. Чернова О.А., Метягин Л.А. Производство керамических стеновых материалов и черепицы. – М.: ВНИИЭСМ, 1992.
6. ГОСТ Р 50298.0-92 / ГОСТ Р 50 298.П – 92. Сырье глинистое. Методы анализа.
7. ГОСТ 9169 – 75. Сырье глинистое для керамической промышленности. Классификация.

Приложение

КЛАССИФИКАЦИЯ ГЛИНИСТОГО СЫРЬЯ

1. По содержанию тонкодисперсных фракций

Наименование групп	Содержание частиц, % размером менее	
	10 мкм	1 мкм
Высокодисперсные	св. 85	св. 60
Среднедисперсные	от 60 до 85	от 40 до 60
Низкодисперсные	от 30 до 60	от 15 до 40
Грубодисперсные	менее 30	менее 15

2. По количеству крупнозернистых включений

Наименование групп	Количество включений размером более 0,5 мм
С низким содержанием	Менее 1
Со средним	От 1 до 5
С высоким	Свыше 5

3. По размеру крупнозернистых включений

Наименование групп	Размер преобладающих включений (свыше 50 %), мм
С мелкими включениями	Менее 1
Со средними	От 1 до 5
С крупными	Свыше 5

4. По виду крупнозернистых включений

Наименование групп	Вид включений
С включениями: обломков горных пород железистых минералов кварца гипса карбонатов органических остатков	Граниты, сланцы, кварциты и др. Пирит, марказит, сидерит, окислы и гидроокислы железа Кварц Гипс Кальций, доломит и др. Растительные остатки, торф, уголь и др.

5. В зависимости от пластичности

Наименование групп	Число пластичности

Высокопластичные	Свыше 25
Среднепластичные	От 15 до 25
Умеренно пластичные	От 7 до 15
Малопластичные	От 3 до 7
Непластичные	Не дают пластичного теста

6.В зависимости от минерального состава

Наименование групп	Число пластичности
Каолинитовые	Каолинит
Гидроslюдистые	Гидроslюда
Монтмориллонитовые	Монтмориллонит
Гидроslюдисто-каолинитовые	Гидроslюда, каолинит
Монтмориллонито- каолинитовые	Монтмориллонит, каолинит
Монтмориллонито- гидроslюдистые	Монтмориллонит, гидроslюда
Полименеральные	Содержит три и более глинистых минералов