

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

**Т.В. Вакалова, Т.А. Хабас, И.Б. Ревва**

**ПРАКТИКУМ  
ПО ОСНОВАМ ТЕХНОЛОГИИ  
ТУГОПЛАВКИХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ  
И СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

*Рекомендовано в качестве учебного пособия  
Редакционно-издательским советом  
Томского политехнического университета*

2-е издание переработанное и дополненное

Издательство  
Томского политехнического университета  
2013

УДК 661.6+666(076.5)

ББК 35.41я7+34.33я7

В14

**Вакалова Т.В.**

В14

Практикум по основам технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов: учебное пособие / Т.В. Вакалова, Т.А. Хабас, И.Б. Ревва; Томский политехнический университет. 2-е изд., перераб. и доп. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2013. – 176 с.

В пособии рассмотрены основные методы исследования сырьевых материалов, контроля технологических процессов и определения свойств готовых изделий в технологии керамики, огнеупоров, вяжущих веществ и стеклоизделий.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлению 240100 «Химическая технология», по специальности 250800 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов».

**УДК 661.6+666(076.5)**

**ББК 35.41я7+34.33я7**

*Рецензенты*

Доктор технических наук, профессор ТГАСУ

*Ю.С. Саркисов*

Доктор химических наук, профессор ТГУ

*В.В. Козик*

© Томский политехнический университет, 1999

© Вакалова Т.В., Хабас Т.А., Ревва И.Б., 1999

© Оформление. Издательство Томского политехнического университета, 2013

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящее пособие предлагается в качестве практического руководства при освоении лабораторного практикума по курсу «Основы технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов направления 240100 «Химическая технология».

При составлении данного пособия предпринята попытка объединения существующих отдельных практикумов по трем специальностям: «Химическая технология вяжущих материалов», «Химическая технология керамики и огнеупоров» и «Химическая технология стекла и ситаллов» в единый вариант.

В пособии приводятся описания наиболее важных методов исследования физических и технологических свойств сырьевых материалов, полуфабрикатов и готовых изделий с указанием требований действующих в настоящее время ГОСТов и ТУ, характеристика и принцип действия применяемого оборудования, а также современные методы контроля технологических процессов в различных силикатных производствах. Описанию выполнения лабораторных исследований предшествует краткое теоретическое обоснование.

Приведенные в пособии лабораторные работы тесно связаны с теоретическим курсом по основам технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов и предназначены для подготовки квалифицированных специалистов.

# 1. ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И ГОТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

## 1.1. Отбор средних проб кусковых и сыпучих материалов

Природные сырьевые материалы, используемые в различных силикатных технологиях (глина, каолин, полевой шпат, песок, тальк, кварцит и др.), а также некоторые виды термически обработанного сырья (шамот, обожженный магнезит и т. д.) необходимо характеризовать по составу и свойствам, без чего нельзя обеспечить постоянство технологического процесса и должное качество выпускаемой продукции. Перед использованием в производстве поступающих партий сырья, при оценке новых месторождений сырья, а также при выполнении любых исследований и технологических разработок необходимо проводить определенный комплекс анализов, зависящий от требований к данному виду сырья. Такие анализы выполняются либо в лаборатории на пробах, отбираемых от контролируемого материала, либо автоматически при помощи стационарных анализаторов непосредственно в ходе технологического процесса.

Отобранные пробы материала должны быть небольшими и в то же время достаточно представительными с тем, чтобы с заданной точностью отражать физико-химические свойства всей массы материала. Такие пробы обычно называют *средними*. Проверка представительности отбираемых проб значительно затруднена сложностью получения истинных характеристик контролируемого материала. Последние получают исследованием гарантированно усредненной массы контролируемого материала, причем усреднение проводят по методике, определяемой конкретными условиями эксперимента.

Правильность отбора пробы и подготовки ее для анализа имеет большое значение при контроле производства. Пробы следует отбирать с тщательностью и строго по инструкции, так как не всегда возможно повторить пробу, а ошибки при ее отборе могут быть непоправимы.

Пробы подразделяют на *первичные*, отбираемые от всей партии материала, и *лабораторные*, используемые для соответствующих испытаний.

*Первичную пробу* сырья отбирают при его приемке, которая осуществляется партиями. *Партией* считают определенное количество материала одного месторождения, одной марки, оформленное одним документом о качестве. Количество материала в партии определено ГОСТом на соответствующее сырье и составляет, например, для полевого шпата до 63 т (ГОСТ 4422-73), для формовочной глины комовой не более 240 т и молотой не менее 500 т (ГОСТ 3226-77 с изм.).

При поставке сырья представитель ОТК проверяет наличие документов, характеризующих качество сырья, проводит внешний осмотр и составляет акт приемки. Только после этого можно отбирать *среднюю* пробу. Отбор пробы осуществляют по определенным правилам и методикам, составленным в соответствии с действующими стандартами и техническими условиями. Техника отбора пробы зависит от способа доставки сырья (в таре, навалом и др.), а также от его физического состояния (кусковое, порошкообразное и т. д.).

Наиболее труден отбор средних проб кусковых материалов (глины, пегматита, кварцита, известняка и др.), так как состав кусков довольно часто различен. Кроме того, при перевозке кускового сырья в вагонах и автомашинах, а также при транспортировании на переработку по наклонному ленточному конвейеру происходит его расфракционирование, т. е. разделение отдельных кусков материала по крупности и плотности. При отборе средней пробы кускового материала необходимо учитывать, что составы крупных и мелких кусков могут различаться. Поэтому нужно отбирать различные по крупности куски примерно в таком соотношении, в каком они содержатся в поступившей партии сырья.

Наиболее точной получается проба тогда, когда весь материал измельчен в более или менее тонкий порошок. Но когда в производство идет кусковой материал, проба должна быть отобрана из кускового же материала.

Средние пробы сыпучих материалов (доломита, магнезита) при конусном их расположении отбирают отдельно от крупных и мелких кусков. Обе пробы после измельчения крупных кусков смешивают в соотношении, устанавливаемом визуально, для крупных и мелких кусков в вагоне.

Если материал находится в таре (мешках, ящиках), то общую пробу составляют из примерно одинаковых (обычно трех) порций, взятых из каждого мешка или ящика (при малом количестве материала), либо из второго, пятого и так далее мешка или ящика по заранее разработанной схеме (при большом количестве материала). В стандартах и технических условиях обычно указано минимальное количество мешков, из которых должна быть отобрана проба (табл. 1.1).

Таблица 1.1

*Число проб, отбираемых из затаренных единиц*

Общее количество затаренных единиц	Количество затаренных единиц, из которых берутся пробы
1	1
свыше 1 до 10	2
свыше 10 до 100	5
от каждой последующей сотни	1

Отбор проб вручную проводится методом вычерпывания. При отборе проб этим методом по слою материала мысленно проводят ряд параллельных линий на расстоянии 0,5 м одна от другой. На этих линиях через каждые 2 м отмечают ряд точек, в которых лопатой или совком образуют ямки различной глубины, но не менее 0,5 м. Со дна ямок берут пробу, которую в дальнейшем сокращают.

Пробу материала, находящегося в железнодорожном вагоне, лучше всего отбирать при погрузке или разгрузке. Если используют ленточный транспортер или механический плуг, то для отбора пробы полностью снимают материал со всей ширины ленты или из-под плуга через равные промежутки времени (10–30 мин).

Если моменты погрузки упущены, а разгрузки дожидаться нельзя, то пробы отбирают из вагонов. Метод отбора пробы в этом случае зависит от того, как расположена масса – ровным слоем или конусообразно.

В первом случае пробы отбирают совком или руками из нескольких точек. Число точек отбора порций в зависимости от однородности материала и грузоподъемности вагона определяют по табл. 1.2.

Таблица 1.2

*Число точек отбора проб*

Степень однородности	Для вагона грузоподъемностью, т	
	16–20	50
Весьма неоднородный материал	12–15	15–20
Средняя однородность	10–12	12–15
Высокая степень однородности	5–8	8–12

Расположение точек отбора может быть принято по одному из вариантов, показанных на рис. 1.1. Если масса крупнокусовая, то из каждой точки берут по куску и от каждого куска откалывают кусочки приблизительно равного объема.

Пробы из штабелей материала, хранящегося на складе, также отбирают методом вычерпывания. Если масса штабеля не превышает 50 т, то точки отбора проб можно расположить по одному из вариантов, показанных на рис. 1.2. Пробу берут лопатой или совком на глубине не менее 30 см. Для больших штабелей материала массой более 50 т пробы следует отбирать из 20 точек, причем десять из них должны быть равномерно расположены на поверхности в шахматном порядке, а остальные десять – по наружному периметру штабеля на уровне примерно половины его высоты. В каждой точке отбирают по 5-6 кусков массой около 60 г каждый. От больших кусков материала такие кусочки откалывают киркой или топором.

ком. Пробы из конусообразного штабеля берут согласно схеме, приведенной на рис. 1.2. В отмеченных точках бурением извлекают материал через каждые 0,5 м по глубине и часть его отделяют в качестве пробы. Для отбора пробы из высоких штабелей (выше 4 м) в них закладывают шурфы в виде ям, достигающих дна штабеля и располагаемых в разных местах штабеля на расстоянии 10–12 м. Среднюю пробу составляют из порций материала, взятых с разной глубины шурфа. Кроме отбора средних проб лопатами или совком в методе вычерпывания применяется отбор щупами.

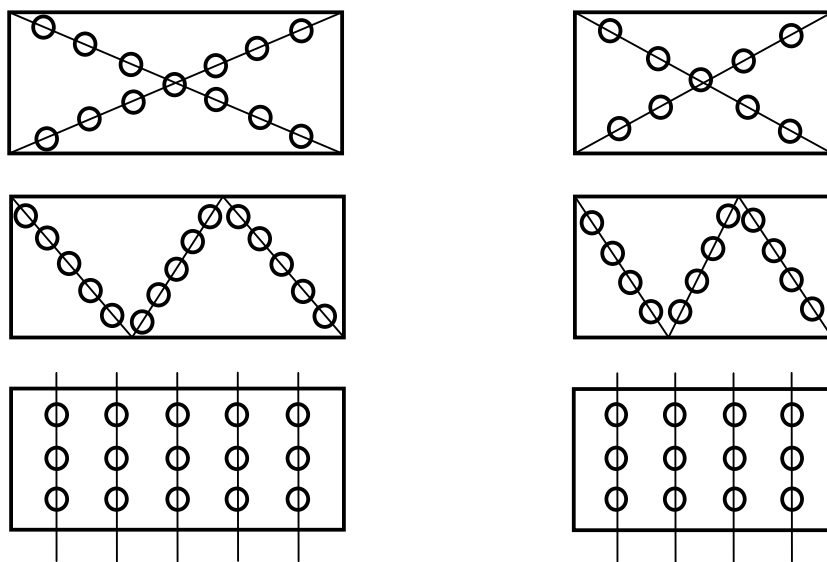


Рис. 1.1. Схема расположения точек отбора проб из железнодорожного вагона

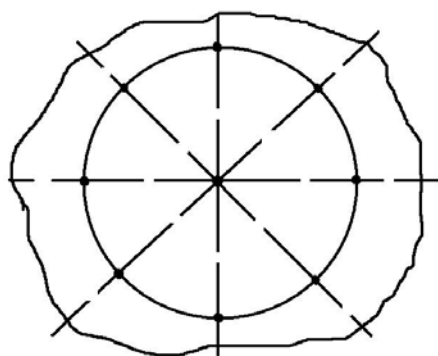


Рис. 1.2. Расположение точек отбора пробы из конусообразных штабелей

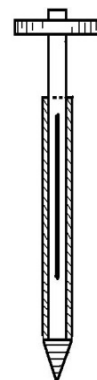


Рис. 1.3. Щуп обыкновенный для отбора пробы сыпучих материалов

Обыкновенный щуп (рис. 1.3) представляет собой металлическую трубку, на одном конце заостренную, на другом снабженную рукояткой. Длина щупа достигает 1,5 м, диаметр 15–20 мм. На 3/4 длины трубки имеется продольный вырез.

Для отбора пробы щуп погружают в исследуемый материал на всю глубину и затем вынимают. Материал, попавший в трубку через вырез, высыпает в заранее подготовленную емкость. Так, пробы молотой глины, транспортируемой в контейнерах или цементовозах, отбирают щупом под разным углом наклона на глубине не менее 200 мм из 5 точек, расположенных равномерно в различных направлениях от каждого контейнера или цементовоза. Масса точечной пробы не менее 0,5 кг.

Простейший щуп имеет много недостатков: основной из них заключается в том, что проба имеет склонность «сползать» по щупу, вследствие чего более глубокие слои фактически не попадают в пробу. Щупы более сложных систем не имеют этого недостатка. Однако и простейшим щупом можно уверенно отбирать пробы от мелкого несслежавшегося материала из вагонов, штабелей, мешков и др.

Отобранные *точечные* пробы смешивают, получая *объединенную* пробу. Если на завод поступает не один, а несколько вагонов одного и того же материала, то пробы берут из каждого вагона, а затем их объединяют. Количество материала в объединенной пробе зависит от размера поступившей партии и вида сырья, его однородности, а также от количества и вида методов испытания сырья.

При определении *массы средней пробы* общим положением является следующий принцип. Чем менее равномерно распределен в отдельных зернах или на отдельных участках опробуемой массы определяемый анализом компонент, тем больше должна быть средняя проба. Положение, что чем больше размер пробы, тем более точно она характеризует качество материала, может быть принято без доказательства. Масса средней пробы огнеупорного сырья, например, должна составлять – 0,01 % от массы его в бункере или 0,003 % от массы в вагоне.

Так, масса объединенной партии формовочных глин должна быть не менее 4 кг, бентонита – не менее 10, глинистого пластичного сырья для производства керамзита – не менее 12, каолина – не менее 3, кусковых кварц-полевошпатовых материалов – не менее 150, кускового полевого шпата – не менее 400 кг.

Как уже отмечалось, в настоящее время пробы для лабораторных анализов отбирают в основном вручную путем вычерпывания. Но такой отбор трудоемок и не всегда обеспечивает достаточную надежность контроля отбираемого материала, так как невозможно отбирать пробы непрерывно или через небольшие промежутки времени и, кроме того, трудно обеспечить представительность точечных проб. Это приводит к несоответствию между точными, тщательно выполняемыми методами анализов и ненадежным способом отбора проб. В результате характеристика материалов, полученная на основе лабораторных испытаний, ока-



зывается недостаточно точной, что может повлечь ошибочное корректирование технологических параметров.

При автоматическом отборе проб эти недостатки устраняются – можно установить любую частоту отбора, что способствует увеличению надежности контроля. Довольно часто автоматические пробоотборные устройства служат не только для отбора, усреднения и накопления проб, но и для доставки их к автоматическим стационарным анализаторам, выполняющим анализы непосредственно в ходе технологического процесса.

В зависимости от состояния отбираемого материала различают три вида автоматических пробоотборников: для кусковых материалов, порошков и суспензий.

Средние пробы *кусковых* материалов могут быть отобраны пробоотборниками скреперного и ковшового типов, выпускаемыми отечественными заводами для углеобогатительной промышленности. Для порошковых и шликерообразных материалов можно рекомендовать пробоотборники, разработанные во Всесоюзном научно-исследовательском институте по автоматизации предприятий промышленности строительных материалов (ВИАСМ).

При отборе проб из потока материала используют методы продольного и поперечного сечения потока материала.

Принцип метода *продольного сечения потока* заключается в разделении вертикального потока сыпучего материала на две струи (рис. 1.4), одна из которых, в свою очередь, делится на две части и так далее до тех пор, пока количество отсекаемого в единицу времени материала не достигнет определенной величины, необходимой для лабораторных анализов. Применение этого способа отбора проб возможно лишь для вполне однородного по плотности и размеру частиц материала.

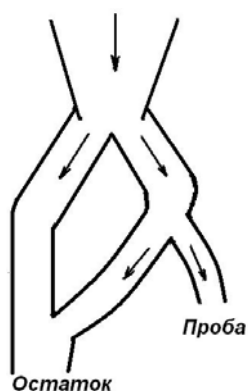


Рис. 1.4. Схема продольного рассеечения потока сыпучего материала

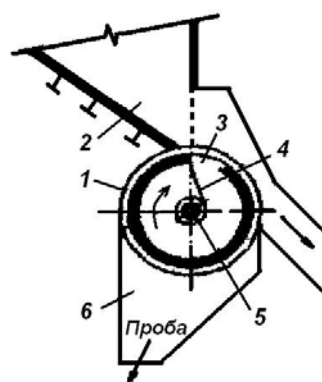


Рис. 1.5. Барабанный пробоотбиратель: 1 – стальной цилиндр; 2 – бункер; 3 – щель; 4 – перегородка; 5 – ось; 6 – желоб

Для неоднородных по плотности материалов применяют *метод поперечного сечения* (пересечения) потока. В этом случае для правильного отбора проб необходимо соблюдать определенные условия: во-первых, пересечение потока должно проводиться по всей его ширине, во-вторых, интервалы между пересечениями должны быть постоянными, а поток материала – равномерным. Одно из простейших автоматических устройств для отбора проб, работающих по этому принципу – барабанный пробоотбиратель (рис. 1.5). Он представляет собой стальной цилиндр диаметром 600 и длиной 800–1000 мм, по образующей которого имеется щель с изменяемой шириной.

Цилиндр устанавливают перпендикулярно потоку материала в разрыве течи выходного отверстия бункера. При вращении цилиндра щель периодически попадает под поток материала, часть которого проваливается в цилиндр. Когда щель оказывается в нижнем положении, материал высыпается и по желобу скатывается в ящик для отбора проб.

## 1.2. Отбор проб суспензий

Затруднения при отборе проб *полужидких* материалов обусловлены неоднородностью продукта, способностью материала расслаиваться на более жидкую часть с меньшей плотностью и более густую (более тяжелую), оседающую на дно резервуара.

Возможны два случая отбора проб:

- 1) полужидкая масса находится в покое;
- 2) полужидкая масса находится в движении.

В первом случае пробы отбирают вручную, используя специальные приборы – кружки различных устройств, которые опускают в закрытом

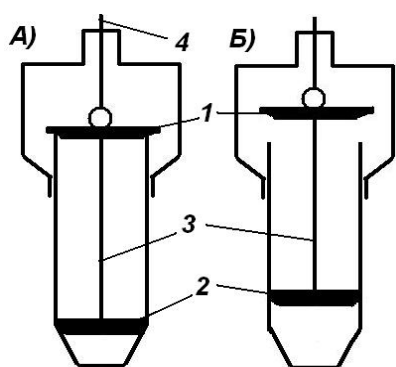


Рис. 1.6. Кружка для отбора проб шликера, известкового молока и других взвесей

состоянии на разную глубину и там открывают. Таким путем можно отобрать несколько порций из различных слоев и, смешав их, получить среднюю пробу.

Кружка (рис. 1.6) представляет собой стальной цилиндр, суживающийся книзу конусом. Оба отверстия – верхнее и нижнее – открываются и закрываются одновременно при помощи двух крышек 1 и 2, соединенных стержнем 3. Чтобы крышки были достаточно тяжелыми, к ним прикрепляют свинцовые пластины. Кружку опускают в положение (А), затем натягивают бечевку 4 в положение (Б), крышки при этом открываются

и проба заполняет кружку. После этого бечевку снова ослабляют, крышки под действием собственного веса опускаются и плотно закрывают отверстия. Кружку в положении (А) вынимают.

### 1.3. Отбор средних проб готовых изделий

Готовые изделия перед отправкой потребителю поступают на склад готовой продукции, где их сортируют по классам и сортам в соответствии с действующими стандартами. Изделия одного вида, назначения, способа изготовления, класса и сорта комплектуют в *партии*. Размер партии зависит от характера производства и устанавливается соответствующими стандартами.

