

УТВЕРЖДАЮ
Декан ХТФ
В.М. Погребенков
« » 2005 г.

**МИНЕРАЛОГО - ПЕТРОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО КАМНЯ**

Методические указания

к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсу «Техническая петрография» для студентов пятого курса ХТФ, специальности 240304 (250800) «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» дневной формы обучения

Томск 2005

УДК 549+552 : (666+669+691)

Методические указания к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсу «Техническая петрография» для студентов пятого курса ХТФ, специальности 240304 (250800) «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» ХТФ дневной формы обучения.

– Томск: Изд. ТПУ, 2005. – 24 с.

Составители: к.т.н., доцент М.Б. Седельникова
к.т.н., доцент Э.Н. Беломестнова

Рецензент к.т.н.,
доцент

В.Н. Смиренская

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры технологии силикатов,
« 28 » февраля 2005 г.

Зав. кафедрой ТС
д.т.н., профессор

В.И.Верещагин

Введение

Объектами исследования технической минералогии и петрографии искусственного камня являются синтетические материалы, соединения и полиминеральные продукты, созданные в производственных или лабораторных условиях. Технические минералы и полиминеральные материалы, представляющие собой продукты различных технологических процессов, существенно отличаются от природного камня многими специфическими особенностями.

При минералого-петрографических исследованиях природного и технического камня главными объектами изучения являются:

- **минеральные индивиды**, которые могут быть монокристаллом, кристаллическим зерном, кристаллитом, выделением стекла, или коллоидного вещества любой формы, дисперсности и происхождения;
- **минеральные агрегаты** - сростки минеральных индивидов, образовавшихся в идентичных физико-химических условиях и имеющих близкие морфологические и структурные признаки.

Морфология, строение и свойства минеральных индивидов в природном камне определяются его генезисом (происхождением). Минеральные индивиды и агрегаты несут в себе информацию о процессах происходивших в природе. По аналогии с горными породами и рудами техническому камню свойственны определенные текстурно-структурные особенности, обусловленные его происхождением и последующими превращениями.

Методические указания предназначены для студентов специальностей химико-технологического профиля, готовящихся для работы в областях, связанных с производством неорганических, силикатных материалов.

Целью методических указаний является закрепление студентами знаний по основным теоретическим положениям лекционного курса «Техническая петрография», а также получение студентами навыков определения текстурно-структурных особенностей материала, описания его макростроения, микротекстуры и микроструктуры, проведения качественных и количественных минералого-петрографических исследований.

Для выполнения данных лабораторных работ используются микроскопы типа МП-3, МИН-10. Студенты работают в подгруппах по 2-3 человека. По результатам каждой лабораторной работы составляется отчет с представлением рисунков, таблиц, графиков. В заключение отчета приводятся основные выводы по работе.

1. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ ОПТИЧЕСКИХ МИКРОСКОПОВ ВИДИМОГО СВЕТА

Поляризационные микроскопы позволяют проводить исследования прозрачных объектов в проходящем свете. Общий вид поляризационного микроскопа МИН – 8 представлен на рис. 1.

Лучи от источника света направляются в конденсор 1. Конденсор состоит из двух собирательных линз и позволяет повысить освещенность объекта, расположенного на столике микроскопа 3, имеющем отверстие. Перед тем как попасть на объект, пучок света проходит поляризатор-призму 2, изготовленную из прозрачной разновидности кальцита, именуемой исландским шпатом, и обеспечивающую поляризацию света. Входящий в поляризатор луч

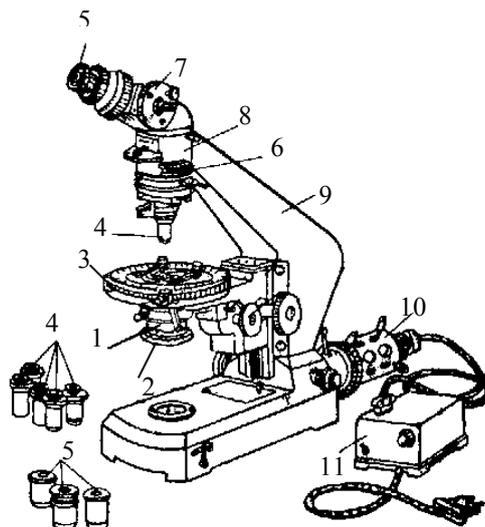


Рис. 1. Общий вид поляризационного микроскопа

МИН-8; 1- конденсор, 2 – поляризатор, 3 – предметный столик, 4 – объектив, 5 – окуляр, 6 – анализатор, 7 – устройство для включения и выключения линзы Бертрана, 8 – тубус микроскопа, 9 – тубусодержатель, 10 – фонарь, 11 - трансформатор

распадается на обыкновенный и необыкновенный лучи. Из поляризатора выходит только необыкновенный луч, поляризованный определенным образом, а обыкновенный луч отводится в сторону и

поглощается оправой поляризатора. Поляризованный свет подается на объект, а после его прохождения - в объектив микроскопа 4.

