

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ШЛИКЕРНЫХ МАСС

Методические указания
к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсам
«Физико-химические основы технологии керамики и огнеупоров»,
«Технология тонкой и строительной керамики» для студентов пятого
курса ХТФ специальности 240304 (250800) «Химическая технология
тугоплавких неметаллических и силикатных материалов», по курсу
«Технология художественной керамики» для студентов пятого курса
МСФ специальности 121200 «Технология художественной обработ-
ки материалов» дневной формы обучения

Томск 2006

УДК 666. 56

Методические указания

к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсам «Физико-химические основы технологии керамики и огнеупоров», «Технология тонкой и строительной керамики» для студентов пятого курса ХТФ специальности 240304 (250800) «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов», по курсу «Технология художественной керамики» для студентов пятого курса МСФ специальности 121200 «Технология художественной обработки материалов» дневной формы обучения
– Томск: Изд. ТПУ, 2005. – 28 с.

Составители: д.т.н., профессор В.М. Погребенков
к.т.н., доцент М.Б. Седельникова

Рецензент д.т.н.,
профессор

В.А. Лотов

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

Зав. кафедрой ТС
д.т.н., профессор

В.И.Верещагин

Введение

Шликерное литье является одним из наиболее распространенных и передовых способов получения керамических материалов, благодаря которому можно производить изделия сложной формы широкого назначения. Прогрессивными способами являются горячее литье под давлением, пленочное литье. Качество отливок зависит от ряда реологических свойств шликерных масс – вязкости, текучести, загустеваемости, седиментационной устойчивости, тиксотропности.

Свойства глинистых суспензий определяются минералогическим составом, морфологией и дисперсностью твердой фазы, концентрацией суспензий, родом и концентрацией ионов и поверхностно – активных веществ, температурой. Воздействуя на эти факторы, можно изменить свойства шликеров.

Методические указания предназначены для студентов специальности 240304 (250800) «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» ХТФ и специальности 121200 «Технология художественной обработки материалов» МСФ дневной формы обучения.

Целью методических указаний является получение студентами навыков определения свойств шликерных керамических масс, знакомство с основными методиками, применяемыми в лабораторных и производственных условиях, закрепление теоретических знаний.

1. ЛИТЬЕ КЕРАМИЧЕСКИХ МАСС

Среди методов формования керамических изделий литьем можно выделить три главные группы.

К первой группе относится литье из водных суспензий в пористые формы. При этом тело отливки приобретает плотность и требуемую прочность, достаточную для извлечения из формы, последующего транспортирования и сушки.

Ко второй группе относится горячее литье с использованием термопластичного связующего. Благодаря изменению агрегатного состояния связующего, происходящего при соприкосновении шликера с холодной формой, материал упрочняется, и тело отливки извлекается из формы.

К третьей группе относится литье тонких пленок из шликеров на полимерных связующих. Упрочнение пленки происходит в результате быстрого испарения растворителя, в котором растворено связующее.

Шликерное литье из водных суспензий применяется при формировании тонкой керамики, санитарно-технических изделий, декоративной керамики, а также при изготовлении термостойких специальных огнеупорных изделий, технической керамики.

Метод основан на способности глинистых компонентов массы образовывать в водной среде устойчивые суспензии, обладающие реологическими свойствами, и на поглощении жидкой фазы капиллярами гипсовой формы с образованием на ее поверхности твердого слоя.

Шликерные массы представляют собой концентрированные суспензии с объемным соотношением дисперсной фазы к дисперсионной среде от 9.5 до 2.5, содержащие в своем составе твердый наполнитель (Т), временную связку (Ж) и технологические добавки.

Временные связки шликерных масс бывают водными и неводными.

Водные временные связки (вода или ее растворы с кислотами, основаниями или солями), подразделяются на:

- кислые рН = 2÷4;
- нейтральные рН = 6÷7;
- щелочные рН = 10÷13.

Неводные временные связки встречаются двух видов:

- термопластичные – обратимо твердеющие (парафин, стеарин, церезин);
- терморезистивные – необратимо твердеющие (фенол-формальдегидные и другие смолы).

Технологические добавки в шликерных массах выполняют роль дефлокуляторов (разжижителей), стабилизаторов, коагулянтов или пластификаторов. К числу технологических добавок относятся различные электролиты (растворимое стекло, сода и т.д.) и поверхностно-активные вещества (сульфитно-спиртовая барда, щелочные препараты метил - или карбоксил-целлюлозы и т.п.).

Независимо от вещественного состава, различия технологических и физико-химических свойств к керамическим шликерным массам предъявляют ряд общих требований, важнейшими из которых являются:

- однородность, агрегативная устойчивость шликера по всему объему;
- хорошая текучесть при относительно низком содержании связующего и обеспечение полного заполнения массой всех деталей форм;
- качественные внутренняя и наружная поверхности набранной массы;
- высокая скорость набора черепка, быстрая сушка массы в форме после слива шликера и минимальное корродирующее воздействие на форму;
- свободное отделение от формы, высокая плотность и связность (малая деформируемость) отливок.

Известны способы формования литьем – сливной, наливной, доливной (комбинированный).

Сливной способ повсеместно применяется для изготовления полых тел с относительно тонкой стенкой. По этому способу форму заполняют литейной массой. После окончательного образования отливки остаточный шликер сливают. Форму оставляют в перевернутом положении, пока не стекут остатки шликера. Таким образом изготавливают посуду, санитарную, специальную техническую и огнеупорную керамику (рис. 1).

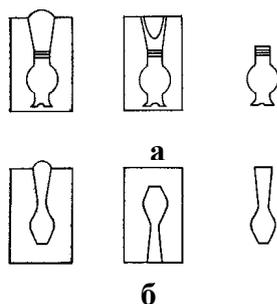


Рис. 1. Наливной (а) и сливной (б) способы формования изделий литьем

Наливной способ применяется при отливке сплошных изделий, например, специальных изоляторов низкого напряжения, овальных блюдец, ручек для посуды. Часто при этом применяют гип-

совый сердечник. Отличие данного способа состоит в том, что толщина массы определяется расстоянием между отдельными деталями формы, а не продолжительностью набора массы.