Отгрузка потребителю разрешается только после проверки соответствия качества изделий требованиям стандартов. Такая проверка или, как ее называют, паспортизация проводится ОТК. Для технической паспортизации изделий ОТК проводит ряд испытаний, которые можно разделить на две группы. К первой группе относится внешний контрольный осмотр изделий для определения правильности сортировки, в этом случае может проверяться вся партия изделий, ко второй – определение различных свойств изделий, которое проводят на определенном количестве образцов, отобранных из партии.

**Средняя проба** должна отражать качество изделий всей партии. Число отбираемых образцов устанавливается стандартами и обычно составляет 0,5–1 % партии.

Образцы для средней пробы отбирают следующим образом. Обычно партии изделий укладываются в клетки, контейнеры, пакеты, столбики, стопки или штабеля (в зависимости от вида изделий). Из каждой клетки, контейнера и тому подобной укладки по утвержденной схеме отбирают необходимое количество изделий. Иногда образцы отбирают от каждой второй, пятой и так далее клетки или контейнера в зависимости от размера партии и необходимого количества образцов для испытания. Для всех образцов средней пробы проводят внешний осмотр и определение соответствия их размеров техническим условиям. После этого из средней пробы отбирают минимальное количество изделий для освидетельствования (определение сорта) и соответствующих лабораторных испытаний. Оставшиеся в средней пробе изделия присоединяют к товарной партии.

Объем лабораторных испытаний указывает ОТК в специальной ведомости, в которую заносят результаты освидетельствования и испытаний. На основе сопоставления представленных данных с требованиями стандартов ОТК делает заключение о классе и сорте изделий и составляет сертификат партии.

#### 1.4. Сокращение проб сырьевых материалов

Отобранная представительная средняя проба сырьевых материалов и готовых изделий, как правило, существенно превышает то количество материала, которое непосредственно используют для испытаний. Так, для лабораторных испытаний сырья обычно достаточно 3–5 кг материала. Поэтому взятую первоначально пробу превращают в *среднюю лабораторную*, сокращая ее по определенным правилам.

Перед сокращением пробы материалов измельчают. Для этого глинистые материалы рассыпают на стальном или фанерном листе и наиболее крупные комья осторожно разбивают (без истирания) деревянным молотком до кусочков размером не более 2–3 см. Твердые материалы (пегматит, кварц и др.) измельчают кувалдой в стальных ступках и на специальных лабораторных машинах – дробилках, валках и т. д. Далее пробы сокращают квартованием, квадратованием или с помощью механических делителей.

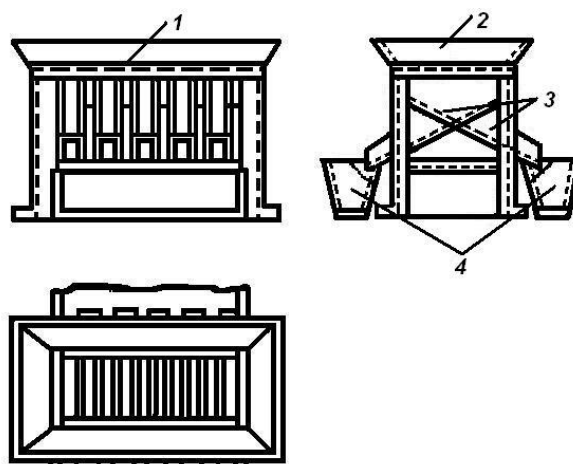
**Метод квартования.** Перед квартованием необходимо тщательно перемешать исходный материал перебрасыванием. Перемешивание перебрасыванием заключается в том, что двое рабочих, становясь с двух противоположных сторон насыпи, чередуясь, перебрасывают лопатами опробуемый материал в другое место. Эту операцию повторяют несколько раз, после чего перемешанный материал располагают в виде диска равномерной толщины и затем приступают к квартованию. Материал делят двумя взаимно перпендикулярными диаметрами на четыре четверти. Две противоположные четверти отбрасывают. Оставшиеся четверти ссыпают на конус, трехкратно перемешивают, превращают в диск и снова квартуют. Эти операции продолжают до тех пор, пока не получают пробу требуемой массы.

**Метод квадратования** применяют при сокращении относительно небольшого количества мелкого материала. Опробуемую массу тщательно перемешивают и разравнивают на гладкой чистой поверхности (лист фанеры) в виде тонкого слоя одинаковой толщины. Слой делят на равные квадраты, после чего из каждого квадрата отбирают небольшие порции от всей толщи материала. Отдельные порции объединяют в среднюю пробу.

**Автоматическое сокращение проб.** Для сокращения проб мелкозернистого легкосыпучего материала удобен струйчатый пробоотбиратель. Его устройство и принцип работы видны из рис. 1.7.

Пробоотбиратель состоит из рамы, в которую вставлено от 6 до 12 желобков 3, имеющих вид плоских треугольников. Размещены они так, что половина их наклонена вправо, а другая половина – влево (поче-

редно). Если сыпать подлежащий сокращению материал сверху на раму, то половина его сыпается влево, а другая – вправо в ящики 4. Одну половину пробы отбрасывают, другую вновь высыпают на делитель и получают 1/4 исходного материала и т. д. Недостаток таких пробоотбирателей – возможность засорения желобков случайными более крупными частицами, комками влажного материала, вследствие чего может нарушиться правильный отбор пробы.



*Рис. 1.7. Желобчатый (струйчатый) сократитель:  
1 – решетка; 2 – приемный бункер; 3 – желоб; 4 – ящик*

После сокращения пробу еще раз тщательно перемешивают и делят на две равные части: одну направляют на испытания, а другую (контрольную) помещают в полиэтиленовый мешок, или пакет из плотной бумаги, или стеклянную банку с притертой пробкой, опечатывают и хранят в лаборатории в течение двух месяцев на случай проведения (при необходимости) арбитражных испытаний. На контрольный образец пробы наклеивают этикетку с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования и марки материала или изделия, номера партии, даты и места отбора пробы, номера испытаний (пробы), должности и фамилии лиц, проводивших отбор и испытания пробы. Среднюю лабораторную пробу также хранят в соответствующей таре, обычно в стеклянной банке с плотно закручивающейся крышкой, препятствующей изменению ее состава и влажности.

## 2. ДИСПЕРСИОННЫЙ АНАЛИЗ СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Измельчение материалов – важная операция в процессе изготовления материалов на основе силикатного минерального сырья. Подготовка массы большинства таких материалов начинается с процесса помола и смешивания исходных компонентов, при этом от тонкости помола исходных материалов зависит скорость и полнота протекания различных реакций, идущих как в твердо-, так и в жидкофазном состоянии в процессе спекания силикатных материалов. Поэтому для контроля процессов помола применяют дисперсионный анализ: определение величины частиц материала и распределение их по крупности.

В настоящее время насчитывают несколько десятков разновидностей дисперсионного анализа, причем число их непрерывно увеличивается главным образом за счет создания новых приборов. В таблице 2.1 приведена классификация наиболее распространенных методов дисперсионного анализа и указаны пределы измерений.

Таблица 2.1

*Классификация основных методов дисперсионного анализа*

Назначение метода	Методы, их разновидности и некоторые варианты (по типам приборов)	Пределы измерения
Определение зернового состава	I. Методы ситового анализа	100–40 мкм
	II. Методы седиментационного анализа 1. Воздушная седиментация 2. Жидкостная седиментация Оседание в гравитационном поле. Весовые способы и приборы. Пипеточные способы и приборы. Отмучивание суспензии. Ареометрические и поплавковые способы и приборы. Турбидиметрические способы. Оседание в поле центробежных сил. Пробирочные центрифуги. Роторные центрифуги	60–1 мкм          100–0,5 мкм   2–0,1 мкм 0,5–0,05 мкм
	III. Методы микроскопического анализа 1. Оптическая микроскопия 2. Электронная микроскопия	500–0,5 мкм 10–0,001 мкм
	IV. Методы подсчета числа частиц (счетчик Каултера)	400–0,5 мкм
Определение удельной поверхности	V. Турбидиметрические методы	до 1 м <sup>2</sup> /г
	VI. Методы, основанные на газопроницаемости порошка: 1. Определения при атмосферном давлении 2. Определения при разрежении	до 1–1,5 м <sup>2</sup> /г до 200 м <sup>2</sup> /г
	VII. Адсорбционные методы	0,3–1000 м <sup>2</sup> /г

Целесообразность использования отдельных методов обусловлена их техническими возможностями и специфическими требованиями соответствующих производств.

## 2.1. Зерновой (гранулометрический) состав, дисперсность и способы их выражения

Измельченные силикатные материалы, силикатные массы и некоторые исходные сырьевые материалы состоят из большого числа частиц или зерен. Чем больше таких частиц (зерен) в единице объема, тем выше дисперсность материала. Частицы, составляющие материал, различаются по своим размерам: длине, ширине, толщине и объему. Материал называют монодисперсным или полидисперсным, смотря по тому, состоит ли он из частиц одного или разных размеров. Подавляющее большинство реальных материалов полидисперсно.

Характеристику, выражающую зависимость количества частиц от их размера, называют *гранулометрическим или зерновым составом* материала.

Гранулометрический состав полидисперсного материала может быть представлен различными способами. Общим для них является то, что во всех случаях они описывают некоторую функцию размера частиц  $x$ . Такими функциями могут быть:

- процент частиц по массе, меньших или равных данному размеру (выход по минусу):

$$Q = f_1(x); \quad (2.1)$$

- массовое содержание частиц, больших или равных данному размеру (выход по плюсу):

$$q = f_2(x). \quad (2.2)$$

Очевидно, что для любого  $x$  сумма

$$Q + q = 100 \%. \quad (2.3)$$

Фракционный состав

$$\Delta Q \text{ (или } \Delta q) = f_3(x), \quad (2.4)$$

кривая распределения

$$F = \frac{dQ}{dx} = f_4(x). \quad (2.5)$$

В табл. 2.2 приведен пример различных способов описания гранулометрического состава одного и того же материала. Значение функции распределения (графа 7) получено путем деления массового содержания данной фракции на величину интервала  $\Delta x$  (10 мкм).

Таблица 2.2

## Характеристика зернового состава полидисперсного материала

Размер частиц $x$ , мкм	Массовое содержание, %, частиц меньших или равных данному размеру, $Q = f_1(x)$	Массовое содержание, %, частиц больших или равных данному размеру, $q = f_2(x)$	Фракции $\Delta x$ , мкм	Средний размер частиц данной фракции, $x_{cp}$ , мкм	Массовое содержание, %, частиц данной фракции, $\Delta Q = f_3(x)$	Функция распределения $F = \frac{dQ}{dx} = f_4(x_{cp})$ %/мкм
50	100	0				
40	90	10	40–50	45	10	1,0
30	75	25	30–40	35	15	1,5
20	50	50	20–30	25	25	2,5
10	20	80	10–20	15	30	3,0
0	0	100	0–10	5	20	2,0

В некоторых случаях содержание фракций характеризуется не массой, а числом частиц. Если известно весовое содержание частиц (в %) некоторой фракции  $\Delta Q$ , то их числовой процент составит

$$\Delta N = \frac{\Delta Q / x_{cp}^3}{\sum \Delta Q / x_{cp}^3} \cdot 100, \quad \%. \quad \text{Произведя таким образом перерасчет данных}$$

таблицы 2.2, получим, что частицы размером от 40 до 50 мкм составляют лишь 0,06 %, а частицы размером от 0 до 10 мкм – 93,6 %. Обратный переход от числового к массовому (объемному) содержанию частиц производят по формуле:

$$\Delta Q = \frac{\Delta N \cdot x_{cp}^3}{\sum \Delta N \cdot x_{cp}^3} \cdot 100, \quad \%. \quad (2.6)$$

Гранулометрический состав представляет собой развернутую характеристику материала. Вместе с тем часто бывает нужно оценить дисперсность каким-либо одним усредненным показателем. Таким показателем может являться средний размер частиц смеси, рассчитываемый по данным гранулометрического состава. Существуют различные способы усреднения. Иногда определяют размер средневзвешенный по объему (или, что то же, по массе)  $x_{cp/об}$  и еще чаще – по поверхности зерен. При этом пользуются следующими формулами:

$$x_{cp/об} = \frac{\sum \Delta Q \cdot x_{cp}}{100} \quad \text{и} \quad x_{cp/п} = \frac{100}{\sum \Delta Q / x_{cp}}. \quad (2.7)$$



Для материала, охарактеризованного данными табл. 2.2,  $x_{\text{cp/об}} = 21,5$  мкм, а  $x_{\text{cp/п}} = 13,1$  мкм. Величина среднеповерхностного размера (диаметра) зависит в первую очередь от содержания самых мелких частиц, поверхность которых во много раз больше поверхности крупных даже при одинаковом массовом (объемном) содержании.

Большинство методов определения гранулометрического состава не позволяет установить минимальный размер частиц, при расчетах среднего принимают  $x_{\text{мин}} = 0$ . Для того чтобы можно было сопоставить средние размеры частиц различных материалов, необходимо производить расчет единообразно, т. е. для одних и тех же фракций; в частности, особо важно, чтобы постоянным выдерживался диапазон размеров самой мелкой фракции.

**Удельная поверхность** – это поверхность всех частиц материала в единице объема или массы. Поскольку единица объема содержит  $\gamma$  единиц массы, где  $\gamma$  – плотность материала, поверхность, приходящаяся на единицу объема, в  $\gamma$  раз больше поверхности, приходящейся на единицу массы.

Удельная поверхность материала может быть в ряде случаев измерена прямыми определениями, но может быть и рассчитана на основе данных о гранулометрическом составе по формулам:

$$S = \frac{6}{\gamma} \int_{x_{\text{мин}}}^{x_{\text{макс}}} \frac{dQ}{x}, \quad \text{или} \quad S \approx \frac{6}{\gamma} \sum_{x_{\text{мин}}}^{x_{\text{макс}}} \frac{\Delta Q}{x_{\text{cp}}}, \quad (2.8)$$

где  $Q$  – содержание частиц в долях единицы,

$\gamma$  – плотность материала, г/см<sup>3</sup>;

$x$  – размер фракции, см;

$S$  – удельная поверхность, см<sup>2</sup>/г.

Обычно  $Q$  выражают в %, а  $x$  – в мкм. Тогда

$$S = \frac{600}{\gamma} \sum_{x_{\text{мин}}}^{x_{\text{макс}}} \frac{\Delta Q}{x_{\text{cp}}}. \quad (2.9)$$

При этом условно принимают, что все частицы имеют форму шара (или куба). Между расчетными величинами удельной поверхности и среднеповерхностного размера (диаметра) существует зависимость:

$$S = \frac{6}{\gamma \cdot x_{\text{cp/п}}}. \quad (2.10)$$

В вышеприведенном примере зернового состава (таблица 2.2) при

$$\gamma = 2,5 \text{ г/см}^3, \quad S = \frac{6}{2,5 \cdot 13,1} = 0,1835 \text{ м}^2/\text{г} = 1835 \text{ см}^2/\text{г}.$$

Точность расчета удельной поверхности та же, что и среднеповерхностного размера, однако понятие «удельная поверхность» более наглядное. Использование величины  $x_{ср/п}$  в расчетах возможно только тогда, когда входящее в соответствующую формулу значение диаметра частицы характеризует ее поверхность.

## 2.2. Ситовой анализ сырьевых материалов

**Ситовый анализ** – один из старейших, наиболее простых и наглядных методов определения зернового состава. Принцип его состоит в нахождении количества материала, задерживаемого сеткой с отверстиями известного размера.

Международной системы сит не существует, поэтому в разных странах имеются свои наборы сит. В табл. 2.3 приведены сведения о принятой в РФ системе сит. Номер сетки соответствует номинальному размеру (в мм) стороны ячейки в свету.

Таблица 2.3

*Шкала сит (ГОСТ 6613-86)*

Номер сетки	Число ячеек на 1 см <sup>2</sup> сетки	Номер сетки	Число ячеек на 1 см <sup>2</sup> сетки	Номер сетки	Число ячеек на 1 см <sup>2</sup> сетки	Номер сетки	Число ячеек на 1 см <sup>2</sup> сетки
2,6	10,4	06	139	02	918	008	5476
2,5	11,2	056	160	018	1040	0075	6100
2	16	05	193	016	1480	0071	6400
1,6	23,8	045	252	015	1600	0063	8270
1,25	34,6	042	308	014	1890	006	10000
1	54,9	04	331	0125	2130	0056	10085
09	64	0355	400	0112	2710	005	13900
085	75,5	0315	494	0105	3140	0045	15000
08	82,6	028	567	01	3460	004	20450
07	98	025	694	009	3900		
063	130	0224	763	0085	4450		

В табл. 2.4 приведена шкала немецкой системы сит по DIN 1171 (обычно эти сита характеризуют не номером, а числом отверстий на 1 см<sup>2</sup>). Сита этой системы были наиболее распространены в РФ и до сих пор их нередко применяют. В табл. 2.5 дана сравнительная характеристика некоторых других систем, действующих за рубежом.

Таблица 2.4

## Шкала сит по DIN 1171

Номер сита	Количество отверстий на 1см <sup>2</sup>	Размер отверстий, мм	Номер сита	Количество отверстий на 1см <sup>2</sup>	Размер отверстий, мм	Номер сита	Количество отверстий на 1см <sup>2</sup>	Размер отверстий, мм
1	1	6,00	11	121	0,54	50	2500	0,120
2	4	3,00	12	144	0,49	60	360Q	0,102
3	9	2,00	14	196	0,43	70	4900	0,088
4	16	1,50	16	256	0,385	80	6400	0,075
5	25	1,20	20	400	0,300	90	8100	0,066
6	36	1,02	24	576	0,250	100	10000	0,060
8	64	0,75	30	900	0,200			
10	100	0,60	40	1600	0,150			

Таблица 2.5

## Стандарты на размеры сит, применяемые за рубежом

Шкала Бюро Стандартов США ASTM Spec.E 11-61		Шкала Тайлера**	Британский стандарт BS-410-62		Французский стандарт AFNOR X-11-501		Германский стандарт DIN 4188
Размер, мм	Обозначение (дюймы или меш)	Обозначение (меш)	Размер, мм	Обозначение (меш)	Размер, мм	№	Размер, мм
107,6	4,24"						
101,6	4"						
90,5	3 <sup>1/2</sup> "						
76,1	3"						
64,0	2 <sup>1/2</sup> "						
53,8	2,12"						
50,8	2"						
45,3	1 <sup>3/4</sup> "						
38,1	1 <sup>1/2</sup> "						
32,0	1 <sup>1/4</sup> "						
26,9	1,06"						
25,4	1"	1,05"					25,0
22,6*	7/8"	883"					
19,0	3/4"	742"					20,0 18,0
16,0*	5/8"	624"					16,0
13,5	530"	525"					
12,7	1/2"						12,5
11,2*	7/16"	441"					
9,51	3/8"	371"					10,0

Окончание табл. 2.5

Шкала Бюро Стандартов США ASTM Spec.E 11-61		Шкала Тайлера**	Британский стандарт BS-410-62		Французский стандарт AFNOR X-11-501		Германский стандарт DIN 4188
Размер, мм	Обозначение (дюймы или меш)	Обозначение (меш)	Размер, мм	Обозначение (меш)	Размер, мм	№	Размер, мм
8,00*	5/16"	2 <sup>1/2</sup> "					8,0
6,73	265"	3					
6,35	1/4"						6,3
5,66*	3 <sup>1/2</sup>	3 <sup>1/2</sup>			5,00	38	5,0
4,76	4	4					
4,00*	5	5			4,00	37	
3,36	6	6	3,35	5	3,150	36	3,15
2,83*	7	7	2,80	6			
2,38	8	8	2,40	7	2,500	35	2,5
2,00*	10	9	2,00	8	2,00	34	2,0
1,68	12	10	1,68	10	1,600	33	1,6
1,41*	14	12	1,40	12			
1,19	16	14	1,20	14	1,250	32	1,25
1,00*	18	16	1,00	16	1,00	31	1,0
0,841	20	20	0,850	18	0,800	30	0,800
0,707*	25	24	0,710	22			
0,595	30	28	0,600	25	0,630	29	0,630
0,500*	35	32	0,500	30	0,500	28	0,500
0,420	40	35	0,420	36	0,400	27	0,400
0,354*	45	42	0,355	44			
0,297	50	48	0,300	52	0,315	26	0,315
0,250*	60	60	0,250	60	0,250	25	0,250
0,210	70	65	0,210	72	0,200	24	0,200
0,177	80	80	0,180	85			
0,149	100	100	0,150	100	0,160	23	0,160
0,125*	120	115	0,125	120	0,125	22	0,125
0,105	140	150	0,105	150	0,100	21	0,100
0,088*	170	170	0,090	170	0,080	20	0,090
0,074	200	200	0,075	200			0,080 0,071
0,063*	230	250	0,063	240	0,063	19	0,063
0,053	270	270	0,053	300	0,050	18	0,056 0,050
0,044*	325	325	0,045	350	0,040	17	0,040
0,037	400	400					

- Размер сит, рекомендуемых для международных публикаций.
- \*\* В шкале Тайлера значение меш соответствует числу отверстий на линейный дюйм.