Между объективом и окуляром 5 могут вводиться анализатор 6 и линза Бертрана 7. Анализатор устроен так же, как и поляризатор, однако плоскости поляризации для прошедших через них лучей взаимно перпендикулярны. При одновременном включении в систему микроскопа анализатора и поляризатора (их часто называют призмами Николя или просто николями) в окуляре наблюдается темное поле зрения. Линза Бертрана дает небольшое дополнительное увеличение и обычно используется при исследованиях в сходящемся свете для наблюдения интерференционных картин. Все оптические детали микроскопа монтируются на массивном штативе.

Общее увеличение микроскопа определяется произведением увеличений окуляра и объектива. Комбинируя сменные объективы и окуляры, получают требуемое общее увеличение. Максимальное увеличение составляет около 1000^{\times} , однако для решения различных задач исследования удобны разные увеличения.

Металлографические микроскопы используются для исследований в отраженном свете. Вертикальные металлографические микроскопы МИМ-5, МИМ-6, МИМ-7 используют для визуального наблюдения шлифов в естественном и поляризованном свете, в светлом поле и для фотографирования, а МИМ-7 также для исследования в темном поле. Их увеличение достигает 660^{\times} . Горизонтальный металлографический микроскоп МИМ-8М обеспечивает увеличение до 1350^{\times} , а при фотосъемке до 2000^{\times} .

2. СПОСОБЫ ПОДГОТОВКИ ПРЕПАРАТОВ

Для исследования с помощью оптического микроскопа объекты могут быть подготовлены в виде иммерсионных препаратов, прозрачных шлифов и шлифов.

Иммерсионный метод исследования требует немного времени для подготовки препарата. Небольшое количество (10-20 мг) вещества, измельченного до состояния пудры помещают на предметное стекло и закрывают сверху тонким покровным стеклом, под которое затем вводят каплю иммерсионной жидкости, растекающейся между стеклами и равномерно смачивающей порошок. Иммерсионные жидкости представляют собой инертные вещества со строго определенным показателем преломления.

Отобранная для исследования часть вещества должна быть представительной. Для вещества, имеющегося в большом количестве,

необходимо отобрать среднюю пробу массой до 100 г, пользуясь специальными правилами отбора, раздробить ее в металлической ступке до размера зерен 2-3 мм и измельчить 0.3-0.5 г вещества в агатовой ступке.

Прозрачные шлифы изготавливают в виде плоскопараллельных пластинок толщиной 0.02-0.03 мм путем обдирки и шлифования кусковой пробы на шлифовальном станке. Пластинка клеится с помощью канадского бальзама (смолы некоторых видов пихты, лишенной эфирных масел) между предметным и покровным стеклами. Рыхлые или измельченные материалы также могут быть использованы для приготовления шлифа, однако перед этим их надо проварить в канифоли или канадском бальзаме.

Аншлифы (полированные шлифы) готовят из веществ, непрозрачных даже в слое толщиной 0.02-0.03 мм. Одна из поверхностей аншлифа должна быть плоской и хорошо отполированной. Форма и размеры аншлифа определяются удобством размещения на столике микроскопа. Наиболее удобны шлифы в виде параллелепипедов. На полированной поверхности не должно быть открытых трещинок, царапин, пор. Аншлиф крепится к стеклянной или металлической пластинке с помощью пластилина так, чтобы полированная поверхность аншлифа была параллельна поверхности пластинки. Аншлифы используют для исследования в отраженном свете.

Травление. Для еще более четкого выявления особенностей структуры материалов применяют травление несколькими реактивами. Например, при исследовании цементного клинкера можно использовать последовательное травление несколькими реактивами, каждый из которых позволяет отчетливо выявить ту или иную входящую в его состав фазу по возникающей окраске или другому признаку (табл. 1).

Травитель наносят на поверхность аншлифа пипеткой или стеклянной палочкой в количестве 1-2 капель и через требуемое время убирают фильтровальной бумагой.

Кроме формы и окраски зерен исследования в отраженном свете позволяют характеризовать пористость, трещиноватость материала и т.д.

Таблица 1
Реактивы-травители, режимы травления и выявляемые
фазы цементного клинкера

Реактив	Время травления	Выявляемая фаза
Дистиллированная вода	2-3 сек	Свободная известь, частично алит, белит и С ₃ А
Смесь этилового спирта и воды в соотношении 1:1 и 3:1	1-3 мин	Свободная известь
1%-ный спиртовый раствор HNO ₃	2-3 сек	Алит, белит, маложелезистое глинозёмистое стекло
10%-ный водный раствор КОН	15 сек при 30°C	Железистая стеклофаза
Раствор 10 мл щавелевой кислоты в 90 мл 90%-ного этилового спирта	5-15 сек	Трёхкальциевый алюминат
Концентрированная плавиковая кислота	2-3 сек	Двухкальциевый феррит
1%-ный спиртовый раствор NH ₄ Cl	10 сек	Алит

Срезы. При помощи специального прибора - микротомы можно приготовить из мягких материалов препараты для исследования в проходящем свете в виде срезов толщиной 1мкм и более. Срезание осуществляется с помощью ножа изготовленного из твердого материала. Срезы толщиной менее 1мкм можно изготовить с помощью ультрамикротомы.