При доливном (комбинированном) способе отдельно отливают детали изделия, затем их помещают в форму, в которой отливается корпус изделия. Этот способ применяется редко из-за сложности используемых форм.

2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

Определение текучести, загустеваемости и устойчивости керамических шликеров

2.1 Основные теоретические сведения

В лабораториях керамических заводов шликерные массы контролируются по текучести (литейной способности), загустеваемости, устойчивости, разжижаемости и скорости набора массы изделия.

Шликерные керамические массы относятся к структурированным системам, которые, аналогично коллоидам, проявляют тиксотропные свойства. В отличие от нормальных ньютоновских жидкостей, характеризующихся законом вязкого течения, керамические шликеры подчиняются уравнению бингамовского течения:

$$P = \eta_n \frac{du}{dx} + P_k, \quad /1/$$

где P – напряжение сдвига между слоями, поддерживающее процесс ламинарного течения;

η_n – пластическая вязкость (бингамовская);

du/dx – градиент скорости между слоями;

P_k – максимальное напряжение сдвига до начала разрушения структуры.

Известно большое число методов определения вязкости. В керамической промышленности нашли применение лишь те из них, которые лучше отражают процесс технологии литья керамических изделий, а именно: с помощью шариковых, торзионных, ротационных или проточных вискозиметров (истечения).

Определение вязкости на вискозиметре истечения базируется на наличии обратной связи между вязкостью жидкости и скоростью ее истечения через тонкую трубку. Объем жидкости V , протекающий за время τ по уравнению Пуазейля:

$$V = \frac{\pi r^4 \tau \Delta P}{8 l \eta}, \text{ где} \quad /2/$$

η – динамическая вязкость жидкости;
 ΔP – разность давлений на концах трубки;
 r – радиус трубки;
 l – длина трубки.

В простейших вискозиметрах истечения величина ΔP не является постоянной на протяжении всего опыта, так как в них не поддерживается постоянное давление столба вытекающей жидкости. Поэтому данный способ (методы Энглера и Коля) применим лишь для ориентировочной оценки (контроля) относительных (условных) показателей эффективности вязкости. Следует отметить, что подобная условная эффективная вязкость хорошо описывает текучесть керамического шликера в производственных условиях. Поэтому, несмотря на ограниченную чувствительность, вискозиметры истечения прочно привились в лабораториях керамических заводов. Кроме того, эти вискозиметры дают возможность определять ещё один важный показатель шликерных керамических масс – загустеваемость.

2.2 Определение текучести шликера на вискозиметре Энглера

Вискозиметр истечения Энглера (рис. 2) представляет собой два вставленных друг в друга сосуда, соединенных между собой трубкой диаметром 6 мм. Внешний сосуд выполняет роль термостата, внутренний – емкость для испытуемого шликера.

Вискозиметр устанавливается таким образом, чтобы сливная трубка была строго вертикальна по отношению к плоскости дна. Для этого во внутреннем сосуде имеются три игловидных штифта, выполняющих роль уровня заливки испытуемой жидкости.

Внутренний цилиндр закрыт крышкой с двумя отверстиями. Одно из них предназначено для введения запорного стержня, другое – для установки термометра.

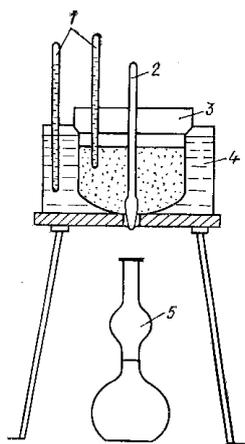


Рис. 2. Вискозиметр Энглера; 1-термометр, 2-запорный стержень, 3-внутренний сосуд, 4-термостат, 5-мерный сосуд-приемник

Ход работы:

1. Отверстие сливной трубки закрывают запорным стержнем, под выпускное отверстие устанавливают мерную колбу емкостью 100 мл.
2. Испытуемый шликер заданного вещественного состава, увлажненный до сметанообразного состояния, пропускают через сито № 05 и заливают в цилиндр вискозиметра.
3. Залитый шликер перемешивают три минуты, затем дают отстояться 30 секунд, после чего открывают сливное отверстие, включая секундомер (следят, чтобы шликер не загрязнял внутренние стенки узкой части мерной колбы).
4. Как только уровень шликера в колбе достигнет метки, отключают секундомер и закрывают сливное отверстие.
5. Результаты испытаний заносят в таблицу 1.

2.3 Определение текучести шликера по наклонной плоскости

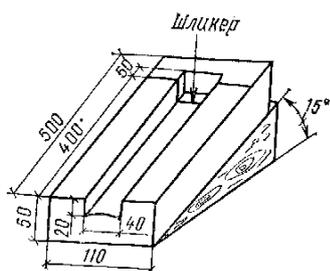


Рис. 3. Гипсовая доска для определения текучести шликера

За текучесть по наклонной плоскости условно принимают время прохождения шликера определенного объема (100 см^3) по гипсовой доске, наклонной под углом 15° , на расстояние 40 см. Для определения этого параметра используют гипсовую доску толщиной 50 мм, шириной 110 мм и длиной 500 мм, в которой выполняют лунку в виде прямоугольника длиной 450-480 мм от края и шириной 40 мм, на глубину 20 мм (рис. 3). На расстоянии 400 мм от края лунки по-

перек доски наносят метку.

Определение текучести шликера по наклонной плоскости очень удобно в производственных условиях и позволяет оперативно корректировать параметры керамической суспензии. Для испытания под гипсовую доску подглаживают специальный деревянный брусок так, чтобы угол ее наклона к горизонту составлял 15° (рис. 3). Шликер в количестве 100 см³ помещают в специальную металлическую мензурку, сразу после этого его выливают в лунку гипсовой доски над меткой. Одновременно включают секундомер и фиксируют время, за которое шликер пройдет от метки до края доски. За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений. Перед каждым измерением лунку гипсовой доски тщательно очищают ножом. Для фарфоровых шликеров нормальной текучестью считают время в пределах 8-10 с.