Отношение между размерами соседних сит (модуль шкалы) для расширенных американских наборов составляет  $\sqrt[4]{2} \approx 1,189$ . Площади отверстий соседних сит при этом относятся как  $1 : \sqrt{2}$ , а через одно – как  $1 : 2$ .

Лабораторные сита представляют собой цилиндры высотой 50–80 мм и диаметром 200 мм; низ цилиндров затянут сеткой (ситом). Соответствующая штамповка ободов сит позволяет надеть одно сито на другое.

Сита бывают: пробивные, изготавливаемые из металлических листов путем штампования в них отверстий; плетеные – из железной проволоки; тканые – из бронзовой, медной и другой проволоки или шелка, капрона, и подразделяются на контрольные (К) и высокой точности (В).

При работе с ситами с целью их проверки рекомендуется определять величину отверстий с помощью окулярного микроскопа.

Ситовый анализ проводят *мокрым или сухим* способом.

Для анализа **по мокрому способу** материал, предварительно высушенный в сушильном шкафу при 105–110 °С до постоянного веса, слегка разрыхляют в фарфоровой ступке слабыми ударами пестика, затем взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г и распускают в воде до отсутствия комков. Можно вместо этого разделить навеску влажного материала на две части: одну распускают в воде, а другую используют для определения влажности.

В тех случаях, когда пробу материала с известной истинной плотностью  $\gamma$  отбирают из шликера (водной суспензии), количество сухого вещества  $q_{\text{сух}}$  с достаточностью можно определить, отмеряя пробу в пикнометре и основываясь на зависимости:

$$q_{\text{сух}} = \frac{\gamma}{\gamma - 1} \cdot (q_{\text{п. шл}} - q_{\text{п. в}}), \quad (2.11)$$

где  $q_{\text{п. шл}}$ ,  $q_{\text{п. в}}$  – вес пикнометра с водным шликером и с водой соответственно.

Пользоваться приведенной формулой удобно при часто повторяющихся контрольных ситовых анализах одного и того же материала. Тогда величина  $\frac{\gamma}{\gamma - 1}$  становится постоянной. Вес пикнометра с водой  $q_{\text{п. в}}$ , следует проверять не реже одного раза в неделю и обязательно при смене пикнометра.

Суспензию постепенно сливают на контрольное сито, смоченное сверху и снизу водой. Для облегчения прохода суспензии через сито последнее переносят в плоскую чашку, наполненную водой, и несколько раз осторожно опускают и поднимают. Допускается также промывание

остатка слабой струей воды из промывалки или из крана. После того как вода, проходящая через сито, становится совершенно прозрачной, остаток осторожно смывают в фарфоровую чашку, дают ему отстояться, осторожно декантируют воду, высушивают, охлаждают и на технических весах определяют вес остатка  $q_{\text{ост}}$  с точностью до 0,01 г. Содержание частиц, крупнее номинального размера ячейки сита, равно:

$$q_{\text{ост}} = \frac{q_{\text{ост}}}{q_{\text{сух}}} \cdot 100, \% . \quad (2.12)$$

При ситовом анализе *сухим способом* высушенную до постоянного веса навеску пропускают через одно или последовательно через несколько сит. Для выполнения массовых анализов удобно пользоваться механическим прибором типа «Ротап» (рис. 2.1). На станине 1 прибора установлен электродвигатель 2, связанный через соединительную муфту со встряхивающим механизмом. Сита устанавливают на поддоне 3, перемещаемом вдоль колонок 4, и закрепляют хомутиком 5. С помощью эксцентриков, находящихся на валике и соединенных с поперечиной, ситам придается вращательное движение. Сверху по крышке 6 периодически ударяет колотушка 7, производя встряхивание сит. Обычно в приборе имеется набор сит: № 2; 16; 09; 06; 045; 0315; 02; 015; 01; 0071; 0056.



Рис. 2.1. Механическое сито типа «Ротап»

На приборе «Ротап» пробу следует рассеивать в течение 15 мин. При меньшем времени рассеивания часть материала (особенно самые тонкие частицы) не успевает пройти через сетки, при большем – материал истирается тем более заметно, чем меньше его твердость.

По окончании отсева необходимо определить массу  $\Delta q_i$  всех фракций материала, в том числе и самой мелкой, собранной на поддоне. Учитывая возможность потери части материала (т. е.  $\sum \Delta q_i < q_{\text{сух}}$ ), для

подсчета фракционного состава не рекомендуется брать за основу массу пробы перед началом опыта. Содержание каждой фракции составит:

$$\Delta Q_i = \frac{\Delta q_i}{\sum q_i} \cdot 100, \quad \% . \quad (2.13)$$

Очевидно, что  $\sum \Delta Q_i = 100 \%$ . Если же результаты отсева подсчитывать по массе исходной пробы, следует указывать невязку анализа.

*Мокрый способ* удобен для классификации материала по какому-либо одному размеру, тогда как *сухим способом* материал легко разделить на ряд фракций в определенном диапазоне размеров. Анализ по мокрому способу более точен при определении самых тонких фракций, поэтому его целесообразно применять для контроля тонкодисперсных материалов, а также в сочетании с седиментационным анализом.

Сухой способ применяют в первую очередь для материалов, реагирующих с водой (например, цемента), а также в тех случаях, когда материал содержит сравнительно небольшие количества мелких фракций. Не рекомендуется пользоваться сухим способом для анализа материалов с зёрнами, верхний размер которых  $< 0,1$  мм.

При ситовом анализе всегда имеется возможность прохода частиц большего размера, чем номинальный размер ячейки в свету, что объясняется двумя причинами:

- все частицы, два размера которых меньше стороны ячейки, могут пройти через сито независимо от величины третьего размера; это обуславливает проход некоторой части продолговатых зёрен;
- в квадратных сетках наибольшим расстоянием в свету является диагональ ячейки, которая в  $\sqrt{2} \approx 1,4$  раза больше ее стороны. Таким образом, часть плоских зёрен большого размера может пройти через сито.

Эти особенности следует иметь в виду при сопоставлении результатов анализов ситового и седиментационного, где классификация частиц происходит по скорости их равномерного оседания в жидкости.

### 2.3. Седиментационный анализ

*Седиментационный*, как и многие другие дисперсионные анализы, основан на одновременном решении двух задач:

- установление размеров частиц, слагающих материал;
- определение их количественного содержания.

Первую задачу, как правило, решают единообразным расчетом на основе закона Стокса, а вторую – путем применения целого ряда методов и различных приборов.

Согласно **закону Стокса** частицы, оседающие в вязкой среде, спустя короткое время после начала оседания, приобретают постоянную скорость, что свидетельствует об уравнивании действующих на них сил.

Силой  $F$ , вызывающей оседание частицы, является ее масса.

Для шарообразной частицы

$$F = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r^2 \cdot (\gamma - \gamma_{\text{ж}}) \cdot g, \quad (2.14)$$

где  $r$  – радиус частицы, см;

$\gamma$  и  $\gamma_{\text{ж}}$  – плотность материала частицы и жидкости соответственно, г/см<sup>3</sup>;

$g$  – ускорение силы тяжести, равное 981 см/с<sup>2</sup>.

Соппротивление среды движению частицы, согласно закону Стокса ( $W_{\text{ст}}$ ), при медленном и равномерном ее оседании составляет:

$$W_{\text{ст}} = 6\pi \cdot r \cdot \eta \cdot v \quad (2.15)$$

где  $\eta$  – вязкость среды, г/см·с (пуазы);

$v$  – скорость равномерного движения, см/с.

Приравнивая эти выражения, находим значение  $r$ :

$$r = \sqrt{\frac{9 \cdot \eta \cdot v}{2 \cdot (\gamma - \gamma_{\text{ж}}) \cdot g}} \quad (2.16)$$

Принимая при равномерном движении  $v = \text{const} = H/\tau$ , где  $\tau$  – продолжительность оседания частицы (с) с высоты  $H$  (см), а также переходя от радиуса частицы  $r$  к диаметру  $x = 2r$  и учитывая изменение размерностей, получим:

$$x = 10 \cdot \sqrt{\frac{3,06 \cdot H \cdot \eta}{(\gamma - \gamma_{\text{ж}}) \cdot \tau}}, \quad (2.17)$$

где  $x$  – диаметр частицы, мкм;

$H$  – высота оседания, см;

$\gamma$  и  $\gamma_{\text{ж}}$  – плотность материала в жидкости, г/см<sup>3</sup>;

$\eta$  – вязкость жидкости, спз (при температуре опыта  $t$ , °С);

$\tau$  – продолжительность оседания, мин.

В процессе опыта большинство величин, входящих в приведенную формулу, а именно  $\eta$ ,  $\gamma$  и  $\gamma_{\text{ж}}$ , а при весовом анализе и  $H$ , остается постоянным. Это позволяет для каждого опыта рассчитывать константу седиментации:



$$K_c' = 10 \cdot \sqrt{\frac{3,06 \cdot \eta}{\gamma - \gamma_{\text{ж}}}}, \text{ или } K_c = 10 \cdot \sqrt{\frac{3,06 \cdot H \cdot \eta}{\gamma - \gamma_{\text{ж}}}}. \quad (2.18)$$

Тогда диаметр частиц рассчитывают по формуле:

$$x = K_c' \cdot \sqrt{\frac{H}{\tau}}, \text{ или } x = \frac{K_c}{\sqrt{\tau}}. \quad (2.19)$$

Точность определения по закону Стокса зависит от соблюдения **ряда условий**:

- 1) частицы должны иметь сферическую форму и одинаковую плотность;
- 2) быть достаточно велики по сравнению с молекулами среды;
- 3) оседать с постоянной скоростью и на определенном удалении от дна и стенок сосуда;
- 4) не должно быть скольжения между частицей и окружающей средой;
- 5) система должна быть агрегативно устойчивой, в ней не должны возникать конвекционные потоки, а также присутствовать пузырьки воздуха или газов и т. д.

Большинство этих условий соблюдается на практике. Седиментационные определения ведут в относительно широких цилиндрах, диаметр которых при весовом анализе примерно в два раза больше диаметра чашечки. Верхний размер оседающих частиц ограничивают 100 мкм, что позволяет обеспечить их движение при значении критерия  $Re < 0,2$ ; постоянная скорость при этом устанавливается в течение долей секунды. Агрегативную устойчивость суспензий повышают введением стабилизирующих добавок и регулированием pH среды. Устранение конвекционных потоков и стабильность температуры суспензий обеспечивают помещением прибора в условия, гарантирующие от местного перегрева, создаваемого, например, солнечными лучами. В случае кипячения пробы перед началом анализа ее необходимо охладить до температуры дисперсионной среды. Полезным может быть и термостатирование суспензии, однако ее температура при этом не должна превышать температуры окружающей среды, в противном случае может резко усилиться процесс испарения жидкости. Седиментационный анализ керамических материалов обычно ведут в водной среде, причем используют только дистиллированную воду. Нельзя, однако, проводить в воде анализ веществ, реагирующих с ней. В этих случаях используют другие дисперсионные среды.

Вместе с тем необходимо иметь в виду, что реальные частицы практически никогда не обладают правильной сферической формой. Поэтому их характеризуют так называемым «эквивалентным гидравлическим размером», под которым подразумевают размер сферической

частицы, оседающей со скоростью, равной скорости реальной частицы. Существенные различия между определяемыми эквивалентными и действительными размерами возникают только при седиментации частиц, форма которых сильно отличается от изометрической (пластинчатая, игольчатая и т. п.).

Заведомая неточность появляется при седиментационном определении размеров частиц материалов, представляющих собой смесь веществ различной плотности. Средняя плотность таких материалов помимо прямого измерения может быть рассчитана по истинной плотности и весовому содержанию отдельных компонентов:

$$\frac{100}{\gamma_{\text{см}}} = \frac{\alpha_1}{\gamma_1} + \frac{\alpha_2}{\gamma_2} + \dots + \frac{\alpha_n}{\gamma_n}, \quad (2.20)$$

где  $\gamma_{\text{см}}$  – средняя плотность смеси;

$\gamma_1, \gamma_2, \dots, \gamma_n$  – истинная плотность отдельных компонентов;

$\alpha_1, \alpha_2, \dots, \alpha_n$  – их массовое содержание в %.

При анализе таких композиций размеры частиц с различной плотностью условно подменяют *эквивалентными размерами частиц*, имеющих среднюю плотность. Однако для разноплотных смесей, отличающихся по своему составу, количественное сравнение дисперсности, найденной таким условным способом, принципиально неверно. Например, нельзя сравнивать дисперсность цветных и белых глазурей, глиноземистых и кварцевых фарфоровых масс и т. п.

Важным средством уменьшения вероятности коагуляции частиц в суспензии является снижение их концентрации. Обычно концентрация твердого компонента в суспензии не должна превышать 0,5–1 %. Для сопоставимости результатов следует стремиться во всех определениях на данном приборе создавать одну и ту же концентрацию твердого в суспензии. Если, например, анализы по одному и тому же методу проводить при концентрации 0,5 или 1 %, то даже при таком различии полученные данные могут иметь существенные расхождения, особенно в тонких фракциях.

Наиболее простой прием разделения суспензии на две-три фракции – **отмучивание**, заключающееся в последующем осаждении суспензии в течение такого времени, за которое крупная фракция успевает осесть до определенного уровня. Для освобождения от мелкой фракции верхний слой суспензии сливают, например, с помощью U-образной трубки (рис. 2.3) и вновь доливают до первоначального объема чистой жидкостью. Эту операцию повторяют многократно в зависимости от необходимой степени разделения. Отмучивание используют в методе определения глинистой составляющей.

Более эффективно разделение суспензии на фракции при нанесении исследуемой пробы на поверхность чистой жидкости *без взмучивания*. Через некоторое время частицы разных диаметров будут находиться на различных уровнях от поверхности жидкости. Чем больше высота столба жидкости, тем полнее можно осуществить разделение их на фракции, для чего суспензию с определенных уровней сливают, сушат и взвешивают.

**Метод Вагнера** основан на измерении гидростатического давления столба суспензии с помощью сообщающихся сосудов. В одно колено помещают суспензию, а в другое – чистую жидкость (рис. 2.4). Высота уровней суспензии и жидкости обратно пропорциональна их плотности, поэтому при оседании частиц, приводящем к уменьшению плотности суспензии, соответственно будет понижаться уровень жидкости во втором колене. Сравнительная простота метода обуславливает широкое применение прибора для определения кинетики процесса седиментации.

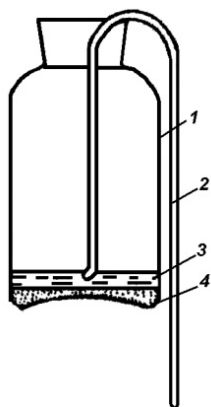


Рис. 2.3. Схема отбора пробы суспензии с помощью U-образной трубки: 1 – сосуд, 2 – U-образная трубка, 3 – суспензия, 4 – осадок

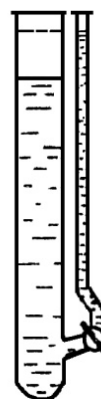


Рис. 2.4. Седиментометр Вагнера

Также широко используют **метод Одена**, основанный на измерении массы осадка через определенное время в чашечке, опущенной в суспензию. Чашечка может быть связана (по предложению Н.А. Фигуровского) с кварцевой нитью, прогиб которой под действием массы нарастающего осадка, наблюдают с помощью отсчетного микроскопа, или с торсионными весами, по которым можно сразу определить зависимость массы осевшего осадка от времени (рис. 2.5).

Среди разнообразных методов седиментационного анализа тонкодисперсных материалов большое распространение получил **пипеточный способ**, принцип которого состоит в отборе с задаваемой глубины и после известной продолжительности оседания определенной объемной доли суспензии, в которой первоначально было равномерно распреде-

лено установленное количество вещества; после этого находят содержание твердой фазы в отобранной пробе.

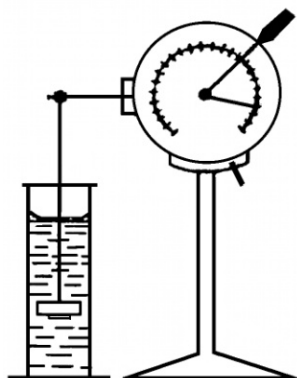


Рис. 2.5. Седиментометр с торзионными весами

За время  $\tau$  с момента начала оседания на глубину  $H$ , с которой отбирают пробу, должны погружаться частицы, размер которых  $x_\tau$  находят по формуле (2.19). Частицы, размер которых меньше  $x_\tau$ , оседают с меньшей скоростью. Поскольку эта скорость постоянна, баланс частиц размером  $x < x_\tau$ , поступающей на уровень  $H$  и уходящих с этого уровня, в рассматриваемый период времени равен нулю. Следовательно, концентрация мелких частиц на глубине  $H$  ко времени  $\tau$  не изменится, их содержание в пробе будет равно первоначальному.

Что касается частиц размером  $x > x_\tau$  то, поскольку их скорость оседания выше, чем  $H/\tau$ , они ко времени  $\tau$  будут находиться на большей глубине и в отбираемую пробу не попадут. Таким образом, в пробе находятся частицы, размер которых меньше или равен  $x_\tau$ , а уменьшение содержания твердой фазы по сравнению с первоначальной зависит от доли крупных частиц в материале. Формула для установления содержания частиц  $Q$ , меньших или равных стоксову эквивалентному размеру, имеет вид:

$$Q = \frac{g_c \cdot V_c}{g_{np} \cdot V_{np}} \cdot 100, \% \quad (2.21)$$

где  $g_c$  и  $g_{np}$  – масса сухого вещества первоначальный в объеме всей суспензии и в отобранной пробе соответственно, г;

$V_c$  и  $V_{np}$  – первоначальный объем суспензии и объем пробы в пипетке соответственно,  $\text{см}^3$ .

Изменяя высоту и время отстаивания суспензии, получают несколько точек на кривой гранулометрического состава.

Прибор для пипеточного анализа (рис. 2.6) состоит из укрепленной на треножнике штанги с вращающимся вокруг нее столиком 2. На

штангу надета подвижная муфта 3, закрепляемая винтом 4, с помощью которой регулируют положение пипетки 5 по высоте. На столик ставят цилиндры 6 с суспензией анализируемого вещества. Объем суспензии составляет 0,5–1 л. Пробу отбирают пипеткой емкостью 25 см<sup>3</sup>.