Реплики. Для изучения состояния поверхности твердых тел можно использовать метод реплик (отпечатков). Реплики получают, заливая поверхность раствором коллодия и после высыхания снимая реплику с поверхности. Можно для увеличения контрастности изображения и, как следствие, разрешения, напылять на поверхность реплики слой металла (оттенение реплик).

3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ТЕМА: Исследование структуры технического камня

Цель работы: Провести исследование строения образцов технического камня - макростроения, микротекстуры и микроструктуры

Объекты исследования: Образцы тонкой керамики и грубой керамики, огнеупоры, цементный и гипсовый камни, бетон, стекло листовое, пеностекло, стеклокристаллические материалы; шлифы и аншлифы.

3.1. Общие теоретические положения

По аналогии с горными породами и рудами технического камню свойственны определенные текстурно-структурные особенности, обусловленные его происхождением и последующими превращениям, т.е. генезисом (предысторией) в широком смысле этого слова.

Термин **текстура** в геологии, металловедении и неорганическом материаловедении имеет различный смысл. Применительно к природным (горным) породам текстурой называют особенности строения, обусловленные морфологией, величиной и характером взаимного срастания минеральных агрегатов или других составных частей (текстурных элементов). В металловедении под термином текстура понимают ориентированную структуру, возникающую при затвердевании, деформации, кристаллизации из газовой фазы, термической обработке и других процессах в металлах и сплавах.

На Международной конференции специалистов по керамике в Оксфорде в 1961 г. было предложено текстурой называть количественное соотношение и характер распределения твердых частиц и пор. По К.К. Стрелову, текстура характеризует строение, определяемое пористостью керамических (огнеупорных) материалов.

Масштабы структуры технического камня

Минеральное вещество, материал или изделие любого происхождения и состава имеют несколько уровней (масштабов) строения. Классификация масштабов строения технической камня приведена в таблице 2.

Макростроение обычно наблюдают визуально или с минимальным (пятикратным) увеличением. Макростроение является строением **первого порядка**, включающим геометрию изделия (монокристалла) или частиц материала, зональность, вид излома,

включения и другие макронеоднородности. Изучение макростроения дает важную первичную информацию об исходном состоянии материала (изделия) после изготовления и характере их разрушения в процессе эксплуатации.

Второму порядку строения (увеличение микроскопа 5-50 кратное) соответствует **микротекстура**, определяющаяся в основном морфологией, размерами и распределением минеральных агрегатов и крупных пор. Характер микротекстуры зависит от технологических факторов или условий эксплуатации материала (изделия) и от природы вещества, его физико-химических свойств.

При 50-500 кратных увеличениях микроскопа обычно видна **микроструктура**, т.е. строение **третьего порядка**, обусловленное формой, размерами и характером срастания минеральных индивидов и пор, соизмеримых с размерами последних (структурообразующая пористость). Данный масштаб строения наиболее часто используют при петрографическом описании технического камня. Характер микроструктуры определяет ряд структурно-чувствительных свойств изделий (механические, термические и др.).

При больших увеличениях (500 кратного и более) удается выявить строение **четвертого порядка** или **субмикроструктуру**. Для этих целей применяют электронные микроскопы. Субмикроструктура представляет собой внутреннее строение минеральных индивидов, т.е. кристаллов и выделений аморфного или коллоидального вещества. Элементы строения при этом – различные дефекты кристаллов: блоки мозаики (субиндивиды), включения, поры, микротрещины, дислокации и их скопления, следы пластической, упругой и хрупкой деформаций.

Изучение субмикроструктуры имеет исключительно важное значение для познания различных физико-химических процессов. Это обусловлено тем, что элементарные стадии процессов и превращений (диффузионных, химических, испарения, растворения, перекристаллизации и др.) начинаются на поверхности и по ослабленным (дефектным) участкам и направлениям индивидов и субиндивидов. Следовательно, индивиды и субиндивиды – это фронт протекания элементарных или первичных стадий физико-химических процессов, которые фиксируются при минералого-петрографическом изучении материалов (изделий).

Таблица 2
Характеристика строения технического камня

Порядок	Увеличение, кратность	Масштаб строения	Элементы строения
I	1-5	Макростроение	Макрозоны, макро-неоднородности, макроучастки и др.
II	5-50	Микротекстура	Минеральные агрегаты и текстурная пористость
III	50-500	Микроструктура	Минеральные индивиды и структурная пористость
IV	500-5000 и более	Субмикроструктура	Элементы внутреннего строения минеральных индивидов (кристалла, стекла, коллоидного вещества).

Характеристика всех перечисленных уровней (за исключением IV) - одна из главных целей минералого-петрографического исследования технического камня, особенно его поликристаллических и полиминеральных разновидностей, имеющих гетерогенное макро- и микростроение.

3.2. Методика проведения лабораторной работы

1. Исследовать макростроение образцов визуально, или при небольшом увеличении (до 5^x), указать размеры и формы неоднородностей, включений, зон, трещин и других элементов макростроения. Результаты исследований внести в таблицу 3.