Для испытания необходимы: доска гипсовая, брусок деревянный, мензурка металлическая, секундомер, нож.

2.4 Определение загустеваемости

Ход работы:

1. Замеряют скорость истечения шликера после 30 секунд выстаивания.
2. Замеряют скорость истечения шликера после 30 мин выстаивания в сосуде вискозиметра. Во всех случаях измерения скорости истечения шликера повторяют по три раза.
3. Число загустеваемости рассчитывают по уравнению

$$C_z = \frac{\tau_2}{\tau_1} \quad /3/$$

4. Результаты испытаний заносят в таблицу 1.

Таблица 1

Определение текучести и загустеваемости шликера

Шликер	Температура опыта, °С	Скорость (время) истечения шликера после выстаивания а приборе в течение		
		$\tau_1=30$ сек	$\tau_2=30$ мин	Число загустеваемости

Эмпирически установлено, что текучесть фаянсовых, полуфарфоровых и фарфоровых шликеров колеблется от 7 до 25 с, загустеваемость – от 1,5 до 3,5.

Контрольные вопросы

1. Что представляют собой шликерные керамические массы?
2. Какие требования предъявляются к свойствам керамических шликеров?
3. Методы определения вязкости, текучести, загустеваемости шликера.
4. Влияет ли минералогический состав глиняных шликеров на их текучесть?

2.5 Определение устойчивости шликерных масс

В процессе длительной выдержки без перемешивания однородность керамического шликера нарушается. При этом изменяется не только послойное соотношение «Т:Ж», но и наблюдается некоторое изменение зернового состава шликерной массы.

Указанное явление отрицательно сказывается на однородности отливок по плотности и вещественному составу. Единой методики оценки устойчивости шликера до сих пор не существует. Условно можно выделить два основных варианта – один из них базируется на измерении объема слоя отделившейся временной связки от основной массы при ее хранении (метод расслоения), другой – на определении относительного количества содержания связки или наполнителя в различных по высоте слоях шликера после определенного времени выстаивания (метод разделения).

2.5.1 Определение устойчивости шликерных масс методом расслоения

Определение устойчивости шликерных масс методом расслоения производят с помощью мерного цилиндра емкостью 10 см³ с ценой деления не менее 0,1 см³.

Ход работы:

1. Испытуемый шликер заливают в мерный цилиндр и выдерживают в нем без перемешивания в течение 24 часов в эксикаторе при комнатной температуре.

2. После выдержки измеряют объем отделившейся (более прозрачной) связки и вычисляют показатель устойчивости Y_1 по формуле П.О. Грибовского:

$$Y_1 = \frac{V_o}{V_c}, \quad /4/$$

где V_o, V_c соответственно объем залитого в цилиндр шликера и объем отделившейся при хранении связки. Шликер хорошего качества имеет $Y_1 = 100 \div 200$.

2.5.2 Определение устойчивости шликера методом разделения

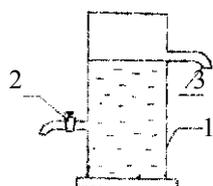


Рис. 4. Разделительный сосуд

Определение устойчивости шликера методом разделения осуществляется с помощью мерного цилиндра (рис. 4) емкостью 200 мл (1), снабженного сливным краном (2), который позволяет разделить испытуемый объем шликера по высоте на две равные половины.

Ход работы:

1. Испытуемый шликер с известным содержанием связки в количестве 50 мл тщательно перемешивается и заливается в мерный разделительный цилиндр до момента начала вытекания шликера из сливной трубки (3).
2. Шликер выстаивается в разделительном сосуде в течение 24 час, а затем через разделительный сливной кран (2) верхние слои шликера сливаются в предварительно взвешенный фарфоровый стакан емкостью 150-200 мл.
3. Стакан со шликером взвешивается и помещается в сушильный шкаф, где происходит испарение воды.
4. После высушивания до постоянного веса стакан снова взвешивают. Показатель устойчивости рассчитывают по формуле:

$$Y = \frac{C_s}{C_o} = \frac{100(m_{us} - m_n)}{C_o(m_{us} - m)} \quad /5/$$

где C_v , C_o – содержание H_2O в верхнем отстоявшемся слое и в исходном шликере;

$m_{ш}$ – вес стакана вместе со шликером до сушки, г;

m_n – вес стакана вместе со шликером после сушки, г;

m – вес пустого стакана, г.

Качественный шликер имеет $Y = 0.95 - 0.98$.

Контрольные вопросы

1. Что понимают под термином «устойчивость» керамических шликеров?
2. Как влияет устойчивость шликера на качество отливок?
3. Влияет ли зерновой состав шликера на его устойчивость?
4. Методы определения устойчивости.
5. Какие существуют показатели устойчивости керамических шликеров?

3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 **Определение разжижаемости шликерных масс**

3.1. Основные теоретические сведения

Под разжижением керамического шликера принято понимать физико-химические способы воздействия на систему, обеспечивающие снижение ее водоудерживающей способности. Сущность этих способов заключается во введении некоторых водорастворимых добавок в дисперсную среду, что позволяет не только уменьшить водоудерживаемую способность шликера, но и улучшить (стабилизировать) его реологические свойства (снизить тиксотропию).

Методы разжижения глинистых шликеров опираются на закономерности коллоидной химии, описывающие ионообменные и адсорбционные явления, протекающие на поверхности частиц дисперсной фазы.

Установлено, что в результате различных дефектов кристаллической решетки частицы глины имеют отрицательный заряд, благодаря которому их поверхностью адсорбируются положительные ионы, способные к обмену. В природных глинах присутствуют щелочноземельные ионы Ca^{2+} или другие ионы, прочно адсорбированные глиной и уменьшающие потенциал отрицательного заряда.