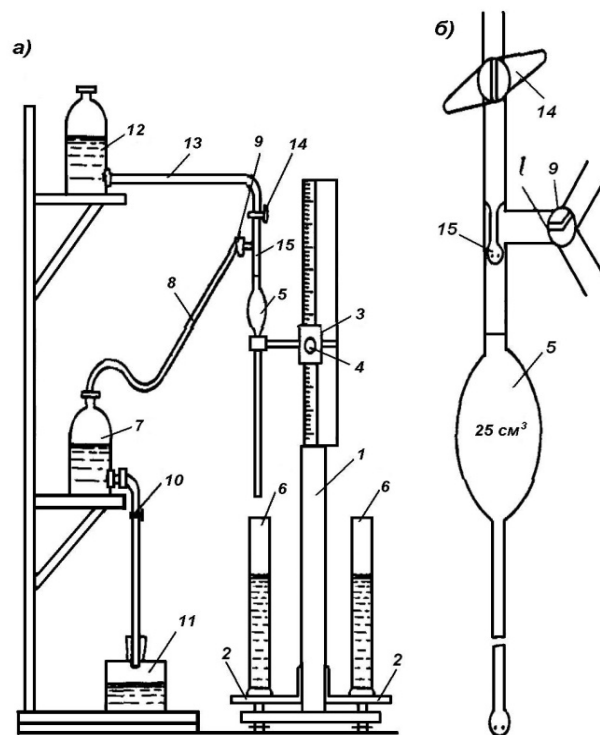


Рис. 2.6. Пипеточный прибор Робинсона

Для создания разрежения в пипетке и отбора пробы используют водоструйный насос или аспиратор 7, соединенный с пипеткой резиновой трубкой 8 через трехходовой кран 9. Из аспиратора вода через трубку с зажимом 10 стекает в емкость 11. Для промывания пипетки из сосуда 12 по трубке 13 через кран 14 и отросток 15 в пипетку подают воду. На нижнем конце пипетки находится несколько отверстий, оси которых расположены в одной горизонтальной плоскости, через них всасывается проба суспензии. При заборе пробы полость пипетки через трехходовой кран соединяют с аспиратором. Зажим должен быть открыт, чтобы в аспираторе было разрежение. Суспензия заполняет пузырек и поднимается до метки; трехходовой кран сразу же закрывают; пипетку извлекают из цилиндра, под нее подставляют бюкс или фарфоровую чашечку; трехходовой кран 9 ставят в положение, при котором полость пипетки сообщается с окружающей средой, давление в пипетке делается равным атмосферному, и суспензия стекает. Для промывания пипетки открывают кран 14.

Исходную пробу материала, высушенную до постоянной массы при температуре 105–110 °С, разминают в фарфоровой ступке и просеивают

через сито 05, вновь высушивают до постоянной массы, заливают водой с добавкой стабилизатора и кипятят в течение 1 ч в колбе с обратным холодильником. Материал берут в таком количестве, чтобы концентрация твердой фазы в суспензии составляла примерно 1 % (10 г на однолитровый цилиндр, 5 г на 0,5 л и т. д.), его взвешивают в бюксе с точностью до 0,01 г. Если материал содержит крупные примеси, пробу пропускают через сито 0,25. Остаток высушивают и взвешивают, однако все расчеты ведут на полную массу пробы. Суспензию охлаждают, переносят в цилиндр, и объем доводят до заданного. Определяют температуру, тщательно перемешивают суспензию и после прекращения перемешивания (мешалку оставляют в цилиндре) включают секундомер.

Если исследуемая проба представлена шликером, то ее кипячение не требуется. Определив влажность шликера  $W_{\text{шл}}$ , например, пикнометрическим способом по формуле, рассчитывают необходимое количество шликера  $g_{\text{шл}}$  по формуле

$$g_{\text{шл}} = \frac{g_{\text{сух}} \cdot 100}{100 - W_{\text{шл}}}, \quad (2.22)$$

где  $g_{\text{шл}}$  – заданное количество сухого вещества в пробе, г.

Шликер отвешивают в бюксе на технических весах и по его фактической массе находят фактическое значение  $g_{\text{сух}}$ .

Время отбора пробы обычно рассчитывают заранее в зависимости от плотности материала, температуры и вязкости воды и размера частиц. Рекомендуется отбирать пробы для частиц, размером 50 мкм с глубины 25 см; 10 и 5 мкм – 10 см, 1 мкм – 5–7 см. Пробу отбирают параллельно из двух цилиндров. Суспензию выпаривают на водяной бане или в сушильном шкафу при температуре до 80 °С, а затем высушивают до постоянной массы при температуре 105–110 °С. Взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

Размер частиц и весовое содержание частиц, меньших или равных данному размеру, рассчитывают по формулам (2.19) и (2.21). Необходимо учитывать, что величина остатка на сите 025 также дает одну точку на кривой зернового состава. Например, если остаток на сите 025 равен 1,5 %, величина  $Q_{(250)} = 98,5$  %.

Во многих лабораториях, чтобы избежать расчетов и построения графиков, заранее составляют таблицы, где указывают точную продолжительность отстаивания суспензии в зависимости от плотности материала, температуры воды, глубины погружения и размера частиц. Пробу из обоих цилиндров отбирают строго в одни и те же сроки. За величину  $Q$  берут среднее арифметическое двух параллельных определений.

Более надежных результатов, однако, достигают при построении графика  $Q = f(x)$  или  $Q = f(\lg x)$ . В этом случае сроки отбора проб не являются жестко регламентированными; крупные фракции определяют на пробах, взятых с большой глубины после непродолжительного отстаивания, мелкие – с малой глубины после длительного оседания. При работе с двумя цилиндрами на график наносят около 10 точек, их соединяют плавной кривой по лекалу и определяют значения  $Q$  для размеров 50; 30; 20; 10; 5; 3; 2 и 1 мкм.

Ошибки при проведении пипеточного анализа связаны с возможностью попадания в зону отбора частиц из глубоких слоев, т. е. более крупных, чем расчетные по закону Стокса. Неточность при взвешивании малого количества сухого вещества в некоторых пипеточных пробах, нарушение спокойного состояния суспензии и изменение ее высоты при погружении пипетки и отборе пробы, а также возможность коагуляции частиц вследствие относительно высокой концентрации вносят некоторые погрешности в результаты.

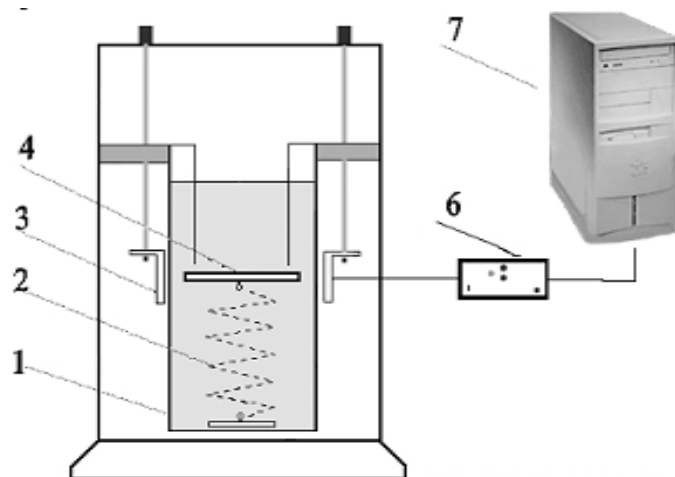
Тем не менее пипеточный метод обеспечивает удовлетворительную воспроизводимость результатов и его широко применяют при исследовании силикатных материалов.

Из многочисленных методов анализа дисперсности частиц применяют **весовой метод**, который сочетает прямое измерение массы с косвенным определением размера частиц.

Известен бесконтактный способ регистрации массы накапливаемого осадка с помощью датчика микроперемещения, состоящего из трансформаторной катушки, расположенной на внешней поверхности осадительного цилиндра, и сердечника, находящегося в седиментационном сосуде в виде чашечки сбора осадка, который измеряет массу осадка в двух диапазонах чувствительности. Цена деления прибора составляет 0,078–0,15 мг.

Гравитационный весовой седиментометр ВС-3 состоит из механического блока; блока связи прибора с персональным компьютером; персонального компьютера с принтером и дисплеем (рис. 2.7).

Механический блок седиментометра состоит из цилиндрического осадительного сосуда, измерительной системы регистрации массы осадка, включающей чувствительный элемент с чашечкой сбора осадка и датчиком микроперемещений. Системой ввода пробы является впрыскивающее устройство. Внутри осадительного сосуда над чашечкой сбора осадка размещается дополнительный цилиндр со съемными кольцами, которые препятствуют рассеянию частиц при их осаждении.



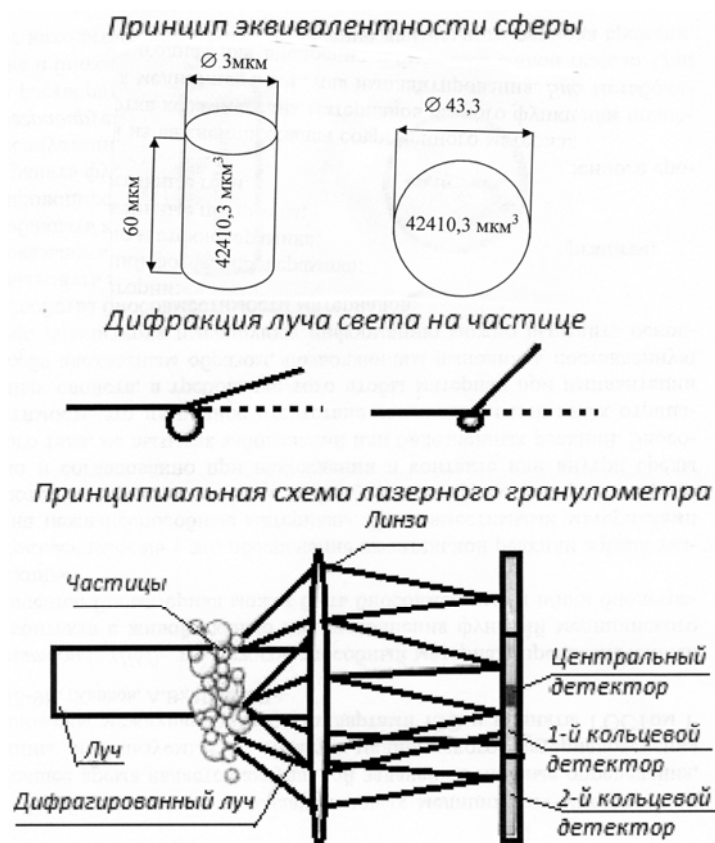
*Рис. 2.7. Принципиальная схема седиментометра ВС-3:  
 1 – осадительный сосуд; 2 – чувствительная система; 3 – датчик микроперемещений; 4 – чашечка сбора осадка; 5 – устройство ввода;  
 6 – блок связи; 7 – компьютер*

Преобразование и передачу сигнала с датчика микроперемещений в компьютер осуществляет блок связи, представляющий собой аналого-цифровой преобразователь с дополнительными функциями по обеспечению электропитания датчика микроперемещений и установки нуля прибора.

Работа седиментометра ВС-3 осуществляется следующим образом. В осадительный сосуд заливается дистиллированная вода. Внутри сосуда размещается чашечка сбора осадка с поплавком, грузом и цилиндром меньшего диаметра. Датчик микроперемещений посредством движения трансформаторной катушки относительно чашечки сбора осадка выводится в нулевое положение. С помощью устройства ввода пробы в верхней части осадительного сосуда создается монослой частиц. Одновременно с запуском суспензии включается счетчик времени. Визуально весь процесс отображается на экране монитора в виде кривой в координатах масса – время; по мере оседания частиц вычерчивается кривая, отражающая приращение массы осадка в реальном масштабе времени. По окончании процесса осаждения запускается программа аппроксимации кривой накопления данных для расчета кумулятивной и дифференциальной характеристик дисперсности исследуемого образца. Результаты расчета выводятся на экран дисплея в табличном и графическом видах и могут быть распечатаны на бумажном носителе.

Современные лазерные гранулометры используют дифракцию лазерного луча на частицах суспензии. Схема определения эквивалентной сферы, дифракции света на частице и принцип работы гранулометра показаны на рис. 2.8.





*Рис. 2.8. Схема определения эквивалентной сферы, дифракция света на частице и принцип работы гранулометра*

Угол дифракции обратно пропорционален размеру частиц, а интенсивность луча обратно пропорциональна их содержанию. Для измерения обычно достаточно 0,5–1 г порошка. В некоторых моделях можно анализировать 10–60 мг порошка. Измерение можно проводить как в жидкости, так и в потоке газа при циркуляции пробы через измерительную ячейку. При проведении анализа в потоке воздуха обычно необходимо около 20 см<sup>3</sup> сухого порошка.

Дифракционная картина Фраунгофера, образуемая после прохождения лазерного луча через суспензию, расшифровывается с помощью многоканальных детекторов, измеряющих угол отклонения луча и соответствующую ему интенсивность. Поскольку метод основан на известных физических законах, то для проведения анализа не требуется калибровки прибора по стандартным материалам. Минимальный размер частиц определяется длиной волны используемого лазера. Теория Фраунгофера действует до минимальных частиц, сравнимых с длиной волны света. Часто применяют гелий-неоновые лазеры с длиной волны 633,8 нм. Для частиц меньшего размера существенные искажения в дифракционную картину вносят коэффициент абсорбции и коэффициенты преломления пробы и окружающей среды.

Компьютерная программа выдает в виде графиков (рис. 2.8, б) и таблиц распределение частиц по размерам – объемное, по числу частиц, по их поверхности. Дополнительно вычисляется средний диаметр сферы, эквивалентной по объему измеряемой частице; средний диаметр сферы, эквивалентной по площади измеряемой частице; 90 и 10 % пределы диаметров частиц выбранного распределения (объемного –  $v$ , по площади поверхности –  $s$ , по максимальному диаметру –  $f$ , по числу частиц –  $n$ ), когда соответственно 90 и 10 % находятся ниже этих значений; медиана выбранного распределения, т. е. значение размера частицы, когда 50 % находятся ниже этого значения, 50 % – выше.

Лазерные гранулометры позволяют проводить экспресс-анализ частиц размером от 0,16 до 1250 мкм в жидкой среде, в воздушной – от 0,8 до 1160 мкм.

#### **2.4. Особенности дисперсионного анализа глинистых материалов**

Природные глинистые материалы в большинстве случаев отличаются высокой степенью полидисперсности. Они могут содержать существенное количество так называемых песчаных фракций (зерна крупнее 50–100 мкм), всегда содержат значительное количество пылеватых частиц (примерно от 5 до 50–100 мкм) и собственно глинистые фракции – частицы размером меньше 2–5 мкм. В пластичных высокодисперсных глинах и некоторых каолинах преобладают фракции  $< 1$  мкм.

К особенностям глинистых материалов относится также неудовлетворительная агрегативная устойчивость, которая проявляется даже в сильно-разбавленных суспензиях. Это явление связано в значительной мере с присутствием в материалах коагулирующих примесей (в частности, адсорбированных ионов кальция). Кроме того, высокодисперсные частицы в природных глинах, как правило, сильно агрегированы; степень разрушения довольно прочных агрегатов до первичных частиц, и, следовательно, результаты седиментационного анализа существенно зависят от условий подготовки суспензии к анализу. Особенно сильно влияют условия подготовки на содержание в суспензии наиболее тонких глинистых частиц.

Многими исследователями предложено и изучено большое число различных вариантов подготовки глинистых суспензий для седиментационного анализа; эти варианты различаются условиями механического воздействия на суспендируемый материал, а также так называемыми стабилизирующими добавками, вводимыми для дезагрегации частиц и предотвращения их последующей флокуляции. *Ни один из опробованных методов не является абсолютно универсальным, т. е. не гарантирует максимальной дисперсации для всех без исключения глинистых материалов.*

Тем не менее в настоящее время установлено, что в общем наиболее благоприятные результаты дает подготовка глины, заключающаяся в *кипячении суспензии с пирофосфатом натрия*.

Сущность действия пирофосфата натрия состоит в том, что в результате ионного обмена сорбционная способность глинистых частиц заполняется в основном ионами натрия. При этом образуются устойчивые мицеллы с достаточной величиной электрокинетического потенциала. Замещению ионов  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$  и других коагулирующих ионов ионами  $\text{Na}^+$  способствует образование нерастворимых пирофосфатов, с которыми коагулирующие ионы выводятся из дисперсионной среды.

Необходимое содержание пирофосфата примерно 4 мгэ на 10 г глины. Если анализу подлежит материал (естественная порода или керамическая композиция), содержащий наряду с глинистым веществом большое количество более грубодисперсных минералов (кварц, полевые шпаты и др.), то количество пирофосфата может быть снижено пропорционально фактическому содержанию глинистого компонента. Если, однако, глина содержит много карбонатных примесей ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MgCO}_3$ ) резко отрицательно влияющих на стабильность глинистых суспензий, то обычно потребуется увеличить содержание стабилизирующей добавки в 1,5–2 раза.

Следует отметить, что близкий эффект можно получить при использовании ряда других стабилизирующих щелочных электролитов, в том числе оксалатов, карбонатов, ортофосфатов натрия, карбонатов лития и некоторых других. Худшие результаты дают добавки одной щелочи и силиката натрия, от использования которых в настоящее время полностью отказались.

#### **2.4.1. Определение гранулометрического состава глин по методу Б.И. Рутковского**

Метод основан:

- а) на способности глинистых частиц набухать в воде;
- б) различной скорости падения частиц в воде в зависимости от их размера.

С помощью метода Рутковского можно выделить три основные фракции: глинистую – с размером частиц менее 5 мкм (0,005 мм); пылеватую – с размером частиц 5–50 мкм (0,005–0,05 мм), песчаную – с размером частиц от 50 мкм и более (0,05–2 мм).

##### **А. Определение содержания глинистых частиц**

Анализируемое сырье в воздушно-сухом состоянии растирают резиновым пестиком в порошок и просеивают через сито с диаметром отверстия 2 мм (рис. 2.9).

Приготовленную пробу всыпают в цилиндр емкостью  $100 \text{ см}^3$  в таком количестве, чтобы после уплотнения постукиванием 15-16 раз о мягкое основание (ладонь, книгу, тетрадь) в цилиндре получился постоянный объем пробы  $V = 10 \text{ см}^3$ .

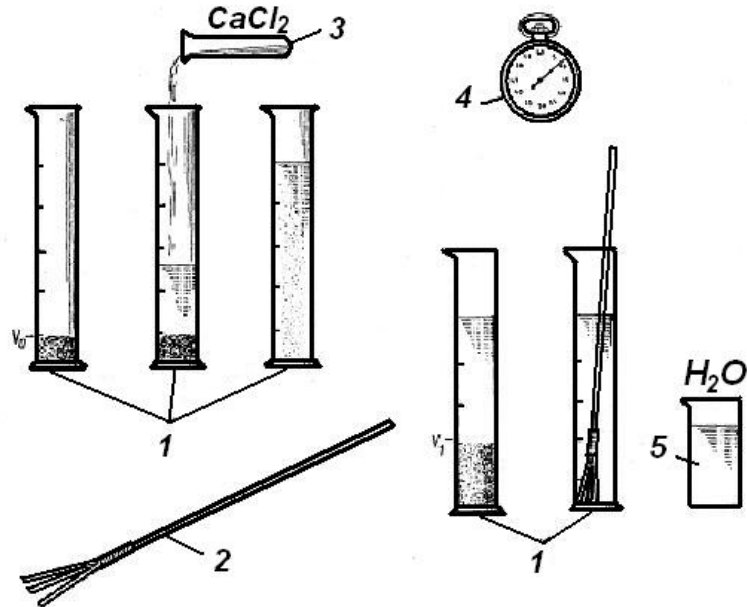


Рис. 2.9. Аппаратура для определения гранулометрического состава глин по методу Б. И. Рутковского: 1 – мерные цилиндры ( $100 \text{ см}^3$ ); 2 – стеклянная палочка с резиновым наконечником; 3 – раствор  $\text{CaCl}_2$ ; 4 – секундомер; 5 – емкость для слива суспензии

Уплотненную пробу разрыхляют в цилиндре, после чего доливают  $50\text{--}60 \text{ см}^3$  воды и перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником до тех пор, пока на стенках цилиндра при растирании пробы не исчезнут мазки глины.