2. Изучить микротекстуру образца в отраженном свете, используя увеличение $5-50^x$. Описать микротекстуру образца, указав морфологию, размеры и распределение минеральных агрегатов и текстурообразующих пор. По результатам наблюдений оформить таблицу 4.

3. Пользуясь увеличением 50-350^x, в отраженном свете изучить микроструктуру образцов, выявить строение минеральных агрегатов и характер их контактов. Результаты представить в виде таблицы 5.

Таблица 3

Макростроение образцов

Образец	Увеличение	Макронеоднородности			Включения			Зоны		
		Форма	Размер	Цвет	Форма	Размер	Цвет	Форма	Размер	Цвет

Таблица 4

Микротекстура образцов

Образец	Увеличение	Минеральные агрегаты				Текстурообразующие поры	
		Форма	Размер	Цвет	Характер срастания	Форма	Размер

Таблица 5

Микроструктура образцов

Образец	Увеличение	Минеральные индивиды				Структурообразующие поры	
		Форма	Размер	Цвет	Характер срастания	Форма	Размер

Вывод: дать развернутую характеристику строения образцов технического камня, путем последовательного описания макростроения, микротекстуры и микроструктуры.

Контрольные вопросы

1. Назовите уровни (масштабы) строения технического камня.
2. Что понимается под термином «текстура» керамических и огнеупорных материалов?

3. Какие характеристики учитываются при описании макростроения материалов?
4. Какие характеристики строения учитываются при описании микротекстуры технического камня?
5. Как оценивается микроструктура камня?
6. Перечислите элементы, характеризующие субмикроструктуру.

4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ТЕМА: Определение содержания свободного оксида кальция и гидроксида кальция в клинкере и продуктах его твердения

Цель работы: Исследовать образцы и определить содержание в них свободного оксида кальция и гидроксида кальция.

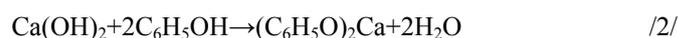
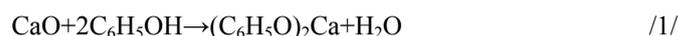
Объекты исследования: Образцы цементного клинкера различных заводов (Магнитогорский, Чернореченский, Яшкинский, Пунане-Кунда), цементный камень, силикатный кирпич, известково-кремнеземистое вяжущее, техногенные отходы.

4.1. Общие теоретические положения

4.1.1. Определение содержания свободного оксида кальция и гидроксида кальция методом Уайта

В результате некоторых химических реакций (взаимодействие жидких фаз с выпадением осадка, воздействие жидкости на твердое вещество) образуются кристаллы характерного вида, что позволяет судить о присутствии в исследуемом веществе тех или иных ионов или твердых фаз. Примером не только качественного, но и количественного их определения является метод Уайта, позволяющий быстро определить количество свободного CaO или Ca(OH)₂ в клинкере или продуктах твердения цемента.

Иммерсионный препарат исследуемого материала приготавливают с использованием в качестве иммерсионной жидкости раствора фенола в нитробензоле (1:1) с добавкой 2-3 капель дистиллированной воды (жидкость Уайта). При наличии свободного CaO или Ca(OH)₂ происходят реакции:



Через 5-10 мин образуются кристаллы фенолята кальция, имеющие игольчатую форму и хорошо различимые под микроскопом при включенном анализаторе благодаря сильной интерференционной окраске. При наличии свободного СаО фенолят кальция образует перистые или сферолитовые скопления, а если имеется Са(ОН)₂ - отдельные крупные кристаллы. Для количественного определения СаО или Са(ОН)₂ подсчитывают количество центров образования (С₆Н₅О)₂Са на определенной площади и сравнивают с результатами, полученными на эталонных образцах с известным количеством определяемого вещества. Чувствительность метода очень высока и позволяет определить СаО при наличии его около 0.1%.

Содержание свободного оксида кальция не должно превышать в обычном портландцементном клинкере 1-2%, в противном случае будет иметь место непостоянство объема или неравномерность изменения объема цемента, вызываемая изменением объема оксида кальция при гидратации. Избыточное содержание оксида кальция снижает прочность цемента.

Содержание свободных СаО и Са(ОН)₂ определяют при изучении процессов обжига и гидратации портландцемента, гидравлической извести, романцемента и т.д.

Определение свободного оксида кальция имеет большое значение для контроля производства цементного клинкера, силикатного кирпича, известково-кремнеземистых вяжущих и для научных исследований.

4.2. Методика проведения лабораторной работы

1. На предметное стекло поместить небольшое количество (на кончике шпателя) свежемельченного клинкера или цемента, накрыть покровным стеклом, смочить реактивом Уайта.

2. Препарат поместить на предметный столик микроскопа. Наблюдения проводить в проходящем свете, при скрещенных николях, при увеличении порядка 300-400^x (объективы 20^x, 30^x, 40^x, 60^x).