Молекулы воды также прочно связываются с поверхностью минеральных частиц, располагаясь на ней в определенном ориентирован-

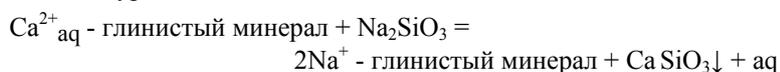
ном порядке. Этот процесс называется сольватацией, а оболочка из ориентированных молекул воды называется сольватной оболочкой.

К сольватной оболочке примыкает диффузная водная оболочка, в которой ориентация молекул постепенно нарушается по мере удаления от поверхности частицы.

Таким образом, в системе вода – минеральные частицы вода находится в виде сольватных оболочек (прочно связанная вода), диффузных оболочек (рыхло связанная вода), свободной воды между твердыми частицами (разжижающая вода). Уменьшая толщину оболочек рыхло связанной воды и переводя ее в категорию разжижающей воды, можно увеличить ее содержание, в результате чего шликер становится подвижнее.

Находящиеся в водной среде катионы также окружены водными оболочками. Эти оболочки тем больше, чем меньше радиус катиона. При адсорбции минеральная частица захватывает катион вместе с его сольватной оболочкой.

Разжижение суспензий из каолина и глины основано на том, что обменные ионы кальция и частично магния замещаются ионами натрия. Типичная реакция разжижения глинистого минерала протекает согласно уравнению:



Введение в систему глина-вода одновалентных катионов Na^+ способствует утолщению диффузного слоя, повышению стабильности системы. Вытесненный из сорбированного комплекса Ca^{2+} мигрирует за пределы диффузного слоя, и встретив анион SiO_3^{2-} , образует соединение CaSiO_3 , выпадающее в осадок. При этом освободившаяся гидратная оболочка обуславливает увеличение количества свободной воды (aq), благодаря чему суспензия разжижается при неизменной влажности.

Избыточная концентрация электролита вызывает критическое уменьшение диффузного слоя. Глинистые частицы начинают слипаться в агрегаты и происходит коагуляция шликера.

В качестве разжижителей обычно используют водорастворимые химические добавки двух видов: электролиты (жидкое стекло, соду) и ПАВ.

Области оптимальных концентраций химических добавок в шликере определяют экспериментально с помощью построения кривых разжижения. Кривые разжижения строят по значению вязкости, или по значениям скорости истечения шликера (текучести).

Ход работы:

1. Тонкоизмельченную глину или керамическую массу высушивают до постоянного веса в сушильном шкафу при 105°C.
2. Высушенную массу (50 г) помещают в мерный цилиндр емкостью 250-300 мл, добавляют 50 мл дистиллированной воды.
3. Полученную смесь тщательно перемешивают и оставляют на выстаивание в течение 30 мин. Консистенция шликера должна быть сметанообразной. Если шликер очень густой, его необходимо разбавить водой, для чего добавляют 5 мл воды, перемешивают и визуально наблюдают текучесть.
4. Разбавление водой производят до тех пор, пока шликер не приобретет достаточную подвижность ($W = 30-70\%$).
5. Определяют интервал рабочей влажности шликера путем исследования зависимости изменения скорости истечения шликера от увеличения содержания в нем воды (воду к шликеру добавляют, как было указано ранее).
6. По экспериментальным данным строят график, откладывая на оси абсцисс значения величины влажности шликера, а на оси ординат – время истечения шликера (рис. 5).
7. За интервал рабочей влажности принимают влажность шликера, при которой скорость его истечения из вискозиметра лежит в пределах от $\tau=5$ с до $\tau=25$ с, что соответствует W_{\max} и W_{\min} .
8. Находят оптимальную рабочую влажность шликера, отвечающую скорости истечения $\tau=10$ с (рис. 5).
9. Готовят шликер из сухой смеси с оптимальной влажностью и определяют разжижаемость. В шликер при постоянном перемешивании вводят разжижитель в количестве от 0,05 до 0,5% через каждые 0,05% и определяют скорость истечения.
10. По результатам опыта строят график содержание электролита – скорость истечения (рис.6). За оптимальное количество добавки электролита принимают величину, соответствующую количеству добавки, при которой скорость истечения шликера составляет $\tau=7$ с.

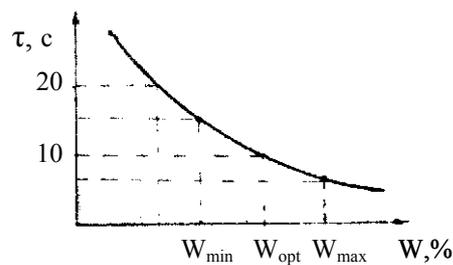
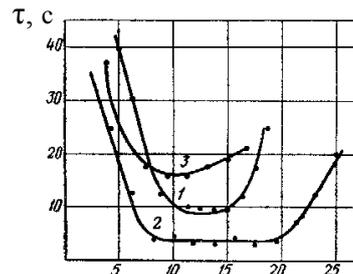


Рис. 5. Зависимость текучести шликера от влажности



Содержание электролита в мэкв на 100г сухого вещества шликера
Рис. 6. Кривые разжижения глинистого шликера различными электролитами при постоянной влажности

Контрольные вопросы

1. Особенности взаимодействия глины с водой.
2. Какими методами можно изменять реологические свойства керамических шликеров?
3. В чем заключается механизм разжижения шликера с помощью электролитов?
4. Какие материалы применяют в качестве разжижителей?
5. Как концентрация электролита влияет на разжижаемость шликера, каким образом определяют оптимальную концентрацию?

4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Определение водоотдачи и скорости набора массы изделий из водных керамических шликеров

4.1 Основные теоретические сведения

Литьё керамических изделий из водных масс на производствах осуществляют с помощью пористых литейных форм (гипсовых, керамических, пластмассовых, металлических).