К полученной суспензии прибавляют  $2,5\text{--}3 \text{ см}^3$  раствора  $\text{CaCl}_2$  ( $5,5 \text{ г}$  на  $100 \text{ см}^3$  воды) в качестве коагулятора, суспензию вновь размешивают, затем добавляют воды до  $100 \text{ см}^3$  и оставляют на  $24\text{--}48 \text{ ч}$  до полного отстаивания.

Через указанный промежуток времени определяют объем набухшего грунта  $V_1$  и вычисляют полученный прирост объема на  $1 \text{ см}^3$  первоначального объема по формуле

$$k_v = \frac{V_1 - V_0}{V_0}, \quad (2.23)$$

где  $V_0$  – первоначальный объем ( $10 \text{ см}^3$ );

$V_1$  – объем набухшего грунта,  $\text{см}^3$ .

Зависимость между объемом анализируемого грунта и величиной набухания выражается эмпирической формулой

$$x = 22,7 \cdot k_v, \quad (2.24)$$

где  $x$  – содержание глинистых частиц, %;

$k_v$  – прирост объема на 1 см<sup>3</sup> первоначально взятого объема грунта.

Содержание в сырье глинистой фракции (%) может быть определено по табл. 2.6, минуя расчет по эмпирической формуле.

Таблица 2.6

*Зависимость набухания грунта от количества глинистых частиц*

Прирост объема на 1 см <sup>3</sup>	Содержание глинистых частиц, %	Прирост объема на 1 см <sup>3</sup>	Содержание глинистых частиц, %	Прирост объема на 1 см <sup>3</sup>	Содержание глинистых частиц, %
4,00	90,70	2,70	61,21	1,40	31,71
3,95	89,55	2,65	60,07	1,35	30,61
3,90	88,42	2,60	58,94	1,30	29,48
3,85	87,29	2,55	57,81	1,25	28,34
3,80	86,16	2,50	56,68	1,20	27,70
3,75	85,03	2,45	55,54	1,15	26,07
3,70	83,88	2,40	54,41	1Д0	24,93
3,65	82,75	2,35	53,28	1,05	23,80
3,60	81,62	2,30	52,14	1,00	22,67
3,55	80,49	2,25	51,07	0,95	21,52
3,50	79,63	2,20	49,88	0,90	20,41
3,45	78,23	2,15	48,74	0,85	19,26
3,40	77,09	2,10	47,61	0,80	18,13
3,35	75,95	2,05	46,48	0,75	17,00
3,30	74,81	2,000	45,34	0,70	15,86
3,25	73,67	1,95	44,20	0,65	14,73
3,20	72,54	1,90	43,07	0,60	13,60
3,15	71,40	1,85	41,94	0,55	12,46
3,10	70,27	1,80	40,80	0,50	11,32
3,05	69,14	1,75	39,68	0,45	11,19
3,00	68,01	1,70	38,53	0,40	9,06
2,95	66,88	1,65	37,39	0,35	7,93
2,90	65,75	1,60	36,26	0,30	6,79
2,85	64,62	1,55	35,13	0,25	5,66
2,80	63,49	1,50	34,00	0,20	4,53
2,75	62,35	1,45	32,87	0,15	3,40

Недостатком метода Рутковского является прямо пропорциональная зависимость между величиной набухания и содержанием глинистых частиц в породе. В действительности эта зависимость значительно сложнее, так как объем набухшей в воде породы определяется не только количеством глинистых частиц, но также их минеральным составом (содержанием каолинита, монтмориллонита, гидрослюда и т. д.). Анализ по Б.И. Рутковскому является достаточно объективным при выявлении литологических разностей одного месторождения с единым минералогическим составом.

### **Б. Определение содержания песчаных частиц**

1. Берется тот же цилиндр, в котором определялось набухание глинистого сырья. Содержимое тщательно размешивается стеклянной палочкой, далее отстаивается 90 с (из расчета, что частицы песка более 0,05 мм проходят 1 см пути за 5 с). По истечении указанного времени суспензию в объеме 70–75 см<sup>3</sup> выливают в стеклянную банку, причем необходимо следить за тем, чтобы уже осевшие на дно частицы не поднимались и не оказались слитыми.

Оставшуюся суспензию снова доливают водой до 100 см<sup>3</sup>, взмучивают и сливают через 90 с то же количество в ту же банку. Отмучивание производят до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной. После этого доливают воду до 30 см<sup>3</sup>, взмучивают и через 30 с вновь сливают в цилиндр всю жидкость над осадком песчаной фракции, и так далее до полного осветления жидкости.

После окончания отмучивания доливают цилиндр водой до 100 см<sup>3</sup>, дают песку отстояться и определяют его объем (см<sup>3</sup>).

Принимая, что 1 см<sup>3</sup> осевших частиц равен 10 % пробы, вычисляют, количество песка умножением числа см<sup>3</sup> осадка на 10.

Определение **содержания пылеватых частиц** производят по разности между 100 % и количеством (%) глинистых и песчаных частиц. Результаты анализа заносят в табл. 2.7.

Таблица 2.7

#### *Определение гранулометрического состава глин по Рутковскому*

Наименование исследуемого сырья	Содержание фракций, % по массе		
	песчаные частицы (1–0,05) мм	пылеватые частицы (0,05–0,005) мм	глинистые частицы (менее 0,005) мм

При определении гранулометрического состава необходимо проводить два параллельных анализа одной и той же пробы и при расчете брать среднее из двух определений. Если расхождение составляет более 5 %, анализ повторяется.

**Пример.** Первоначальный объем грунта  $V_0 = 10 \text{ см}^3$ , объем набухшего грунта  $V_1 = 25 \text{ см}^3$ .

Прирост грунта на  $1 \text{ см}^3$  первоначального объема

$$k_v = \frac{V_1 - V_0}{V_0} = \frac{25 - 10}{10} = 1,5.$$

Содержание глинистых частиц в исследуемом сырье по табл. 2.6 составляет 34 % или по расчету  $x = 22,7 \cdot k_v = 22,7 \cdot 1,5 = 34,05 \text{ %}$ .

Для определения песчаных частиц пробу отмываем, после чего остается  $2 \text{ см}^3$  следовательно, песка в глине содержится  $2 \cdot 10 = 20 \text{ %}$ .

Содержание пылеватых составит  $100 - (34 + 20) = 46 \text{ %}$ .

Данные анализа гранулометрического состава наносят на тройную диаграмму Охотина (рис. 2.10), по области которой устанавливается тип суглинка или глины.

Построение диаграммы основано на известном свойстве равностороннего треугольника: сумма перпендикуляров, опущенных из любой точки внутри треугольника на его стороны, равна высоте треугольника. Следовательно, состав любой системы, состоящей из трех компонентов, можно изобразить точкой, лежащей внутри треугольника. Для нахождения положения, соответствующего данной породе, состоящей из песчаных, глинистых и пылеватых частиц, из точек, лежащих на сторонах треугольника и соответствующих процентному содержанию этих компонентов, проводят линии, параллельные основаниям треугольника.

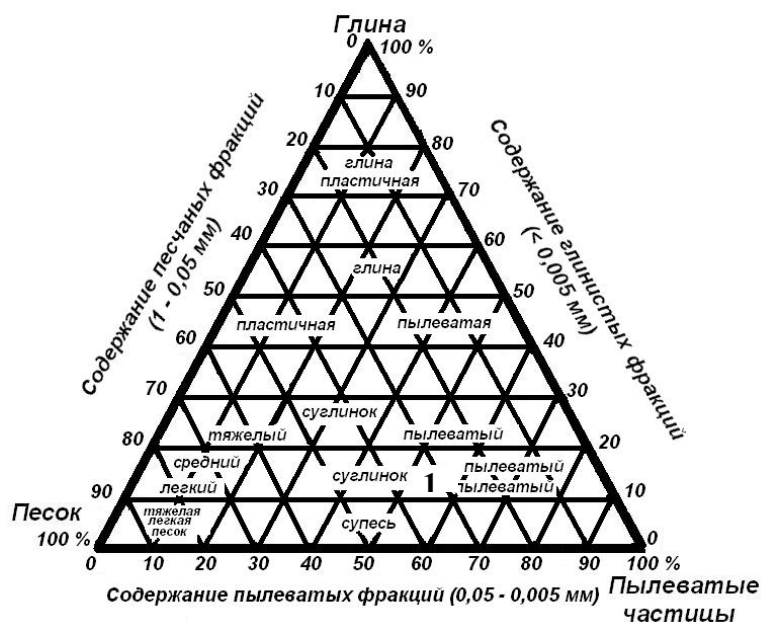


Рис. 2.10. Тройная диаграмма распределения фракций «глина–пылеватые–песок»

#### 2.4.2. Определение грансостава глин пипеточным методом

**Пипеточный метод** гранулометрического анализа основан на различной скорости падения в воде частиц разных размеров. Он отличается от метода Рутковского тем, что взмучивание суспензии производится всего один раз, а затем через определенные сроки с известной глубины специальной пипеткой отбирают пробы.

Если размешать исследуемую глинистую породу в цилиндре с водой и поставить отстаиваться, то концентрация суспензии на некоторой глубине первоначально после взмучивания будет оставаться постоянной, так как оседающие частицы будут заменяться такими же частицами сверху. Однако через промежуток времени  $\tau$  вследствие различной скорости падения частиц разного диаметра концентрация на глубине  $h$  уменьшается, так как частицы, скорость падения которых больше  $h/\tau$ , уже все опустятся ниже глубины  $h$ . Следовательно, если через время  $\tau$  взять пипеткой пробу суспензии с глубины  $h$ , то последняя будет содержать частицы, скорость падения которых будет меньше  $h/\tau$ . Отбирая пробы с определенной глубины через различные промежутки времени и зная скорость падения частиц (по формуле Стокса), можно определить содержание в породе частиц разных диаметров.

*Прибор для пипеточного анализа* глинистых материалов приведен на рис. 2.6. При определении содержания тонкодисперсных фракций в глинах (ГОСТ 21216.2-93) от средней пробы глинистого сырья отбирают навеску массой не менее 100 г, разминают в фарфоровой ступке, просеивают через сито № 1, сушат до постоянной массы в сушильном шкафу и охлаждают в эксикаторе. После чего отвешивают на аналитических весах навеску массой 10 г, помещают в коническую колбу объемом 500 мл, добавляют 150 мл дистиллированной воды и 11 мл 4%-го раствора пирофосфорнокислого натрия в качестве диспергатора и кипятят с обратным холодильником в течение 1 часа, причем кипение не должно быть бурным. После чего суспензию охлаждают и переносят на сито № 0063, которое помещают в стеклянную воронку, а последнюю в стеклянный цилиндр вместимостью 1000 мл. На сите глину промывают струей воды из промывалки, слегка растирая пальцем с резиновым наконечником до тех пор, пока вода, проходящая через сито, не станет прозрачной. Остаток на сите смывают водой из промывалки в чистую, предварительно высушенную до постоянной массы выпарительную чашку, сушат до постоянной массы при температуре 105–110 °С и взвешивают. В цилиндр доливают воду до объема 1000 мл, перемешивают мешалкой с частотой качания 60 кач/мин в течение 1 мин и оставляют для отстаивания.



Перед отбором суспензии измеряют ее температуру. Каждую взятую пробу суспензии количественно переносят в высушенный стаканчик. Пипетку после взятия пробы промывают водой над стаканчиком. Избыток воды из стаканчика выпаривают на песчаной бане, а затем стаканчик высушивают в сушильном шкафу при 105–110 °С.

Для отбора следующих фракций суспензию перемешивают и оставляют на время, указанное в табл. 2.8.

Таблица 2.8

*Время отбора проб в зависимости от температуры суспензии*

x, мкм	Глубина взятия пробы, см	Температура, °С				
		15	17,5	20	22,5	25
10	10	21 мин 48 с	19 мин 48 с	18 мин 39 с	17 мин 33 с	16 м 35 с
5	10	84 мин	75 мин	75 мин	70 мин	66 мин
2	7	6 ч 09 мин	5 ч 2 мин	5 ч 26 мин	5 ч 07 мин	4 ч 50 мин
1	7	24 ч 36 мин	21 ч 45 мин	21 ч 45 мин	20 ч 28 мин	19 ч 21 мин
0,5	7	98 ч	92 ч	87 ч	82 ч	77 ч

При подсчете результатов анализа следует вносить поправку, вычитая из массы высушенной пробы величину  $\Delta g_n$ , соответствующую содержанию в ней обезвоженного пирофосфата:

$$\Delta g_n = \frac{266 \cdot 0,1 \cdot 4}{4 \cdot 1000} \cdot g_c \cdot \frac{V_n}{V_c}, \quad (2.25)$$

где 266 – молекулярный вес безводного пирофосфата натрия;

0,1 – нормальность его раствора;

4 – валентность кислотного остатка;

1000 – объем суспензии в цилиндре, мл;

$g_c$  – навеска сухого вещества пробы, г;

$V_n$  – объем пипетки, мл;

$V_c$  – объем суспензии, мл.

Содержание фракции определяемой крупности материала ( $X$ ) производят по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - 0,0066) \cdot V}{V_1 \cdot m} \cdot 100, \quad \%, \quad (2.26)$$

где  $m_1$  – масса исследуемой фракции суспензии, г;

$m$  – масса навески пробы, г;

0,0066 – масса диспергатора, г ( $\Delta g_n$ );

$V_1$  – объем суспензии в пипетке, мл;

$V$  – объем суспензии в цилиндре, мл.

Содержание отдельных фракций в исследуемой суспензии обозначают следующим образом: фракцию крупнее 0,06 мм –  $X$ ; от 0,6 до 0,01 –  $X_2 = 100 - (X + X_3)$ ; мельче 0,01 мм –  $X_3$ ; мельче 0,005 мм –  $X_4$ ; мельче 0,001 мм –  $X_5$ .

Содержание фракций в зависимости от их размеров указано ниже:

Фракция, мм      от 0,01 до 0,005;      от 0,005 до 0,001;      <0,001;      от 0,06 до 0,01  
 Содержание фракции, %       $Y_3 = X_3 - X_4$ ;       $Y_4 = X_4 - X_5$ ;       $X_5$        $X_2 = 100 - (X + Y_3 + Y_4 + X_5)$

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 3 %.

Рекомендуется для проведения расчета гранулометрического состава глинистых пород экспериментальные данные свести в рабочую таблицу (табл. 2.9).

Таблица 2.9

*Расчет гранулометрического состава глинистых пород*

Размер частиц, мм	Граничные размеры частиц, мм	Масса бюкса, г	Масса бюкса с пробой, г	Масса пробы, г	Разность масс проб, г	Содержание фракции, %
1	1–0,06			$P_1$	$P_1$	$x_1$
0,06	0,06–0,01			–	–	$100 - (x_1 + x_2 + x_3 + x_4)$
0,01	0,01–0,005			$P_2$	$P_2 - P_3$	$x_2$
0,005	0,005–0,001			$P_3$	$P_3 - P_4$	$x_3$
0,001	< 0,001			$P_4$	$P_4$	$x_4$

В окончательном варианте результаты определения грансостава глинистого сырья пипеточным методом сводятся в табл. 2.10.

Таблица 2.10

*Гранулометрический состав глинистой породы*

Содержание (%) частиц размером, мм				
1–0,06	0,06–0,01	0,01–0,005	0,005–0,001	< 0,001

## 2.5. Определение размера частиц порошка оптическим методом

Сущность *микроскопических методов* состоит в измерении размеров и подсчете числа частиц либо визуально, либо по микрофотографиям пробы.

Для анализа с *оптическим микроскопом* пробу помещают на предметное стекло и тщательно диспергируют в хорошо смачивающей порошок жидкости: дистиллированной воде, вазелиновом масле и пр.

В ряде случаев во избежание коагуляции дисперсной фазы приходится подбирать и добавлять пептизирующие поверхностно-активные вещества. Концентрация частиц не должна быть слишком большой, чтобы в поле зрения они не накладывались друг на друга. Пробу накрывают покровным стеклом. Размеры отдельных частиц определяют путем отсчета числа делений окулярной шкалы, на которые проектируется частица. Полученное число умножают на цену деления, которую устанавливают путем градуирования окулярной шкалы по объект-микрометру – предметному стеклу с прозрачной шкалой длиной 1 мм, разделенной на 100 частей. Цена одного деления объект-микрометра составляет 10 мкм. Совместив штрихи и шкалы объект-микрометра и окуляра и подсчитав числа делений, рассчитывают цену деления окулярной шкалы при различных увеличениях, т. е. с различными объективами.

При определении размера частиц по микрофотографии необходимо знать кратность увеличения. Ее можно установить, сфотографировав шкалу объект-микрометра.

Для получения сведений о гранулометрическом составе исследуемого объекта необходимо подсчитать число частиц различных размеров. Частицы обычно классифицируют по какому-либо одному измерению, например по длине.

*Точность* микроскопического анализа возрастает с увеличением массы исследуемой пробы. Поэтому для исследования полидисперсной системы необходимо приготовить, по крайней мере, 20–30 препаратов и промерить несколько тысяч частиц; считается, что удовлетворительная точность может быть достигнута при измерении порядка 1000 частиц каждой фракции. На основании полученных данных может быть рассчитан числовой процент частиц различных размеров (фракционный состав), а также найдены числовые выходы по минусу и плюсу и построена *кумулятивная кривая* или кривая распределения. При необходимости можно перейти от числовых к массовым процентам по формуле (2.6).

*Среднеповерхностный и среднеобъемный* диаметры можно рассчитать по формулам:

$$x_{\text{ср.об}} = \frac{\sum nx^4}{\sum nx^3} \text{ и } x_{\text{ср.п}} = \frac{\sum nx^3}{\sum nx^2}, \quad (2.27)$$

где  $n$  – числа зерен в отдельных фракциях.

*Преимуществом* микроскопического метода является возможность непосредственного наблюдения частиц и определения их формы. Вместе с тем этому анализу присущ *ряд недостатков*, важнейшим из которых является большая трудоемкость, известная субъективность измерений, трудности в определении размеров частиц неправильной формы и др.

Часть этих недостатков можно устранить путем применения микроскопов с устройствами для автоматического подсчета и измерения частиц.

При исследованиях сырьевых материалов и масс микроскопический анализ применяют преимущественно для *определения формы* частиц и *их максимального размера*. С помощью электронной микроскопии можно также определять и минимальный размер.

Микрометрический метод определения позволяет давать ориентировочную оценку дисперсности исследуемой системы. Однако использование его в качестве основного метода дисперсионного анализа затруднено и связано с большими неточностями в определении мелких фракций.

## 2.6. Графическое выражение результатов дисперсионного анализа

Наряду с табличной формой представления гранулометрического состава, используют также и графическую. Достоинством ее является возможность уменьшения погрешностей, связанных с определениями отдельных фракций. Пользуясь табличной формой, можно сравнивать гранулометрический состав различных материалов только при условии, что сопоставляются фракции, ограниченные одними и теми же пределами размеров частиц. При графическом изображении это ограничение отпадает.