3. Зафиксировать время появления кристаллов фенолята кальция. Подсчитать количество кристаллов в поле зрения микроскопа, отметить форму кристаллов, сделать зарисовки.

Вывод: по количеству и форме наблюдаемых кристаллов сделать вывод о содержании в исследуемых образцах свободных СаО или Са(ОН)₂.

Контрольные вопросы

1. В чем суть метода Уайта?
2. Какие реакции происходят при наличии в исследуемом материале свободного CaO или Ca(OH)₂?
3. Какие отличительные особенности имеют кристаллы фенолята кальция?
4. Чем отличаются кристаллы фенолята кальция при наличии в исследуемом материале CaO или Ca(OH)₂?
5. Как определяют количественное содержание CaO и Ca(OH)₂ в исследуемых образцах?
6. Как влияет избыточное содержание оксида кальция на прочность цемента?
7. В производстве каких материалов используют определение свободного оксида кальция?

5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

ТЕМА: Гидратация и твердение гипсовых вяжущих

Цель работы провести наблюдения процессов гидратации и кристаллизации, определить размеры и скорость роста кристаллов гипсовых вяжущих.

Объекты исследования: строительный гипс, химически-чистый ангидрит.

5.1. Общие теоретические положения

5.1.1. Виды гипсовых вяжущих веществ

Гипсовыми вяжущими веществами называют тонкоизмельченные продукты термической обработки естественных или искусственных разновидностей сульфата кальция, способных при затворении водой схватываться, твердеть и превращаться в камень в воздушно-сухой среде (при относительной влажности воздуха не более 60 %).

Гипсовые вяжущие делят на: низкообжиговые, высокообжиговые, безобжиговые.

Низкообжиговые вяжущие быстро схватываются и твердеют, состоят они, главным образом, из полуводного гипса, полученного тепловой обработкой гипсового камня при температуре до 250°C. К ним относятся строительный, формовочный, высокопрочный (технический) и медицинский гипс, а также гипсовые вяжущие из гипсосодержащих материалов.

Высокообжиговые вяжущие медленно схватываются и твердеют, состоят преимущественно из безводного сульфата кальция,

полученного обжигом при температуре от 600°C до 1000°C. К ним относятся ангидритовое вяжущее (ангидритовый цемент), высокообжиговый гипс (эстрих-гипс) и отделочный гипсовый цемент.

Все известные модификации сульфата кальция имеют три типа кристаллических решеток: решетки двуводного гипса, полугидрата и ангидрита. Обезвоженные полугидраты имеют ту же решетку, что и полугидрат, а решетка растворимых ангидритов аналогична той, что свойственна нерастворимому ангидриту.

Безобжиговые гипсовые вяжущие получают при тонком измельчении природных или искусственных разновидностей сульфата кальция.

Основой производства гипсовых вяжущих является тепловая обработка гипсового камня, при которой происходят постепенные процессы его обезвоживания (дегидратация). Степень дегидратации двуводного CaSO_4 зависит от температуры, условий и длительности тепловой обработки. На рис. 2. приведена схема дегидратации гипсового камня. В настоящее время изучены восемь модификаций сульфата кальция. Исследованиями установлено, что самостоятельными фазами являются: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$, растворимый ангидрит α - CaSO_4 , нерастворимый ангидрит β - CaSO_4 (встречается в природе).

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и нерастворимый ангидрит β - CaSO_4 относятся к стабильным, а $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ и растворимый ангидрит α - CaSO_4 - к метастабильным соединениям. Обезвоженные полугидраты и растворимые ангидриты самостоятельного практического применения не имеют. Нерастворимый ангидрит β - CaSO_4 самостоятельно не гидратируется и не твердеет, но при повышении температуры обработки до 800°C и более происходит частичное разложение сульфата кальция и в составе вяжущего появляется активная известь CaO (2-3%), которая активизирует процессы схватывания и твердения. β - нерастворимый ангидрит является основой эстрих-гипса.