Керамический шликер, будучи залит в пористую форму, постепенно теряет воду, загустевает и превращается в пластичное тесто. Это

происходит за счет поглощения (отсоса) поверхностью стенок формы влаги из шликера. На границе соприкосновения шликера с поверхностью стенок формы образуется менее влажный, но более плотный слой массы. С течением времени обезвоживание и уплотнение шликера продвигается внутрь объема шликера; оно распространяется до тех пор, пока весь шликер, наполняющий форму, не превратится в тестообразную массу.

Шликер в форме выдерживают до момента превращения в массу с консистенцией, способной сохранять приданную конфигурацию. Процесс превращения шликера в пористой форме в пластичное тесто, воспроизводящее ее контуры, называется набором массы (черепка) изделия.

Скорость нарастания толщины слоя набираемой отливки изменяется во времени за счет замедления скорости водоотдачи из-за увеличения гидравлического сопротивления влаги через набираемый слой и уменьшения отсасывающей способности стенок формы по мере насыщения водой.

Продолжительность набора керамического слоя отливки колеблется от нескольких минут до нескольких часов и зависит от типа литейного шликера, вида формуемых изделий и условий формования.

Толщину набираемого слоя h от времени τ принято описывать выражением:

$$h = k \tau^n, \text{ см} \quad /6/$$

где k – коэффициент, зависящий от свойств шликера (вещественный и зерновой состав, влажность, содержание электролитов и т.д.);

$n = 0,3 \div 0,8$ – коэффициент, учитывающий свойства литейной формы (пористость, влажность, кратность работы и т.д.) и влияние условий подготовки и литья шликера (температура, давление и др.)

Средняя скорость набора массы отливки на рабочей поверхности выражается уравнением:

$$U_n = \frac{m}{S\tau}, \text{ г/см}^2\text{с} \quad /7/$$

где m – масса отливки, г;

S – площадь поверхности формы, на которой осаждается керамическое вещество шликера, см^2 .

Иногда вместо U_n пользуются значением коэффициента набора отливки K_n , который является постоянной величиной для каждого конкретного шликера:

$$K_n = \frac{m_1}{\sqrt{\tau}}, \text{ г/с}^{1/2} \cdot \text{см}^2 \quad /8/$$

где m_1 – масса отливки, отнесенная к единице площади рабочей поверхности литейной формы, г/см^2 .

Зная плотность отливки γ и коэффициент набора керамической массы, легко вычислить время, необходимое для набора отливки заданной толщины:

$$\tau_n = \frac{h\gamma}{K_n}, \text{ с} \quad /9/$$

Кроме того, зная влажность шликера, $W_{ш}$, определив скорость набора отливки и влажность отливки W_o , можно рассчитать среднюю скорость водоотдачи шликера в пористую форму.

Простыми и наиболее близкими к реальным условиям методами определения скорости набора отливки является метод гипсовых тигельков и метод гипсовых стерженьков. Оба метода основаны на определении поглощения воды из шликера гипсом, а также на определении количества массы, отложившейся из шликера на рабочей поверхности формы за определенное время.

4.2 Определение скорости набора массы методом гипсовых стерженьков

Метод гипсовых стерженьков по сравнению с методом гипсовых тигельков более быстрый и точный.

Ход работы:

1. Берут 15 стерженьков, делают на одном конце метки (40 мм по длине) и каждый стерженец взвешивают с точностью до 0.01 г.
2. Испытуемый шликер заливают в стеклянный стакан емкостью 250-300 мл.
3. Стакан со шликером помещают на столик штатива, в котором укрепляют три стерженька.
4. Стерженьки помещают до меток в шликер и выдерживают в течение 2.5 мин, после чего вынимают. Дают избытку шликера стечь с гипсовых стерженьков, помещают их на предварительно взвешенные часовые стекла и взвешивают.
5. Такую же операцию проводят при выдержке стерженьков в шликере в течение 5, 10, 15 и 20 минут.

6. Вес сухого вещества набранного слоя массы и скорость набора вычисляют по формулам:

$$m_n = \frac{(m_{св} - m_{сс})(100 - W_{ш})}{100}, \text{ г} \quad /10/$$

$$U_n = \frac{m_n}{S\tau}, \text{ г/см}^2\text{с} \quad /11/$$

где $m_{сс}$ - вес гипсового стерженька перед опытом, г;
 $W_{ш}$ - влажность шликера, %;
 S - рабочая поверхность стерженька, см^2 ;
 τ - время набора массы, с;
 $m_{св}$ - вес стерженька с сырой отливкой, г.

4.3 Определение скорости набора массы методом гипсовых форм

Метод основан на определении поглощения воды из шликера гипсом, а также на определении количества массы, отложившейся из шликера на рабочей поверхности формы за определенное время.

Ход работы:

1. Подготовленные взвешенные ($m_{тс}$) тигельки 15 шт помещают по три в ряд и заполняют испытуемым шликером (момент заливки засекают по секундомеру).
2. В каждом трех тигельках шликер выдерживают в течение 2,5, 5, 10, 15, 20 мин.
3. После соответствующей выдержки из тигельков сливают остаток шликера и устанавливают их в перевернутом положении на деревянной подставке, где выдерживают 5-7 мин до полного удаления избыточного шликера.
4. Затем тигельки ставят в нормальное положение и с бортов вровень с краями ножом срезают остатки прилипшей массы.
5. Тигельки с набранной отливкой взвешивают и вновь ставят в перевернутое положение на деревянную подставку, на которой отливка подвяливается до момента ее полного отставания от стенок тигелька.
6. Отставшую отливку осторожно вынимают из тигелька, помещают на предварительно взвешенное часовое стекло и тотчас взвешивают, определяя таким образом вес влажной отливки $m_{ов}$.
7. Такую же операцию проделывают и с тигельками, при этом находят $m_{тв}$.

8. Отливку высушивают в сушильном шкафу при температуре 105-110°C до постоянного веса, определяя при этом вес сухой отливки m_{oc} . Величины m_{oc} , $m_{ов}$, $m_{тв}$, $m_{тс}$, рассчитывают, как среднее арифметическое из трех параллельных опытов.