Кривая гранулометрического состава, как правило, плавная. Ее строят по экспериментально установленным точкам или проводят между ними там, где построение по точкам нарушает плавность кривой.

Для построения помольной характеристики необходимо данные анализа выразить так, как это показано на примере помола шамота в табл. 2.11.

Таблица 2.11

Таблица ситового анализа шамота

Фракция, мм	Содержание фракции, %	Суммарный выход, %	
		сверху	снизу
> 5,25	4,0	4,0	100,0
5,25–2,8	8,3	12,3	96,7
2,8–1,7	10,2	22,5	87,7
1,7–0,54	36,5	59,0	77,5
0,54–0,20	18,2	77,2	41,0
< 0,2	22,8	100,0	22,8
	100	–	–

В графах «суммарный выход» приведена сумма выхода всех предыдущих фракций, считая сверху или снизу. В графе «сверху» пока-

зано, какой процент от всей исходной пробы остался бы на данном сите, если бы оно было верхним в комплекте, взятом для анализа. В графе «снизу» показан выход материала, прошедшего через данное сито при условии, если бы оно было нижним в комплекте.

По данным таблицы строят помольную характеристику, откладывая по оси абсцисс крупность зерен, а по оси ординат выход верхнего продукта (рис. 2.11).

При помоле огнеупорных материалов (шамота, глины, кварцитов, магнезита) получается различная степень вогнутости помольной характеристики. Чем она более вогнута, тем больше содержится в продукте помола мелких фракций.

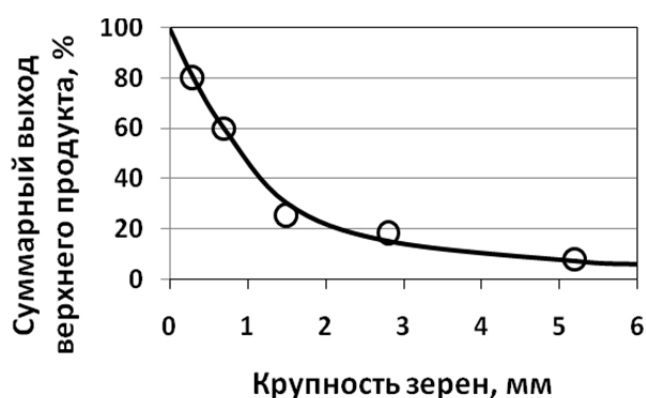


Рис. 2.11. Помольная характеристика (внутренний диаметр шаровой мельницы 2200 мм; скорость вращения 22 об/мин; мощность электродвигателя 40 кВт; производительность 8 т/ч; размер сита 4 мм; материал – часов-ярский шамот)

Характерно, что помольные характеристики имеют вполне определенную закономерность, которая наблюдается при помоле в одной и той же мельнице. Это выражается в том, что остаток на одном сите зависит от остатка на другом. Следовательно, если остаток на каком-либо сите увеличится или уменьшится, то соответственно изменятся остатки на других ситах, т. е. остаток на одном сите характеризует зерновой состав всего порошка, полученного в одной и той же помольной машине. Поэтому при контроле производства нет необходимости делать полный ситовый анализ порошков, полученных при помоле в одних и тех же условиях; достаточно определить остатки на одном – двух ситах, что и предусматривается обычно в технологических нормативах.

#### **Характеристика крупности продуктов измельчения**

На помольных характеристиках обычно помещают две кривые: кривую распределения, называемую также кумулятивной или интегральной  $R(x)$ , % и кривую плотности распределения, называемую

дифференциальной кривой  $\varphi(x)$ , равную отношению массы фракции  $R$  (%) к разности границ размеров данной фракции (мм)  $\varphi(x)$ , % / мм.

Размер продукта помола характеризуют тремя параметрами: средним ( $X$ ), модальным ( $X_{\text{мо}}$ ) и медиальным ( $X_{\text{ме}} = X_{50}$ ) значениями.

*Модальное значение* соответствует максимуму плотности распределения, *медиальному значению* соответствует тот размер частиц, при котором половина массы (50 %) частиц в анализируемой пробе порошка мельче или крупнее размера  $X_{\text{ме}}$ .

На рис. 2.12 приведена помольная характеристика кварца в шаровой мельнице.

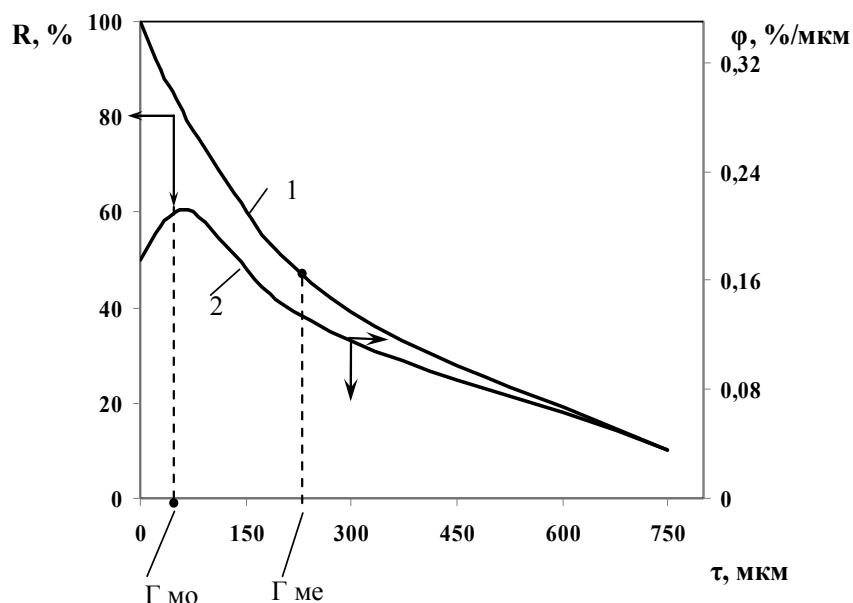


Рис. 2.12. Кривые распределения (1) и плотности распределения (2) при помоле кварца в шаровой мельнице:  $R(x)$  кумулятивная (интегральная) кривая распределения (дифференциальная кривая)

Среднее значение размера частиц зависит от характера распределения и рассчитывается по специальным функциям (Колмогорова, Розина-Раммлера и др.). В продуктах среднего и тонкого помола силикатных материалов имеет место соотношение  $X > X_{\text{ме}} > X_{\text{мо}}$ .

## 2.7. Определение удельной поверхности дисперсных материалов

Различают два вида удельной поверхности пористых и порошковых тел: внешнюю и полную.

**Удельную поверхность** относят либо к 1 г вещества, либо к 1 см<sup>3</sup> его объема и соответственно обозначают через  $S_{\text{д}}$ , см<sup>2</sup>/г или м<sup>2</sup>/г, и  $S_{\text{в}}$ , см<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>, причем  $S_{\text{в}} = S_{\text{д}} \cdot \rho_{\text{каж}}$ , см<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>, где  $\rho_{\text{каж}}$  — кажущаяся плотность, г/см<sup>3</sup>.

Поверхность цилиндрической модели пор выражается формулой:

$$S_V = \frac{2 \cdot P_{\text{отк}}}{r},$$

где  $P_{\text{отк}}$  – открытая пористость в долях единицы;

$r$  – средний радиус пор, см,

либо

$$S_V = 7,1 \sqrt{\frac{P_{\text{отк}}^3}{K}},$$

где  $P_{\text{отк}}$  – пористость открытая, %;

$K$  – газопроницаемость, мкм<sup>2</sup>.

Выражение  $r = \frac{2P_{\text{отк}}}{S_V}$  представляет *гидравлический радиус* (отношение удвоенной площади сечения канала к периметру) и используется для вычисления эффективного радиуса пор. Для круга гидравлический радиус равен геометрическому.

Удельную поверхность чаще всего определяют с помощью приборов, измеряющих:

- воздухопроницаемость порошков;
- количество вещества, необходимого для образования мономолекулярного слоя на поверхности твердого тела.

### **2.7.1. Определение удельной поверхности по воздухопроницаемости слоя материала**

**Метод воздухопроницаемости** слоя материала основан на измерении сопротивления, оказываемого воздуху, просасываемому через слой материала установленной толщины и площади поперечного сечения, уплотненного до определенного содержания пустот в единице объема. Данным методом определяется *внешняя (проницаемая)* удельная поверхность.

Определения проводятся с помощью прибора Л.С. Соминского и Г.С. Ходакова (ПСХ-2).

Этот прибор используют для определения *тонкости помола* по площади удельной поверхности (например, цемента по ГОСТ 310.2-76). Принцип действия прибора основан на зависимости воздухопроницаемости слоя порошка от размеров его частиц. Схематически прибор показан на рис. 2.13. Кювета для укладки слоя испытуемого порошкообразного материала – металлическая цилиндрическая камера диаметром  $25 \pm 0,03$  мм. Ее разделяет перегородка с отверстиями для прохождения воздуха (рис. 2.11, справа). На штуцер внизу кюветы надета гибкая резиновая трубка, соединяющая кювету с манометрической системой.

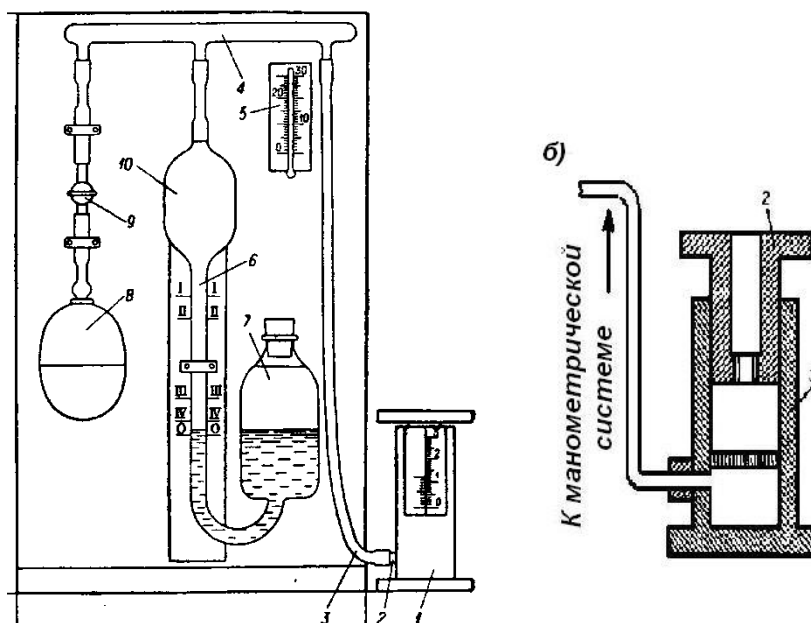


Рис. 2.13. Прибор ПСХ-2 для определения площади удельной поверхности порошка: а – общий вид: 1 – кювета; 2 – плунжер; 3 – секундомер; 4 – таблица со значениями постоянных прибора; 5 – кран; 6 – термометр; 7 – риски; 8 – стеклянная бюретка; 9 – футляр; 10 – резиновая груша; б – схема кюветы (1) с плунжером (2)

Для уплотнения слоя порошка и измерения его толщины в кювету вставляют плунжер – металлический цилиндр с внутренним каналом и дном с отверстиями. Верхняя часть цилиндра оканчивается упорным диском, к которому прикреплена планка с нониусом. Плунжер вводят в кювету так, чтобы при его перемещении планка двигалась вдоль миллиметровой шкалы, нанесенной на поверхность кюветы, что дает возможность измерять толщину слоя засыпанного материала с точностью до 1 мм. Зазор между плунжером и кюветой составляет 0,15 мм. Резиновая груша с клапаном служит для создания разрежения в кювете под слоем порошка.

Манометрическая система представляет собой стеклянную бюретку, имеющую два колена: одно короткое и широкое, сообщающееся с атмосферой, другое – длинное с расширенным резервуаром в верхней части. Длинное колено бюретки герметично соединено двумя стеклянными отростками с одной стороны через резиновый шланг с металлической кюветой, с другой – стеклянным краном с резиновой грушей. Бюретка заполняется подкрашенной водой, с помощью которой регистрируется изменение степени разрежения под слоем материала в ходе измерения. Падение столба жидкости в длинном колене бюретки происходит в результате прохождения атмосферного воздуха через слой исследуемого материала и уменьшения разрежения в манометрической системе. В зависимости от размера частиц порошка он оказывает боль-



шее или меньшее сопротивление прохождению воздуха. Измеряя скорость падения столба жидкости, можно определить площадь удельной поверхности материала, поскольку последняя находится в обратной зависимости от этой скорости.

Несомненное достоинство метода воздухопроницаемости – сравнительная простота приборов (в частности, ПСХ-2), непродолжительность испытания. Однако измеряемая площадь поверхности существенно зависит от степени уплотнения материала. Поэтому фактически недопустимо использование этого метода для определения площади поверхности высокодисперсных (вследствие этого агрегирующих и гигроскопичных) материалов, например глин. Практически область применения метода воздухопроницаемости ограничивается площадью удельной поверхности материалов, не превышающей  $1,5 \text{ м}^2/\text{г}$ .

Перед испытаниями прибор необходимо подготовить к работе. Количество окрашенной воды в бюретке должно быть таким, чтобы при поднятии уровня жидкости в длинном колене до расширенного резервуара короткое колено было заполнено жидкостью не менее чем на  $1/3$  высоты.

Герметичность прибора проверяют следующим образом. Вынув плунжер из кюветы, верхнее отверстие цилиндра плотно закрывают резиновой пробкой или зажимают ладонью. Открывают кран бюретки и с помощью резиновой груши поднимают уровень жидкости до расширения в длинном колене. Затем закрывают кран и, продолжая зажимать отверстие, наблюдают за положением уровня жидкости в манометре: при хорошей герметичности этот уровень не опускается, в противном случае следует найти и устранить негерметичность в приборе.

Следующая операция при подготовке прибора к работе – проверка совпадения нулевых делений нониуса на плунжере и шкалы на кювете. Для этого в кювету укладывают вырезанные по ее внутреннему диаметру два кружка фильтровальной бумаги и полностью вдвигают плунжер, если имеется несоответствие положений нулевых делений, то отмечают величину этого несоответствия и в дальнейшем учитывают ее при измерении высоты слоя испытуемого порошка.

Материал для испытания высушивают при температуре  $105\text{--}110 \text{ }^\circ\text{C}$  до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе до комнатной температуры на технических весах отвешивают с точностью до  $0,01 \text{ г}$  пробу порошка, масса которой  $P$  (г) зависит от плотности материала  $\rho$  и определяется по формуле:  $P = 3,33 \cdot \rho$ .

Плотность некоторых материалов, используемых в производстве керамических изделий, и масса навески для определения площади удельной поверхности приведены в табл. 2.12. В случае исследования

смеси различных порошков массу навески вычисляют по формуле:  
 $P = 3,33 \cdot \sum a_i \cdot \rho_i$  ( $a_i$  – содержание компонентов в смеси, доля по массе;  
 $\rho_i$  – соответственно их плотность, г/см<sup>3</sup>).

Таблица 2.12

*Плотность материалов и величина их навески для определения площади удельной поверхности на ПСХ-2*

Материал	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Навеска, г
пегматит	2,20	7,33
доломит	2,62	8,72
песок	2,65	8,82
кирпичный бой	2,66	8,86
карборунд	3,20	10,66
периклаз	3,65	12,15
корунд	3,99	13,29
диоксид титана	4,24	14,12

Порядок работы: на дно чистой кюветы укладывают кружок фильтровальной бумаги и высыпают на него навеску испытуемого материала. Слой порошка разравнивают легким постукиванием и покрывают сверху вторым кружком фильтровальной бумаги. Затем в кювету медленно вводят плунжер и с силой нажимают на него рукой, уплотняя слой порошка. После замера высоты слоя порошка нониусом по миллиметровой шкале плунжер удаляют из кюветы и открывают кран на бюретке. Резиновой грушей создают такое разрежение под слоем материала, чтобы уровень жидкости поднялся до расширения в верхней части длинного колена. Затем закрывают кран и, наблюдая за опускающимся столбом окрашенной воды, определяют время прохождения мениска между парой рисок, нанесенных на бюретке.

При испытании тонкозернистого материала мениск движется вниз очень медленно, поэтому для сокращения времени эксперимента пользуются верхней парой рисок. При грубозернистом материале столб жидкости вначале опускается довольно быстро, что затрудняет замер времени прохождения мениска между верхней парой рисок; поэтому пользуются нижними рисками. Среднее значение времени прохождения мениска между рисками определяют по результатам не менее чем трех испытаний. По термометру в футляре прибора фиксируют температуру воздуха, при которой проводят испытания.

Площадь удельной поверхности порошка  $S$  (см<sup>2</sup>/г) вычисляют по формуле

$$S = K \cdot M \cdot \sqrt{\tau/P}, \quad (2.28)$$

где  $K$  – постоянная прибора (содержится в паспорте, для каждой пары рисунок имеет свое значение);  
 $\tau$  – время падения столба жидкости между данной парой рисунок, с;  
 $M$  – коэффициент, зависящий от толщины слоя порошка  $L$  и температуры воздуха  $t$  во время опыта (находится по табл. 2.13).