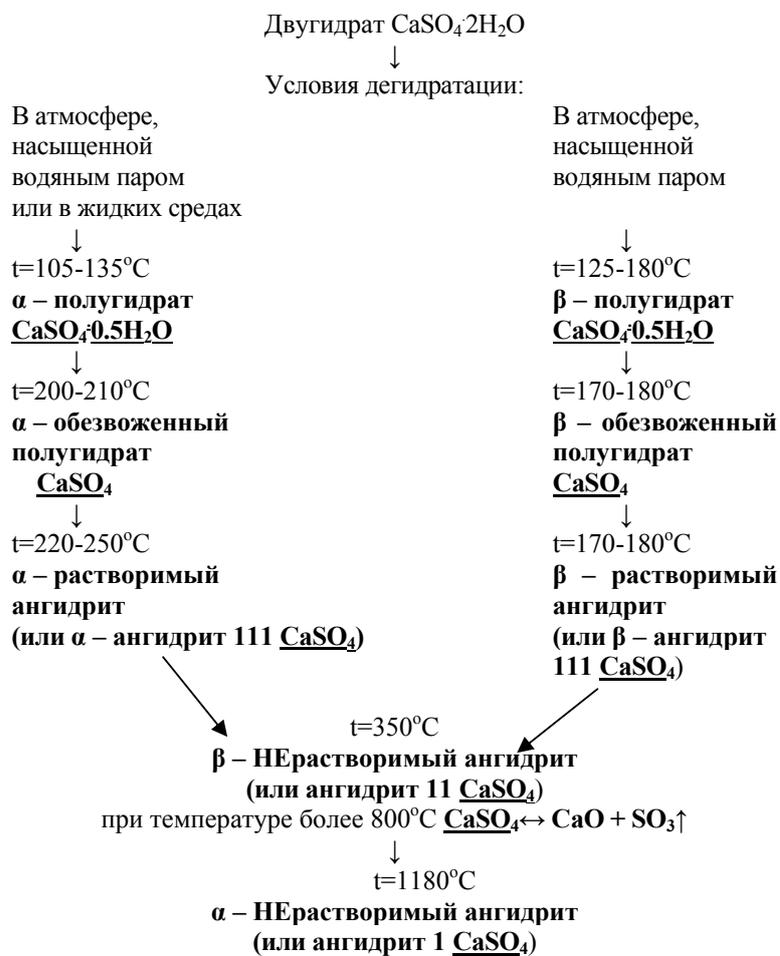


Рис. 2. Схема дегидратации двухводного гипсового камня

5.1.2. Схватывание и твердение гипсовых вяжущих

Схватывание и твердение полуводного гипса обусловлено переходом его при взаимодействии с водой в двуводрат CaSO_4 по схеме:

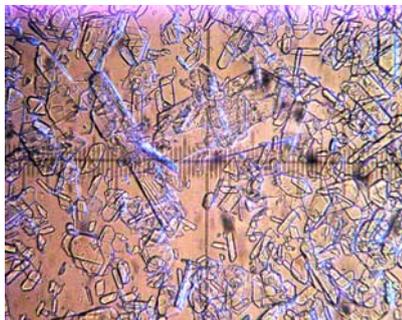
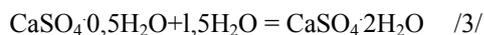


Рис. 3. Кристаллы двуводного гипса. Увеличение $350\times$

По теории Ле Шателье (1887 г.) при смешении полуводного гипса с водой он растворяется с образованием метастабильного насыщенного водного раствора. В растворе $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ взаимодействует с водой и переходит в двуводный гипс. Так как растворимость полугидрата CaSO_4 в воде, считая на CaSO_4 , составляет около 8 г, а равновесная растворимость двуводрата CaSO_4 - около 2 г на 1 л, то раствор становится пересыщенным по

отношению к двуводрату CaSO_4 . Поэтому в жидкой фазе возникают условия для образования зародышей кристаллов двуводного гипса и выделения их из раствора. Это в свою очередь вызывает уменьшение концентрации полугидрата CaSO_4 в жидкой фазе и создает возможность для растворения новых порций этого вещества и образования насыщенного и пересыщенного раствора $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. По мере выделения из раствора все новых и новых количеств двуводного гипса его кристаллы растут, переплетаются, срастаются, что обуславливает схватывание и твердение исходной смеси гипса с водой. Кристаллы двуводрата CaSO_4 имеют вытянутую форму со скошенными концами (рис. 3).

По теории А.А. Байкова (1923 г.), процессы твердения полуводного гипса, а также других минеральных вяжущих веществ, образующих гидратные соединения, можно разделить на три периода.

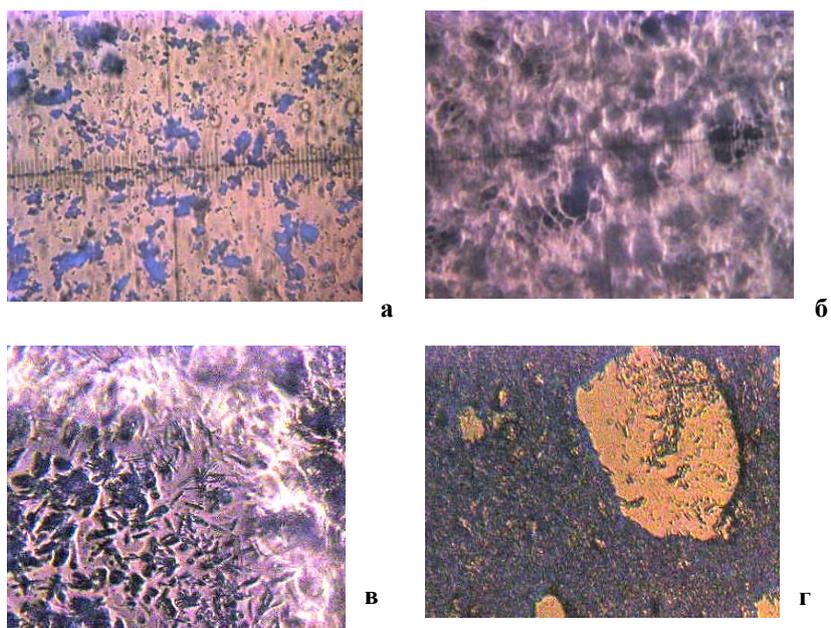


Рис.4. Стадии гидратации и твердения гипсовых вяжущих (увеличение 140^x)

В первый период, начинающийся с момента смешения гипса с водой, вода взаимодействует с полуводным гипсом с прямым присоединением ее к частицам CaSO_4 .