9. На основании полученных данных рассчитывают количество влаги, поглощаемое тигельком W_t , влажность отливки в подвяленном состоянии W_o , скорость набора массы отливки, скорость влагоотдачи шликера в пористую форму и толщину стенок отливки. Для этой цели используют следующие формулы:

- количество поглощаемой тигельком влаги из шликера

$$W_t = m_{тв} - m_{тс}, \text{ г} \quad /12/$$

- влажность подвяленной отливки

$$W_o = m_{ов} - m_{oc}, \text{ г} \quad /13/$$

-средняя скорость набора массы отливки:

$$U_n = \frac{m}{\pi[(R+r)\sqrt{H^2 + (R-r)^2} + r^2]\tau}, \text{ г/см}^2\text{с} \quad /14/$$

где $m = m_{ов}$,

R – верхний внутренний радиус тигелька, см;

r – нижний внутренний радиус, см;

H – высота рабочей части тигелька.

10. По расчетным данным строят кривые набора массы отливок (рис. 7).

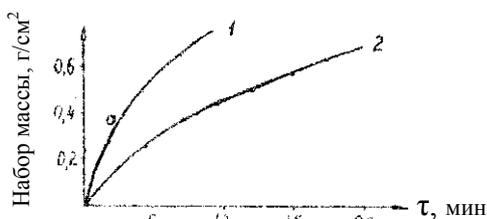


Рис. 7. Кривые набора массы отливки
1 – по влажной массе, 2 – по сухой массе

11. Среднюю скорость влагоотдачи шликера рассчитывают по формуле:

$$U_s = U_n \left(\frac{W_{ш}}{100 - W_{ш}} - \frac{W_o}{100 - W_o} \right), \text{ г/см}^2\text{с} \quad /15/$$

где $W_{ш}$ – влажность шликера, %;

W_o – влажность отливки, %.

4.4 Формование тиглей и стерженьков для определения водоотдачи и скорости набора массы изделий из водных керамических шликеров

Гипсовые тигельки и стерженьки изготавливают из высококачественного формовочного гипса. Для этого гипс просеивают через сито № 02, добавляют воду (40 мас.% воды на 60 мас.% гипса) тщательно перемешивают и из полученной массы отливают (в полых формах) тигельки и стерженьки.

Размер тигельков: высота 30 мм, верхний диаметр 40 мм, нижний диаметр 30 мм, толщина стенок 3 мм.

Размер стерженьков: диаметр 12.5 мм, длина 120мм.

Отформованные тигельки (стерженьки) высушивают в сушильном шкафу при температуре 60-65°C в течение 6 часов и обрабатывают на токарном станке так, чтобы их основные размеры точно соответствовали заданным.

4.5 Определение влажности керамических шликеров

При определении влажности керамических шликеров можно использовать различные методы. Наиболее точным и простым является определение влажности по потере массы шликера при его высушивании. Недостатком метода является продолжительность испытаний до 3-5 часов, иногда более. Ускоренные методы высушивания (радиационный, карбидный) позволяют сократить время эксперимента, однако требуют использования специальных приборов.

Часто влажность керамических шликеров устанавливают по их плотности. Этот метод определения содержания воды в шликере основан на том, что плотность входящих в шликер минеральных веществ, а следовательно и композиций из них заранее известна. Кроме того, принимается, что керамическая суспензия является системой, не содержащей газовой фазы (воздушных пузырьков).

Объем определенного количества шликера можно выразить с одной стороны, через его плотность, а с другой – как сумму объемов воды и сухого вещества. Тогда:

$$\frac{m_{шл}}{\rho_{шл}} = \frac{m_{шл} W_{шл}}{\rho_v 100} + \frac{m_{шл} (100 - W_{шл})}{\rho_m 100}, \quad /16/$$

где $m_{шл}$, $\rho_{шл}$, $W_{шл}$ – соответственно масса, г; плотность г/см³; относительная влажность, % шликера;
 ρ_v – плотность воды, г/см³,

ρ_m – истинная плотность минерального вещества, г/см³.

Решая представленное уравнение относительно $W_{шл}$, получим необходимую расчетную формулу:

$$W_{шл} = \frac{\rho_m - \rho_{шл}}{[\rho_{шл}(\rho_m - 1)]100}, \% \quad /17/$$

Метод определения влажности шликера по его плотности очень удобен в тех случаях, когда требуется быстро проверить параметры суспензии в производственных условиях, например, перед сливом шликера из шаровой мельницы, заливкой гипсовых форм и т.д.

4.5.1 Методика определения плотности шликера и расчета влажности

Плотность шликера определяют пикнометрическим методом. Для этого пикнометры или мерные колбочки вместимостью 100 мл предварительно высушивают и взвешивают, а затем наполняют до отметки дистиллированной водой через специальную воронку с оттянутым концом, введенную внутрь пикнометра почти до его дна. Это позволяет заполнять пикнометр водой, не оставляя пузырьков воздуха. Избыток воды (выше метки) может быть удален жгутиком из фильтровальной бумаги, перед взвешиванием. Наполненный водой пикнометр взвешивают на технических весах с точностью до 0.05-0.01 г. Затем пикнометры освобождают от воды, высушивают и заполняют приготовленной, тщательно перемешанной суспензией до метки. Температура суспензии должна соответствовать температуре дистиллированной воды. Техника заполнения пикнометра и последующего взвешивания должна быть прежней. Отношение массы суспензии к массе того же объема воды дает истинную плотность суспензии, величину которой указывают до третьего знака после запятой.

Плотность шликера $\rho_{шл} = m_{шл} \cdot \rho_v / m_v$, где m_v и $m_{шл}$ - масса одинаковых объемов соответственно шликера и воды.

В качестве показателя плотности берут средний результат трех параллельных испытаний.

Для обычных глинистых масс, используемых в производстве фарфора, фаянса и некоторых видов строительной керамики, можно принять $\rho_m = 2.65$ г/см³. Для ускорения расчета рекомендуется составить таблицу, по которой можно находить содержание воды и сухого вещества в шликере, зная его плотность (табл. 2.)