Таблица 2.13

*Значения коэффициента  $M$  для расчета площади удельной поверхности порошка*

Толщина слоя порошка $L$ , см	Температура воздуха, °С							
	13	15	17	19	21	23	25	30
0,80	65	65	65	64	64	64	64	64
0,81	73	73	73	72	72	72	72	72
0,82	81	81	81	80	80	80	80	80
0,83	89	89	89	88	88	88	88	88
0,84	97	97	97	96	95	95	95	95
0,85	104	104	104	104	103	103	103	103
0,86	111	111	111	111	110	110	110	110
0,87	119	119	119	119	118	118	118	118
0,88	127	127	127	127	126	126	126	126
0,89	135	135	135	135	134	134	134	134
0,90	143	143	143	143	142	142	142	142
0,91	151	151	151	151	150	150	150	150
0,92	159	159	159	159	158	158	158	158
0,93	168	168	168	167	166	166	166	166
0,94	176	176	176	175	174	174	174	174
0,95	184	184	184	183	183	183	183	183
0,96	192	192	192	192	191	191	191	191
0,97	201	201	201	200	199	199	199	199
0,98	209	209	209	208	207	207	207	207
0,99	218	218	218	217	216	216	216	216
1,00	227	226	226	225	224	224	224	224
1,01	235	234	234	233	232	232	232	232
1,02	243	242	242	241	240	240	240	240
1,03	251	250	250	249	248	248	248	248
1,04	259	258	258	257	256	256	256	256
1,05	268	267	266	265	265	265	265	265
1,06	276	275	275	274	273	273	273	273
1,07	285	284	283	282	281	281	281	281
1,08	293	292	291	290	289	289	289	289
1,09	299	298	297	296	296	296	296	294
1,10	307	306	305	304	303	303	303	300
1,11	316	315	314	313	312	312	312	309
1,12	325	324	323	322	321	321	321	317

Продолжение табл. 2.13

Толщина слоя порошка $L$ , см	Температура воздуха, °C							
	13	15	17	19	21	23	25	30
1,13	333	332	331	330	329	329	329	326
1,14	341	340	339	338	337	337	337	334
1,15	349	348	347	346	345	345	345	342
1,16	357	356	355	354	353	353	353	348
1,17	365	364	363	362	361	361	361	356
1,18	374	373	372	371	370	370	370	365
1,19	383	382	381	380	379	379	379	373
1,20	391	390	389	388	387	387	387	382
1,21	399	398	397	396	394	394	394	389
1,22	407	406	405	404	402	402	402	397
1,23	416	414	413	412	410	410	410	405
1,24	423	422	421	420	419	419	419	413
1,25	430	429	428	427	425	425	425	420
1,26	438	437	436	434	433	433	433	428
1,27	445	444	443	441	440	440	440	435
1,28	453	452	451	450	448	448	448	443
1,29	461	460	459	457	456	456	456	451
1,30	469	468	467	465	464	464	464	459
1,31	479	477	475	473	472	472	472	466
1,32	487	485	483	481	479	479	479	474
1,33	495	493	491	489	487	487	487	481
1,34	503	501	499	497	495	495	495	489
1,35	510	508	506	504	502	502	502	496
1,36	517	515	513	512	510	510	510	504
1,37	524	522	520	519	517	517	517	510
1,38	531	529	527	526	524	524	524	518
1,39	538	536	534	532	531	531	531	524
1,40	546	544	542	540	538	538	538	532
1,41	554	552	550	549	547	547	547	540
1,42	561	559	557	556	554	554	554	547
1,43	569	567	565	564	562	562	562	555
1,44	576	574	572	571	569	569	569	561
1,45	583	581	579	578	576	576	576	570
1,46	590	588	586	584	582	581	578	574
1,47	597	595	593	591	589	588	586	581
1,48	604	602	600	599	597	595	593	589
1,49	611	609	607	606	604	602	600	596
1,50	618	616	614	613	611	609	607	603
1,51	627	625	623	621	619	618	616	612
1,52	634	632	630	628	626	625	623	618
1,53	641	639	637	635	633	632	630	625
1,54	648	646	644	642	640	639	637	633

Продолжение табл. 2.13

Толщина слоя порошка $L$ , см	Температура воздуха, °С							
	13	15	17	19	21	23	25	30
1,55	655	653	651	649	647	646	644	640
1,56	662	660	658	656	654	652	650	646
1,57	669	667	665	663	661	659	657	653
1,58	676	674	672	670	668	666	664	659
1,59	683	681	679	677	675	673	671	667
1,60	690	688	686	684	682	680	678	672
1,61	696	694	692	690	688	686	684	679
1,62	703	701	699	697	695	693	691	686
1,63	710	708	706	704	702	700	698	692
1,64	718	715	713	711	709	707	705	700
1,65	723	721	719	717	715	713	711	705
1,66	730	728	726	724	722	720	718	713
1,67	737	735	733	731	729	727	725	719
1,68	744	741	739	737	735	733	731	725
1,69	750	748	746	744	742	740	738	732
1,70	757	755	753	751	749	747	745	740
1,71	765	762	760	758	756	754	753	748
1,72	771	769	767	765	763	761	759	754
1,73	778	775	773	771	769	767	765	760
1,74	783	781	779	777	775	773	771	766
1,75	789	787	785	783	781	779	777	771
1,76	796	794	792	790	788	786	783	778
1,77	803	801	799	796	794	792	790	785
1,78	810	808	806	804	802	800	797	792
1,79	816	814	812	810	808	806	803	797
1,80	823	821	819	817	815	813	810	805
1,81	828	827	825	823	821	819	816	811
1,82	835	833	831	829	827	825	822	816
1,83	841	839	837	835	833	831	828	823
1,84	847	845	843	841	839	837	834	829
1,85	853	851	849	847	845	843	840	835
1,86	859	857	855	852	849	847	845	840
1,87	865	863	861	858	855	853	851	845
1,88	871	869	867	864	861	859	857	851
1,89	877	875	873	871	869	866	863	857
1,90	883	881	879	876	873	871	869	863
1,91	890	888	886	883	880	878	876	870
1,92	897	895	893	891	888	886	883	877
1,93	903	901	899	896	893	891	889	884
1,94	909	907	905	902	900	897	895	890
1,95	915	913	911	909	906	903	901	895
2,05	980	975	972	969	967	964	961	955

Окончание табл. 2.13

Толщина слоя порошка $L$ , см	Температура воздуха, °С							
	13	15	17	19	21	23	25	30
2,10	1010	1005	1002	999	996	993	991	985
2,15	1039	1035	1031	1029	1026	1023	1021	1011
2,20	1067	1063	1059	1056	1053	1050	1048	1039
2,25	1096	1091	1087	1084	1081	1078	1075	1064
2,30	1121	1117	1114	1111	1108	1105	1102	1092
2,35	1147	1144	1141	1138	1135	1132	1129	1120
2,40	1176	1172	1168	1164	1160	1157	1154	1144
2,45	1203	1199	1195	1191	1187	1184	1181	1170
2,50	1228	1224	1221	1217	1213	1209	1206	1197
2,55	1256	1250	1246	1242	1238	1234	1231	1221
2,60	1280	1276	1272	1268	1264	1260	1257	1246
2,65	1303	1300	1297	1294	1290	1286	1283	1271
2,70	1330	1326	1322	1318	1314	1310	1308	1295
2,75	1354	1350	1346	1342	1338	1334	1330	1320
2,80	1382	1376	1370	1366	1362	1358	1354	1342
2,85	1402	1398	1394	1390	1386	1382	1378	1364
2,90	1426	1421	1417	1413	1409	1405	1401	1390

Средний диаметр зерен материала  $D$  (мкм) может быть найден из соотношения:

$$D = \frac{60000}{\rho \cdot S} \quad (2.29)$$

Результаты определения удобно заносить в табл. 2.14.

Таблица 2.14

*Определение площади удельной поверхности порошка*

Толщина слоя порошка $L$ , см	Температура воздуха во время опыта $t$ , °С	Коэффициент $M$ (по табл.)	Время падения столба жидкости между парой рисок $\tau$ , с	Постоянная прибора $K$	Площадь удельной поверхности $S$ , см <sup>2</sup> /г	Средний диаметр зерен $D$ , мкм

Для определения площади удельной поверхности формовочных песков (ГОСТ 23409.21-78) рекомендуется прибор, изображенный на рис. 2.14.

Пробу высушенного материала массой 50 г помещают в бюретку  $l$  диаметром 12 мм и вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в нижнюю часть которой впаена металлическая сетка  $b$ . Порошок уплотняют в бюретке легким постукиванием деревянной палочкой, пока он не займет постоянный объем, который отмечают по шкале бюретки. Затем из U-образного манометра

метра 3, соединенного трубкой 2 с бюреткой, при открытом кране 5 удаляют воздух с помощью груши 4 до тех пор, пока уровень жидкости в манометре не поднимется от метки  $M_4$  до метки  $M_1$ . После этого перекрывают кран и наблюдают за постепенным выравниванием уровней жидкости в U-образной трубке, происходящим в результате прохождения воздуха через слой материала. Фиксируют время опускания мениска жидкости от метки  $M_2$  до метки  $M_3$ .

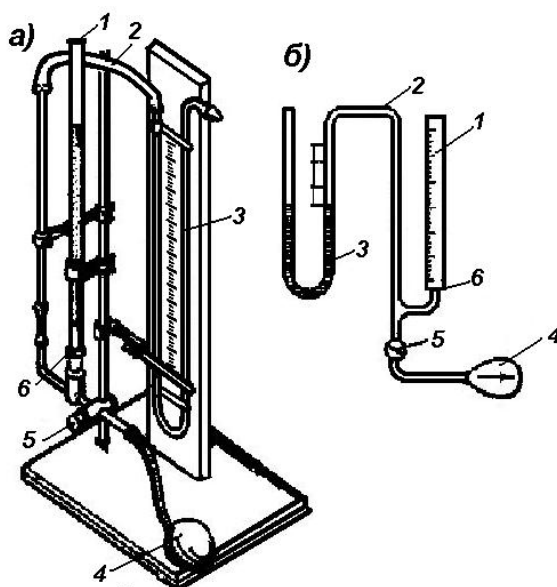


Рис. 2.14. Прибор для определения площади удельной поверхности грубозернистых материалов: а – общий вид; б – принципиальная схема

Площадь удельной поверхности  $S_{уд}$  ( $\text{см}^2/\text{г}$ ) вычисляют по формуле:

$$S_{уд} = \frac{A}{m} \cdot \sqrt{\varepsilon^3 \cdot V \cdot S \cdot \tau}, \quad (2.30)$$

где  $m$  – навеска материала, г;

$V$  – объем материала в бюретке,  $\text{см}^3$ ;

$S$  – площадь поперечного сечения бюретки,  $\text{см}^2$ ;

$\tau$  – время падения уровня жидкости между метками  $M_2$  и  $M_3$ , с;

$\varepsilon$  – относительный объем пор,  $\varepsilon = \frac{\rho_{и} - \rho_{н}}{\rho_{и}}$ , здесь  $\rho_{и}$  – истинная плотность материала,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;  $\rho_{н}$  – насыпная плотность материала,  $\text{г}/\text{см}^3$ ,  $\rho_{н} = m/V$ ;

$A$  – постоянная прибора,

$$A = 13 \cdot \sqrt{\frac{S \cdot l \cdot \rho_{ж}}{V_{в} \cdot \lg(1 + \frac{l}{l_1}) \cdot \eta}}, \quad (2.31)$$

здесь  $l$  – расстояние между метками  $M_2$  и  $M_3$ , см;  
 $l_1$  – расстояние между метками  $M_3$  и  $M_4$ , см;  
 $\rho_{ж}$  – истинная плотность жидкости в манометре, г/см<sup>3</sup>;  
 $V_{в}$  – объем воздуха, прошедший через исследуемый материал,  
равный объему жидкости между метками  $M_2$  и  $M_3$ , см<sup>3</sup>;  
 $\eta$  – динамическая вязкость воздуха при температуре испытания,  
0,1 Па·с (пз).

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 10 %.

### 2.7.2. Адсорбционные методы определения удельной поверхности

Основой *адсорбционных методов* определения удельной поверхности является измерение количества вещества, необходимого для образования насыщенного адсорбционного мономолекулярного слоя на поверхности твердого тела. Поверхность измеряют по числу молекул в таком монослое и площади, занимаемой каждой из них. Последняя величина или известна, или может быть с достаточной точностью оценена.

Объем газа  $V_i$ , адсорбированного в виде насыщенного монослоя на поверхности твердого вещества, рассчитывают с помощью уравнения изотермы полимолекулярной адсорбции С. Брунауэра, П.Х. Эммета и Б. Теллера (уравнение БЭТ), которое в линейной форме выглядит следующим образом:

$$\frac{P}{V \cdot (P_s - P)} = \frac{1}{V_m \cdot c} + \frac{c-1}{V_m \cdot c} \cdot \frac{P}{P_s}, \quad (2.32)$$

где  $V$  – количество газа (пара), адсорбированного при равновесном давлении  $P$ ;

$P_s$  – давление насыщенных паров при температуре опыта;

$c$  – энергетическая константа, зависящая от температуры.

В координатах  $\frac{P}{V \cdot (P_s - P)} - \frac{P}{P_s}$  изотерма изображается в виде прямой, тангенс угла наклона которой равен  $\frac{c-1}{V_m \cdot c}$ , а отрезок, отсекаемый на оси ординат, равен  $-\frac{1}{V_m \cdot c}$ . Это дает два уравнения для определения  $V_m$  и  $c$ . Уравнение БЭТ справедливо в диапазоне от 0,05 до 0,35.

Для определения удельной поверхности чаще всего используют адсорбцию азота при температуре кипения жидкого азота или кислорода.



Система измерений при этом может быть упрощена, поскольку в условиях адсорбции азота при его кипении величина «с» практически не зависит от природы адсорбента; в среднем  $c = 240$ .

На рис. 2.15 показана принципиальная схема адсорбционного прибора конструкции Г.С. Ходакова для массовых определений удельной поверхности методом БЭТ.

Изготовленную из стекла (марки ЗС-5) вакуумную установку монтируют на деревянном или металлическом каркасе. Прибор состоит из 12–14 ампул 1, включенных в две параллельно работающие линии, калиброванной колбы 5, манометров ртутного 3 и дифференциального 4, колбы 5 с запасом азота, ампулы 6 с активированным углем, манометрической лампы 7, вакуумных кранов 8–16, ловушки и соединительных трубок.

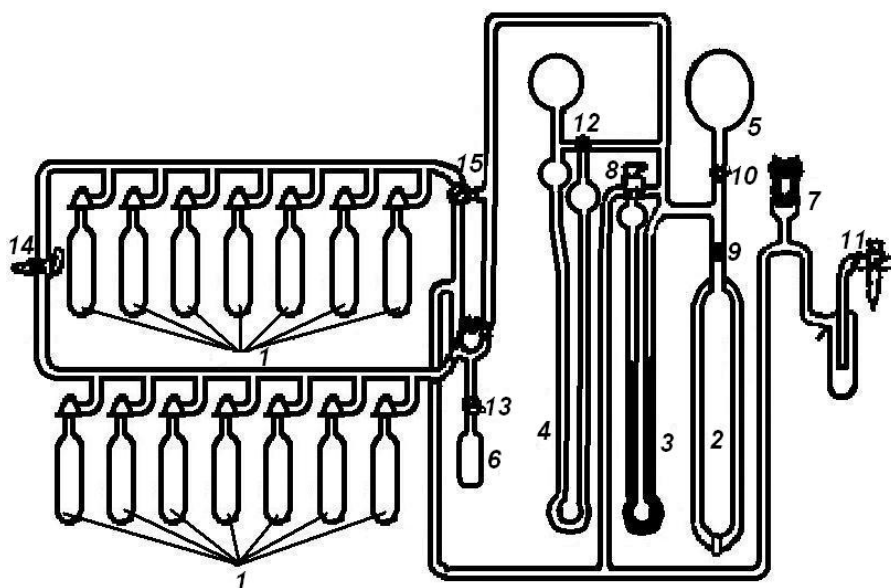


Рис. 2.15. Принципиальная схема адсорбционного прибора для массовых определений удельной поверхности методом БЭТ

Прибор может работать непрерывно: пока на одной линии ведут замеры, на другой меняют пробы и осуществляют вакуумирование. Разрежение создают форвакуумным насосом и контролируют термомпарным вакууметром или манометром Мак Леода.

Емкость ампул 1 –  $60-70 \text{ см}^3$ , а калиброванной колбы 2 – около  $200 \text{ см}^3$ ; этот объем, отсекаемый краном 9, должен быть измерен до монтажа прибора. Ртутным манометром измеряют давление в системе, а дифманометром – разность давлений, создающуюся при адсорбции. Для возобновления вакуума в закрытом колене ртутного манометра его с помощью крана 8 соединяют с вакуумной линией. Дифманометр заполняют маслом (Д-1 или ВМ-4) и присоединяют к системе краном 12. Краны 15 и 16 предназначены для подключения линий с кюветами к

насосу и измерительной системе. Заполнение системы азотом, пуск воздуха в кюветы при смене образцов осуществляют через кран 14. Запас азота в системе пополняют из колбы 5 через кран 10.

Для очистки азота от примесей кислорода газ пропускают через трубку с медным порошком, нагретую до 400° С.

Для подготовки прибора к работе необходимо тщательно промыть бензином или бензолом шлифы кювет и кранов, высушить их и смазать вакуумной смазкой; заполнить манометр ртутью, а дифманометр маслом; присоединить прибор к вакуум-насосу и вакуумметру, откачать из всех его частей воздух и проверить герметичность; соединить с помощью кранов 8 и 12 обе части манометров между собой и с вакуумной линией и поставить прибор под вакуум для «тренировки».

После окончания «тренировки» колбу 5 заполняют азотом, для чего к крану 14 присоединяют резиновую трубку, конец которой опускают в жидкий азот или связывают с баллоном. Дифманометр отключают, а кран 8 ставят в такое положение, чтобы оба колена ртутного манометра сообщались между собой.

С помощью кранов 15 и 16 одну из линий ставят под вакуум. Кран 14 при этом слегка приоткрыт, для того чтобы азот медленно откачивался и удалялся воздух, находящийся в резиновой трубке. Через несколько минут насос отключают и через кран 15 или 16 наполняют колбу 5 азотом. После того как давление в колбе 5 станет равным атмосферному, краны 14 и 10 закрывают, откачивают избыток азота из системы и из закрытого колена ртутного манометра, а кран 8 ставят в среднее положение.

С помощью калиброванной колбы, пользуясь законом Бойля–Мариотта, находят адсорбционные объемы. Замеряют давление  $h_1$  в системе при открытом кране 9, затем его закрывают и откачивают газ. Вновь открывают кран 9, а остальные краны ставят в такое положение, чтобы азот, находящийся в колбе 2, распространился только в измеряемом объеме  $V_1$ , после этого измеряют давление газа  $h_2$ :

$$V_1 = \frac{h_1}{h_2} \cdot V_0, \quad (2.33)$$

где  $V_0$  – объем калиброванной колбы 2.

Если плотность масла в дифманометре не известна точно, необходимо отградуировать дифманометр по ртутному манометру, для чего разность показаний ртутного манометра относят к соответствующей разности показаний дифференциального. Измерения ведут в рабочем диапазоне давлений – от 50 до 200 мм рт. ст. с точностью до 0,1 мм. В качестве калибровочного коэффициента берут среднее нескольких отношений.

Для определения удельной поверхности измеряют уменьшение давления в приборе при погружении кюветы с адсорбентом в жидкий азот. Это уменьшение связано как с адсорбцией газа, так и с его охлаждением в свободном объеме ампул. Последнее необходимо учесть. Для внесения соответствующей поправки одну из линий присоединяют к манометрам, находящимся в рабочем положении; открывают кран 9 при закрытых других кранах, соединяют одну из незаполненных ампул с линией, снимают показания дифманометра и погружают ампулу до середины высоты шейки в жидкий азот. Через 10–15 мин положение уровней дифманометра стабилизируется; снимают показания ртутного ( $h$ , мм рт. ст.) и изменение показаний дифференциального ( $\Delta h$ , мм масл. ст.) манометров и вычисляют отношение  $k_1 = \Delta h/h$ .

Измерения осуществляют при нескольких давлениях и находят среднее значение  $k_1$ . Затем отключают ампулу и проводят такие же измерения с остальными кюветами.

При исследовании сравнительно грубодисперсных порошков применяют большие навески, занимающие значительную долю объема ампулы. Чтобы учесть изменение адсорбционных объемов, ставят опыты, аналогичные описанным, но в каждую кювету помещают 10–30 г крупнодробленого стекла (величиной поверхности которого практически можно пренебречь). Таким образом можно рассчитать поправочный коэффициент для любого объема исследуемого материала.

Количество газа, адсорбируемого твердым телом, зависит от его температуры. Например, если в качестве охладителя использовать жидкий кислород с температурой кипения  $90^\circ\text{K}$ , количество адсорбированного азота в интервале равновесных давлений 100–250 мм рт. ст. будет в 1,4–1,5 раза меньше, чем в случае применения жидкого азота с температурой кипения  $78^\circ\text{K}$ . При  $95^\circ\text{K}$  величины  $c = 110$ , а  $P_s = 2760$  мм рт. ст. Это следует иметь в виду, так как жидкий азот всегда содержит в себе примеси кислорода, что повышает температуру его кипения.

Измерение абсолютной температуры жидкого азота достаточно сложно; удобнее определять уменьшение количества адсорбированного газа по сравнению с тем, которое должно наблюдаться при температуре кипения азота и вводить соответствующую поправку. Для этой цели в приборе предусмотрена ампула 6 с запаянным в нее небольшим количеством активированного угля или другим эталоном. Ампулу с адсорбентом предварительно вакуумируют и находят зависимость уменьшения давления в системе по шкале дифференциального манометра ( $\Delta h_{\text{м}}$ ) от величины равновесного давления  $P$  при погружении ампулы в жидкий азот с очень малым содержанием кислорода.

По полученным данным строят график уменьшения давления в системе при охлаждении кюветы с активированным углем до 78 °К по шкале дифманометра:  $\Delta h_{\text{эт}} = f(P)$ . В дальнейшем для контроля температуры кипения, применяемого в опытах жидкого азота, необходимо измерить значение  $\Delta h_{\text{факт}}$  и сравнить его со значением  $\Delta h_{\text{эт}}$  при той же величине  $P$ , найденным из графика  $\Delta h_{\text{эт}} = f(P)$ . Если наблюдается существенная разница между  $\Delta h_{\text{эт}}$  и  $\Delta h_{\text{факт}}$ , вычисленную величину удельной поверхности следует помножить на соотношение  $\Delta h_{\text{эт}} / \Delta h_{\text{факт}}$ .