Во втором периоде на границе раздела твердой и жидкой фаз наблюдается помутнение за счет растворения полугидрата CaSO_4 и образования его насыщенного и пересыщенного раствора (рис.4 а). Затем появляется множество кристаллов двуводного гипса в виде высокодисперсных кристаллических частичек и образуется коллоидная масса в виде геля, что сопровождается началом схватывания массы (рис.4 б).

В третий период коллоидные частички двуводрата перекристаллизовываются с образованием более крупных кристаллов (конец схватывания - рис.4 в). Затем происходит интенсивный рост, срастание и обрастание кристаллов, они переплетаются между собой,

образуя войлоковидный сросток, что сопровождается твердением системы и ростом ее прочности (рис.4 г).

Следует подчеркнуть, что, по А.А. Байкову, эти периоды не следуют строго один за другим. Они налагаются так, что в твердеющей массе одновременно протекают процессы коллоидообразования, характерные для второго периода, и процессы перекристаллизации в более крупные частички. Дальнейшее высыхание затвердевшей системы приводит к значительному увеличению прочности.

Гидратация основной массы полуводного гипса и кристаллизация дугидрата CaSO_4 практически заканчиваются одновременно через 20-40 мин после затворения. К этому же времени достигается и максимальная прочность системы во влажном состоянии.

5.2. Методика проведения лабораторной работы

1. Поместить небольшое количество порошка гипсового вяжущего (на кончике шпателя) на предметное стекло, накрыть покровным стеклом.
2. Пипеткой ввести небольшое количество воды под покровное стекло.
3. Поместить препарат на предметный столик микроскопа. Включить секундомер.
4. Наблюдения вести в проходящем свете, при одном никеле, увеличение – 140-200^x. Фиксировать время появления новообразований.
5. Определить величину кристаллов двуводного гипса, скорость их роста.
6. Провести наблюдение интерференционной окраски кристаллов при скрещенных николях.
7. Результаты исследований оформить в виде зарисовок.

Вывод: дать характеристику процессам схватывания и твердения гипсовых вяжущих; указать размеры и скорость роста кристаллов гипсовых вяжущих.

Контрольные вопросы

1. Виды гипсовых вяжущих.
2. Как отличается скорость гидратации и твердения различных видов гипсовых вяжущих и чем объясняется это отличие?
3. На какие стадии делятся процессы схватывания и твердения гипсовых вяжущих, что при этом наблюдается под микроскопом?

4. Как выглядят под микроскопом кристаллы двуводного гипса?
5. Перечислите области применения гипсовых вяжущих.

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

ТЕМА: Изучение природы кристаллических включений в стёклах

Цель работы: провести наблюдение кристаллических включений в стекле, освоить методику диагностики кристаллических включений.

Объекты исследования: образцы стекла, содержащие различные кристаллические включения.

6.1. Общие теоретические положения

6.1.1. Пороки стекломассы

Качество стекломассы характеризуется её химической и физической однородностью, наличием однородных включений, называемых пороками.

В зависимости от назначения изделий в них допускаются разные пороки и их количество. Самые строгие требования предъявляются к оптическому, листовому стеклу, полированному и оконному. В стеклянных банках, бутылках, армированном и орнаментном стекле допускается больше пороков, при условии, если они не понижают механическую и термическую стойкость изделий.

Пороки стекломассы делят на три группы:

- газовые включения (пузыри и мошка);
- стекловидные включения (свили и шлиры);
- твёрдые включения (камни и кристаллы).

Свили – «нити», «волокна» чужеродного стекла, отличающиеся химическим составом, вязкостью, плотностью, светопреломлением.

Шлиры – округлые стекловидные включения, обычно окрашенные соединениями железа, образующиеся в результате попадания капли с верхнего строения печи (свода, стен, заклинков).

Расстекловывание – потеря материалом его стеклообразного состояния и переход в кристаллическое состояние. Камни кристаллизации могут появляться в стекле в результате:

- длительного пребывания стекломассы при температурах, благоприятных для образования и роста кристаллов;
- неправильного химического состава стекла;
- наличия в стекле химически-неоднородных участков, газовых

пузырьков, грязи и пыли.

В зависимости от состава стёкол в них могут кристаллизоваться различные соединения. Из стёкол, богатых оксидом кремния, выделяются кристаллы тридимита, кристобалита (рис. 5).