Таблица 2
Влажность шликера в зависимости от его плотности ($\rho_m = 2.65 \text{ г/см}^3$)

Плотность шликера, г/см^3	Влажность шликера, %						
1.25	67.88	1.39	54.94	1.53	44.36	1.67	35.56
1.26	66.86	1.40	54.11	1.54	43.68	1.68	34.99
1.27	65.85	1.41	53.30	1.55	43.01	1.69	34.43
1.28	64.87	1.42	52.50	1.56	42.35	1.70	33.87
1.29	63.89	1.43	51.71	1.57	41.69	1.71	33.32
1.30	62.94	1.44	50.93	1.58	41.04	1.72	32.77
1.31	61.99	1.45	50.16	1.59	40.40	1.73	32.23
1.32	61.06	1.46	49.40	1.60	39.77	1.74	31.70
1.33	60.15	1.47	48.65	1.61	39.15	1.75	31.17
1.34	59.25	1.48	47.91	1.62	38.53	1.76	30.65
1.35	58.36	1.49	47.18	1.63	37.92	1.77	30.13
1.36	57.49	1.50	46.46	1.64	37.32	1.78	29.62
1.37	56.62	1.51	45.75	1.65	36.73	1.79	29.12
1.38	55.77	1.52	45.05	1.66	36.14	1.80	28.62

Для определения плотности шликера можно использовать денсиметр, однако в суспензиях, содержащих большое количество каолина, денсиметрическая плотность может отличаться от пикнометрической. В этом случае величину плотности шликера нужно определять только с помощью пикнометра.

Следует отметить, что, решая вышеприведенное уравнение относительно $\rho_{\text{шл}}$, можно находить значение плотности шликера, зная его влажность.

Таблица 3
Определение влажности керамического шликера по его плотности

Номер пикнометра	Масса пикнометра, г			Масса, г		Плотность шликера, г/см^3	Влажность шликера, %
	высушенного	с водой	со шликером	воды	шликера		

Контрольные вопросы

1. Какие существуют способы шликерного литья в гипсовые формы, в чем их суть?
2. Особенности механизма набора массы отливки в гипсовой форме.
3. Как меняется скорость нарастания толщины слоя набираемой отливки во времени?
4. Методы определения скорости набора массы отливки.
5. Какие изделия получают методом шликерного литья?

5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 Исследование технологических свойств термопластичных керамических шликеров

5.1. Основные теоретические сведения

В технологии керамики способ горячего литья под давлением применяют прежде всего для производства керамических электротехнических изделий, радиодеталей на основе оксидов. В качестве связующего используют органические пластификаторы и воски. Принцип формования непластичных керамических материалов литьем под давлением состоит в том, что керамический порошок смешивают с органическим связующим, которое предварительно размягчают нагреванием, а после охлаждения гранулируют. Затем этими гранулами заполняют цилиндр формовочного устройства, в котором массу снова нагревают и в дальнейшем формуют из нее отливки. Особенность способа – получение текучей композиции путем подогрева до температуры, вызывающей плавление твердого технологического связующего.

Для характеристики свойств термопластичных литейных систем служат различные показатели – вязкость, температура плавления, скорость отвердевания, литейная способность, усадка при охлаждении, устойчивость и др. Определение названных показателей не стандартизовано, однако в лабораторной и исследовательской практике они успешно используются.

5.2 Определение вязкости термопластичных керамических шликеров

Вязкость обуславливает способность литейной массы непрерывно заполнять форму в процессе литья. Вязкость можно определять раз-

личными приборами (вискозиметрами), используемыми для характеристики текучести керамических суспензий. Однако при этом следует помнить, что измерение вязкостных свойств осуществляется при повышенных по сравнению с комнатной температурах. Кроме того, при испытании шликера необходимо строго выдерживать температуру, так как она довольно сильно влияет на вязкость горячего шликера.

В лабораторных условиях текучесть горячих литейных шликеров можно определять с помощью вискозиметра типа Энглера, реконструированного с учетом особенностей горячих суспензий. Внутренний сосуд этого вискозиметра (рабочая камера) отличается от обычного меньшими размерами (диаметр цилиндрической части 44 мм). Внутри рабочей камеры на определенной высоте наносится риска. Объем шликера, налитого до риски, соответствует 190 мл. Внешний сосуд вискозиметра, являющийся водяной баней, снабжен нихромовым нагревателем. Для контроля температуры в водяной бане и в рабочей камере служат два термометра. Шликер, вытекающий из выходного отверстия диаметром 7 мм, принимает в тонкостенный узкий металлический стакан, на внутренней поверхности которого нанесена риска. Объем приемного сосуда до риски равен 48 мл.

Ход работы:

1. Электрообогревом в водяной бане создают и поддерживают заданную температуру, например 70°C.
2. Параллельно в отдельном сосуде при перемешивании нагревают шликер также до 70°C.
3. Определяют время истечения 48 мл горячего шликера с помощью вискозиметра, так же, как и при определении текучести керамических шликеров.
4. Среднюю величину времени истечения шликера берут по результатам трех параллельных определений. Приемный сосуд при этом полностью очищают от отвердевшей массы.

5.3 Определение температуры плавления (кристаллизации) термопластичных керамических шликеров

Температура плавления (кристаллизации) шликера является хотя и условной величиной, но во многом определяющей температурный режим литья различных типов керамических масс. Температура плавления шликера на несколько градусов выше температуры плавления чистой связки.

Ход работы:

1. В рабочую камеру (приспособление объемом 19.5 см³) заливают доверху предварительно расплавленный и нагретый до 100°C шликер со связкой на основе парафина. Камеру плотно закрывают крышкой с отверстием в центре для термометра.

2. Приспособление опускают в кипящую водяную баню и выдерживают 3-4 мин для выравнивания температуры. Шликер к моменту прекращения выдержки должен быть нагрет до температуры около 98°C.

3. После этого приспособление вынимают из горячей бани и быстро помещают в холодную баню – 500 мл воды с температурой 20°C.