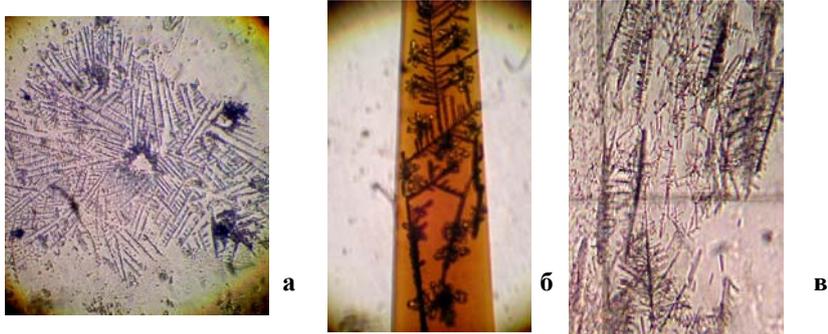


Рис. 5. Кристаллизация стекла в форме тридимита (а, б) и кристобалита (б, в). Увеличение 63^{\times}

В стёклах, содержащих большое количество СаО, образуются кристаллы силикатов кальция, α - β -волластонит. α -волластонит (псевдоволластонит) образуется при температуре выше 1180°C , кристаллы имеют форму пластин (в виде черепицы); кристаллы β -волластонита имеют форму палочек с заострёнными концами (рис. 6 б).

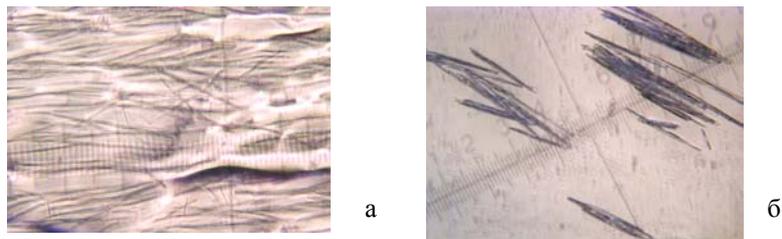


Рис. 6. Кристаллы девитрита (а) и β -волластонита (б) в стекле. Увеличение 63^{\times}

В обычных промышленных стёклах (листовом, тарном) чаще всего кристаллизуется девитрит $\text{Na}_2\text{O}\cdot 3\text{CaO}\cdot 6\text{SiO}_2$ в виде тонких спутанных иголочек (рис.6 а).

Для листового стекла, вырабатываемого по способу вертикального вытягивания, характерны поверхностные кристаллы девитрита. Иногда при участии стекломассы наблюдается обратимый переход волластонит ↔ девитрит.

6.2. Методика проведения лабораторной работы

1. Поместить образец стекла на предметный столик. В проходящем свете, при одном никеле, пользуясь увеличением 60-100^x исследовать кристаллические включения в стекле.
2. Определить размеры кристаллов, провести наблюдение интерференционной окраски кристаллов при скрещенных николях. Зарисовать примеры кристаллов.
3. Идентифицировать кристаллические включения, руководствуясь рисунками 2, 3.
4. Результаты наблюдений оформить в виде таблицы 6.

Таблица 6.

Описание кристаллических включений в стекле и их идентификация

Номер образца	Форма кристаллических включений	Размеры кристаллических включений	Интерференционная окраска	Вид кристаллического включения

Вывод: по характерным диагностическим признакам определить вид кристаллических включений в стеклах.

Контрольные вопросы

1. От каких факторов зависит качество стекломассы?
2. Перечислите виды пороков в стёклах.
3. Что означает термин «расстекловывание»?
4. Причины кристаллизации в стёклах.
5. Какие кристаллические включения встречаются в стёклах, от чего это зависит?
6. Какие меры предпринимают для избежания кристаллизации в стёклах?

Рекомендуемая литература

1. В.А. Перепелицин. Основы технической минералогии и петрографии. М.: Недра, 1987.
2. Е.Ф.Вегман, Ю.Г.Руфанов. Кристаллография, петрография и рентгенография. М.: Metallurgia, 1990.
3. В.С.Князев, И.Б.Кононова. Руководство к лабораторным занятиям по общей петрографии. М.: Недра, 1991.
4. С.М.Ларионова, Б.Н. Виноградов. Петрография цементов и бетонов. М.: Стройиздат, 1974.
5. Б.Н.Виноградов. Петрография искусственных пористых заполнителей. М., 1972.
6. В.С.Горшков, В.В.Тимашов. Методы физико-химического анализа вяжущих веществ. М.: Высшая школа, 1981.
7. П.П.Будников, А.М.Гинстлинг. Реакции в смесях твердых веществ. М.: Стройиздат, 1971.
8. Ю.М. Бутт и др. Практикум по химической технологии вяжущих материалов.- М.: Стройиздат, 1973.

МИНЕРАЛОГО - ПЕТРОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО КАМНЯ

методические указания к лабораторному практикуму
и самостоятельной работе по курсу «Техническая
петрография» для студентов пятого курса ХТФ, специальности
250800 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и
силикатных материалов» ХТФ дневной формы

Составители Седельникова Мария Борисовна
Беломестнова Эмилия Николаевна

Подписано к печати

Формат 60x84/16. Бумага офсетная
Плоская печать. Усл. печ. л.. Уч. изд. л.
Тираж 50 экз. Заказ. Цена свободная
Издательство ТПУ. 634034, Томск, пр. Ленина, 30.