4. Как только температура шликера упадет до 90°C, включают секундомер и измеряют температуру вначале через 5 с, затем через 10 с, до тех пор, пока температура шликера не понизится до 50-60°C.

5. Далее замеры делают через 20-30 с до полного затвердевания связки (до 30-40°C).

6. По полученным данным строят кривую в координатах «время – температура шликера». За температуру кристаллизации (плавления) исследуемого шликера принимают температуру, соответствующую точке перелома кривой, или ровной площадке на ней.

5.4 Определение скорости затвердевания термопластичного шликера

Скорость затвердевания шликера наряду с вязкостью определяет способность шликера заполнять литейную форму. Этот показатель зависит от скрытой теплоты плавления пластификатора, его теплоемкости и теплопроводности в твердом и жидком состояниях, а также теплоемкости и теплопроводности керамического порошка, его количества, гранулометрического состава и т.д. Скорость затвердевания во многом определяет режим непрерывного литья, т.е. его начальную температуру и время заполнения формы шликером, размер поверхности охлаждения, количество и температуру охлаждающей воды, а также время выдержки в форме под давлением. Быстротвердеющие шликеры, например, следует отливать в более теплые формы (с меньшей теплоотдачей).

Условно за скорость затвердевания литейного горячего шликера принимают время, необходимое для полного отверждения определенного объема шликера, нагретого до 90°C и охлажденного при определенных условиях. Время отвердевания устанавливают по кривой, полученной при определении температуры плавления шликера.

5.5 Определение литейной способности термопластичного шликера

Литейная способность шликера характеризует пригодность его для отливки изделий данной конфигурации. Она является условной комплексной характеристикой, зависящей от вязкости и скорости затвердевания. Чем меньше вязкость и скорость отвердевания шликера, тем выше его литейная способность.

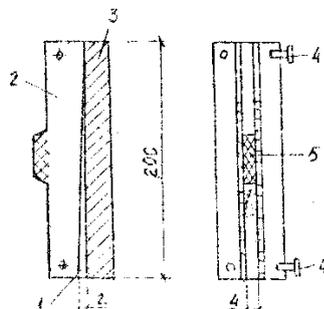


Рис. 8. Прибор для определения литейной способности шликера ПЛС-1; 1 – рабочий канал, 2 - вкладыш из органического стекла, 3 – стальной корпус, 4 – стальные штифты, 5 - шкала

Литейную способность термопластичного шликера определяют на приборе ПЛС-1 (рис. 8). Принцип действия прибора основан на охлаждении шликера при заполнении тонкого канала. Показатель литейной способности – высота заполнения канала шликером при постоянном определенном режиме: давление 0.2 МПа, температура шликера 65°C, формы – 20°C. Высоту заполнения замеряют по шкале, имеющейся на приборе, либо штангенциркулем. Для испытания необходимы: машина литейная, прибор ПЛС-1, штангенциркуль, термометр.

5.6 Определение устойчивости термопластичного шликера

Ход работы:

Первый метод

1. В стеклянный мерный цилиндр вместимостью 10 см³ (с ценой деления 0.1 см³) заливают 10 см³ исследуемого шликера, предварительно нагретого до 70-75°C.

2. Цилиндр со шликером помещают в сушильный шкаф – термостат при 100°С и выдерживают в нем в течение 20 ч.
3. По окончании хранения отмечают визуально объем отделившейся прозрачной связки.
4. Показатель устойчивости шликера определяют по формуле:

$$Y = \frac{V_{шл}}{V_{св}}, \quad /18/$$

где $V_{шл}$ и $V_{св}$ – объем соответственно испытуемого шликера и отделившейся связки, см³. Шликер высокого качества обладает показателем устойчивости не менее 100.

Второй метод

1. Испытуемый шликер заливают в металлический цилиндр, состоящий из двух половин, притертых друг к другу на смазке.
2. После выдержки при определенной температуре в термостате верхнюю половину цилиндра сдвигают, сливая тем самым ее содержимое.
3. Оставшийся в нижней половине шликер тщательно перемешивают, берут среднюю пробу и определяют содержание связки.
4. За показатель устойчивости горячих шликеров принимают отношение содержания связки (в %) в нижней половине цилиндра к содержанию связки (в %) в исходном шликере.

Сравнение различных шликеров по показателю устойчивости возможно лишь при одинаковых параметрах испытания (размерах цилиндра, времени и температуре отстаивания).

Контрольные вопросы

1. В чем заключается принцип формования изделий методом горячего литья под давлением?
2. Какие показатели характеризуют свойства термопластичных литейных систем?
3. Особенности определения вязкости и текучести термопластичного шликера.
4. Что является показателем литейной способности термопластичного шликера?
5. Методы определения устойчивости термопластичного шликера.

Рекомендуемая литература

1. Августиник А.И. Керамика. Ленинград. Стройиздат. – 1975. – 592 с.
2. Булавин И.А., Августиник А.И., Жуков А.С. и др. Технология фарфорового и фаянсового производства. Москва. Легкая индустрия. – 1975. – 448 с.
3. Крупа А.А., Городов В.С. Химическая технология керамических материалов. Киев. Выща школа. – 1990. – 399 с.
4. Химическая технология керамики: учебное пособие для вузов / Под редакцией И.Я. Гузмана. – М.: ООО РИФ «Стройматериалы», 2003. – 496 с.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ШЛИКЕРНЫХ МАСС

Методические указания
к лабораторному практикуму и самостоятельной работе по курсам
«Физико-химические основы технологии керамики и огнеупоров»,
«Технология тонкой и строительной керамики» для студентов пятого
курса ХТФ специальности 240304 (250800) «Химическая технология
тугоплавких неметаллических и силикатных материалов», по курсу
«Технология художественной керамики» для студентов пятого курса
МСФ специальности 121200 «Технология художественной обработ-
ки материалов» дневной формы обучения

Составители: Погребенков Валерий Матвеевич
Седельникова Мария Борисовна

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.