Для определения удельной поверхности навески материалов подбирают так, чтобы величина суммарной поверхности каждой из них составляла от 5 до 100 м<sup>2</sup>. При вакуумировании навеску подогревают до 200 °С цилиндрическими электропечами, закрепленными на металлическом бруске. Печи надевают одновременно на все кюветы одной линии и укрепляют крючками. Вакуумирование ведут до разрежения порядка 10<sup>-2</sup> мм рт. ст., после чего насос и печи отключают.

После того как ампулы примут комнатную температуру, их соединяют с измерительной системой и добавляют из колбы 5 азот в таком количестве, чтобы давление в системе стало равным рабочему. Отключают от системы все ампулы, кроме одной, и измеряют показания дифманометра. Ампулу погружают в азот так же, как при определении поправки на эффект охлаждения. Через 20–30 мин положение уровней масла в дифманометре стабилизируется; записывают показания манометров.

Удельную поверхность  $S$  рассчитывают по формуле

$$S = \frac{A \cdot (\Delta P - k_i \cdot P)}{\frac{V}{V_m} \cdot g}, \text{ м}^2/\text{г}, \quad (2.34)$$

где  $A$  – постоянная для данного объема  $V_i$  (см<sup>3</sup>), температуры  $T$ , °К и

атмосферного давления, равная  $4,4 \cdot \frac{273 \cdot V_i \cdot B}{760 \cdot T}$ ;

$g$  – масса исследуемой пробы в г;

$k_i$  – поправочный коэффициент на эффект охлаждения с учетом номера ампулы и объема навески;

$B$  – коэффициент пересчета от масла к ртути;

$\Delta P$  – изменение показаний масляного манометра в мм масл. ст.;

$P$  – равновесное давление в мм рт. ст.

Значение  $V_m / V$  определяют по заранее построенному на основании уравнения БЭТ графику  $V_m / V = f(P)$  (рис. 2.16).

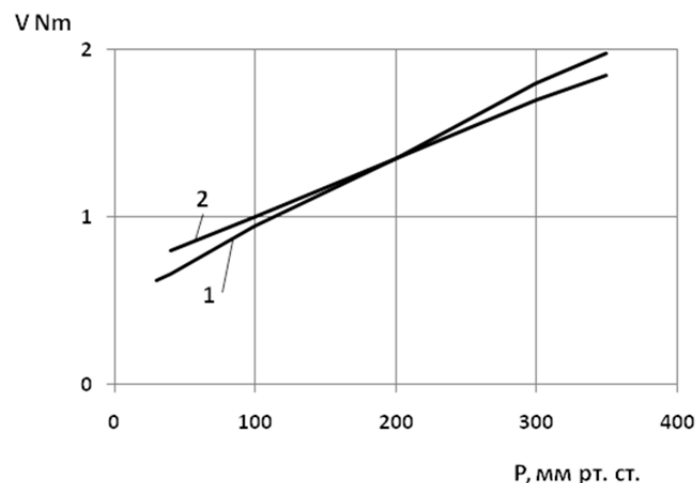


Рис. 2.16. Значение  $V_m/V$  для адсорбции азота:  
 1 – теоретические; 2 – экспериментальные

Наряду с адсорбционными методами, предусматривающими использование азота, в настоящее время получили распространение приборы, в которых применяют другие адсорбенты, в частности углекислый газ.

Адсорбционные методы позволяют исследовать материалы в широком диапазоне дисперсности с точностью  $\pm 5\%$ . Недостатком их является большая сложность в вакуумных приборах и трудность работы с ними.

### 3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ НА ИХ ОСНОВЕ

Большинство искусственных и природных строительных материалов являются пористо-капиллярными телами, структура которых оказывает значительное (а часто и решающее) влияние на многие физико-технические свойства изделий: прочность, твердость, термостойкость, тепло- и звукопроводность, морозостойкость и т. п.

Поры, имеющиеся в пористых телах, характеризуются большим разнообразием форм, однако все они могут быть разделены на несколько основных групп: закрытые, каналобразующие и тупиковые (рис. 3.1).

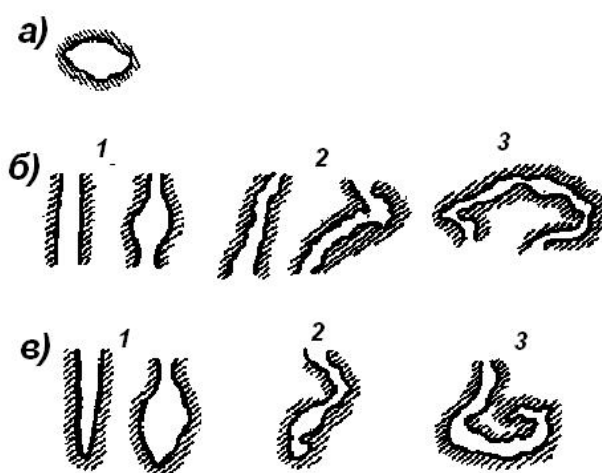


Рис. 3.1. Основные формы пор (по данным А.С. Беркмана и И.Г. Мельниковой): а – закрытые или замкнутые поры; б – открытые каналобразующие поры: в – тупиковые поры; 1 – прямые; 2 – червеобразные; 3 – петлеобразные

*Закрытые поры* имеют преимущественно округлую форму и являются изолированными. *Каналообразующие поры* открыты с обоих концов; они могут быть прямыми, извилистыми или черве- и петлеобразными. Такие поры создают поровые каналы в материале. *Тупиковые поры* открыты с одного конца; они также могут иметь различную конфигурацию: прямую, черве- и петлеобразную.

Структура пористых материалов характеризуется обычно сочетанием пор всех указанных видов. Поры, как правило, беспорядочно распределены в материале, они переплетаются и сообщаются между собой. Поэтому поровые каналы имеют чрезвычайно сложное строение с изменяющейся по длине площадью сечения.

Например, общая пористость клинкера составляет 20–30 %, высокопрочных бетонных изделий – 18–20 %, теплоизоляционных материалов – 45–90 % .

Для установления надежной и объективной взаимосвязи между пористо-капиллярной структурой и физико-техническими свойствами материала недостаточно знать только общий объем пор. Чрезвычайно значение имеет знание характера распределения пор по размерам и количества пор данной величины.

Для характеристики пористой структуры материалов в настоящее время применяют целый ряд прямых и косвенных методов: микроскопический, рентгенографический, метод ртутной порометрии, сорбционные методы и др.

### 3.1. Виды плотности, пористости и связь между ними

Пористость и обуславливаемая ею плотность являются важнейшими характеристиками силикатных материалов и изделий, от которых зависит большинство механических, тепловых и других физических свойств. По величине пористости и связанному с ней значению водопоглощения также судят о степени завершенности процесса спекания керамических тел.

Различают обычно три вида плотности: истинную, кажущуюся и относительную.

**Истинная плотность** является физической константой для индивидуального вещества и зависит от строения кристаллов, прежде всего от плотности упаковки в них атомов. Ее определяют как отношение покоящейся массы материала к его объему без пор. Обозначают ее через  $\gamma$  и выражают в  $\text{г/см}^3$ .

**Кажущаяся плотность** – это отношение массы, тела ко всему занятому им объему, включая поры; обозначают ее через  $\rho$  и выражают в  $\text{г/см}^3$ ,  $\text{кг/м}^3$ ,  $\text{т/м}^3$ , а также в  $\text{кг/л}$ ; последняя величина с точностью до пятого знака совпадает со значением, выраженным в  $\text{г/см}^3$  ( $1 \text{ л} = 1000,028 \text{ см}^3$ ).

**Относительную плотность** определяют как отношение кажущейся плотности к истинной; обозначают ее через  $K_{\text{тв}}$  и выражают в долях единицы либо в процентах. Она представляет собой объемную долю твердого вещества в материале.

**Насыпная плотность.** В ряде случаев для характеристики укладки сыпучих материалов, зерен отощителя, гранул наполнителя и т. п. применяют понятие насыпной плотности. Различают насыпную плотность в свободно насыпанном состоянии и с утряской. Ее определяют как отношение массы насыпанного материала к занимаемому им объему, включая поры между зёрнами, и выражают в тех же единицах, что и кажущуюся плотность.

В изделиях на основе силикатов, как уже отмечалось, в большинстве случаев имеются поры открытые, сообщающиеся между собой и с атмосферой, и закрытые, изолированные друг от друга и от внешней среды. В соответствии с этим различают три основных вида пористости – общую, открытую и закрытую.

**Общая или истинная пористость** – это отношение общего объема пор тела (открытых и закрытых) к его объему, включая объем всех его пор. Истинная пористость численно равна сумме открытой и закрытой пористости, обозначают ее через  $\Pi$  или  $\Pi_{\text{и}}$ , и выражают в процентах.

**Открытая или кажущаяся пористость** – это отношение объема всех открытых пор тела ко всему его объему, включая объем всех пор, обозначают ее через  $\Pi_{\text{о}}$ , и выражают в процентах.

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

В ряде случаев, в частности для характеристики пористых проницаемых материалов, *открытую пористость* дополнительно подразделяют на *сквозную* (эффективную, проницаемую) и *несквозную* (непроницаемую) пористость. Имеются и другие классификационные признаки открытой пористости – условная, капиллярная, канальная, неканальная и др., которые определяют лишь в специальных случаях.

В производственных условиях степень спекания изделий, их качество и соответствие требованиям стандарта часто характеризуют не плотностью и пористостью, а величиной водопоглощения.

**Водопоглощение** – это отношение массы воды, поглощенной пористым телом при его полном насыщении, к массе сухого образца, обозначают его через  $B$  и выражают в процентах.

Между всеми указанными параметрами силикатных материалов и изделий, как следует из их определения, существует взаимозависимость, которая может быть выражена нижеследующими формулами:

$$\begin{aligned} \gamma &= \frac{m}{V_{\text{м}}}; & \Pi_{\text{и}} &= \frac{V_{\text{п}}}{V}; & \Pi_{\text{з}} &= \Pi_{\text{и}} - \Pi_{\text{о}}; \\ \rho &= \frac{m}{V}; & \Pi_{\text{о}} &= \frac{V_{\text{о}}}{V}; & \Pi_{\text{и}} &= \frac{V - V_{\text{м}}}{V} \cdot 100; \\ K_{\text{тв}} &= \frac{\rho}{\gamma} \cdot 100; & \Pi_{\text{з}} &= \frac{V_{\text{з}}}{V} \cdot 100; & \Pi_{\text{о}} &= \rho \cdot B; \\ \Pi_{\text{и}} &= \left(1 - \frac{\rho}{\gamma}\right) \cdot 100; & \rho &= \gamma \cdot \left(1 - \frac{\Pi_{\text{и}}}{100}\right) & \text{или} & \Pi_{\text{и}} = (1 - K_{\text{тв}}) \cdot 100. \end{aligned}$$



В случае, когда закрытые поры практически отсутствуют, величины  $\rho$ ,  $\gamma$  и  $B$  связаны следующей приближительной зависимостью:

$$\rho = \gamma \cdot \left(1 - \frac{P_o}{100}\right); \quad B = 100\left(\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\gamma}\right),$$

где,  $\gamma$  и  $\rho$  – плотность соответственно истинная и кажущаяся в г/см<sup>3</sup>;

$K_{мс}$  – относительная плотность, % или доли единицы;

$P_u$ ,  $P_o$  и  $P_z$  – пористость соответственно истинная (общая), кажущаяся (открытая) и закрытая, %;

$B$  – водопоглощение, %;

$m$  – масса материала, г;

$V$  – объем материала, включая поры, см<sup>3</sup>;

$V_u$  – объем всех пор, см<sup>3</sup>;

$V_o$  и  $V_z$  – объем пор соответственно открытых и закрытых, см<sup>3</sup>;

$V_m$  – объем материала (твердого вещества без пор), см<sup>3</sup>.

Приведенные определения и зависимости в значительной мере пригодны также для оценки плотности полуфабриката и необожженных изделий.

Расчеты, применимые только для порошков, масс и полуфабриката, содержащих технологические связки, представлены ниже.

Силикатные полуфабрикаты и порошки состоят, как правило, из минеральной части, технологической связки и газообразной фазы – воздуха, заключенного между зернами, а также в порах внутри зерен.

Долю технологической связки оценивают ее массовым  $W$  или объемным  $L$  содержанием, выраженным в процентах. Значения  $W$  и  $L$  связаны между собой следующими уравнениями:

$$\left. \begin{aligned} L &= \frac{W \cdot \gamma_{тв}}{(100 - W) \cdot \gamma_{ж} + W \cdot \gamma_{ж}} \cdot 100 \\ W &= \frac{L \cdot \gamma_{ж}}{(100 - L) \cdot \gamma_{тв} + L \cdot \gamma_{ж}} \cdot 10 \end{aligned} \right\},$$

где  $\gamma$  и  $\gamma_{ж}$  – плотность соответственно твердой фазы (минеральной части) и жидкой связки в г/см<sup>3</sup>.

Общая насыпная плотность или кажущаяся плотность  $\rho_{общ}$  полуфабриката представляет собой отношение массы порошка, слагаемой из масс минеральной части и технологической связки, к габаритному объему полуфабриката. Более показательной является насыпная или кажущаяся плотность  $\rho$ , пересчитанная на минеральную часть (без массы связки):

$$\rho = \rho_{\text{общ}} \cdot \left(1 - \frac{W}{100}\right). \quad (3.3)$$

В соответствии с этим может быть выражена и *относительная плотность полуфабриката* или «коэффициент упаковки», т. е. доля объема в системе, занятая минеральным веществом («твердой фазой»).

Относительную плотность определяют по выражению:

$$K_{\text{ТВ}} = \frac{\rho}{\gamma_{\text{ТВ}}} = \frac{\rho_{\text{об}} \cdot (100 - W)}{\gamma_{\text{ТВ}} \cdot 100}, \quad K_{\text{ТВ}} = \frac{\rho_{\text{об}} \cdot (100 - W)}{\gamma_{\text{ТВ}}}, \quad \%. \quad (3.4)$$

Пористость порошка или полуфабриката связана с относительной плотностью такой же зависимостью, как и для обожженных образцов. Применительно к полуфабрикатам и порам относится весь объем, не занятый минеральной частью, т. е. объем, заполненный технологической связкой и воздухом.

Можно выразить отдельно объем жидкой связки  $K_{\text{ж}}$  и объем пор, заполненных газовой фазой  $K_{\text{г}}$ :

$$K_{\text{ж}} = K_{\text{ТВ}} \cdot \frac{L}{100 - L}. \quad (3.5)$$

После преобразований и подставки значения  $L$  из выражения (3.1) и  $K_{\text{ТВ}}$ , из формулы (3.4) получим:

$$K_{\text{ж}} = \frac{\rho_{\text{общ}} \cdot W}{100 \cdot \gamma_{\text{ж}}}, \quad (3.6)$$

для случая воды ( $\gamma_{\text{ж}} = 1$ )

$$K_{\text{ж.в}} = \frac{\rho_{\text{общ}} \cdot W}{100}. \quad (3.7)$$

Поскольку

$$K_{\text{ТВ}} + K_{\text{ж}} + K_{\text{г}} = 1 \text{ то } K_{\text{г}} = 1 - K_{\text{ТВ}} - K_{\text{ж}}.$$

Подставив значения  $K_{\text{ТВ}}$  из выражения (3.4) и  $K_{\text{ж}}$  из отношения (3.7), получим формулу для определения объема, заполненного воздухом:

$$K_{\text{г}} = 1 - \frac{\rho_{\text{общ}} \cdot [(100 - W) \cdot \gamma_{\text{ж}} + W \cdot \gamma_{\text{ТВ}}]}{100 \cdot \gamma_{\text{ж}} \cdot \gamma_{\text{ТВ}}}. \quad (3.8)$$

Таким образом, относительные объемы, занятые каждой из фаз, могут быть выражены через непосредственно определяемые экспериментальные величины – общую плотность системы, массовое содержание технологической связки, истинную плотность твердой фазы, плотность связующей жидкости.

### 3.2. Определение истинной плотности материалов

*Истинную плотность* силикатных материалов определяют следующими основными методами:

- с использованием пикнометра;
- гидростатическим взвешиванием.

Разновидностью *пикнометрического метода* является способ определения плотности материала с помощью мерной колбы. Этот способ применяют для быстрого измерения плотности, когда не требуется большая точность.

**А. Пикнометрический метод.** Сущность этого метода заключается в измерении объема жидкости, вытесненной пробой испытуемого материала из сосуда с известной емкостью.

Для определения плотности используют следующие приборы: пикнометры объемом 25 мл; аналитические весы с точностью взвешивания до 0,0002 г; сита с ячейками размером 0,5; 0,2 и 0,063 мм, вакуумную установку, обеспечивающую остаточное давление менее 4 мм рт. ст. при отсутствии в системе сосуда с жидкостью; термостаты с точностью соблюдения температуры соответственно  $\pm 0,2$  и  $\pm 1$  °; сушильный шкаф; эксикатор; постоянный магнит.

В качестве жидкой среды используют дистиллированную воду, а также обезвоженные ксилол или толуол. Выбор среды зависит от испытуемого материала, который должен хорошо смачиваться жидкостью и не вступать с ней в химическое взаимодействие. В соответствии с этим воду можно использовать применительно к динасу, фарфорофаянсовым материалам, шамотным, высокоглиноземистым, корундовым и т. п. Материалы (магнезит, доломит, цемент и др.), способные к гидратации, определяют в среде ксилола или толуола.

*Подготовка пробы и оборудования.* От испытуемого материала отбирают среднюю пробу массой 100–200 г, ее измельчают до полного прохождения через сито с ячейками размером 0,5 мм. Тщательно перемешанную пробу методом квартования или посредством делительного аппарата сокращают до 25–50 г и измельчают до полного прохождения через сито с ячейками размером 0,2 или 0,063 мм (последнее сито применяют при наличии в материале мелких закрытых пор).

При отсутствии в материале магнитных частиц пробу измельчают в стальной ступке с последующей очисткой от железа магнитом; при наличии магнитных частиц пробу измельчают в корундовой или агатовой ступке для предотвращения дополнительного внесения железа. В случае анализа цемента операция измельчения исключается.

Подготовленную пробу высушивают до постоянного веса и хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Используемые пикнометры тщательно очищают и высушивают. Целесообразно предварительно определить константы пикнометра – его массу с жидкостью (ксилолом, толуолом) и дистиллированной водой. Для удаления пузырьков воздуха пикнометры с органическими жидкостями вакуумируют при разрежении 720–750 мм вод. ст., а с водой кипятят и затем охлаждают.

Проведение испытаний. Плотность определяют параллельно на двух навесках. Из высушенной пробы отбирают 5–8 г материала и через воронку засыпают его в предварительно взвешенный, тщательно высушенный пикнометр. Остатки материала, прилипшие к воронке и горлышку пикнометра, тщательно смывают, с тем чтобы вся проба была полностью погружена в жидкость.

Пикнометр с пробой, наполовину заполненный жидкостью, вакуумируют не менее 30 мин. Таким же образом для удаления воздуха обрабатывают и жидкость, необходимую для дополнительного заполнения пикнометра.

После вакуумирования пикнометр доливают жидкостью с небольшим избытком и помещают в термостат, где выдерживают 30 мин при температуре  $20 \pm 1$  °С (для воды) и  $20 \pm 0,2$  °С (для толуола и ксилола).

По истечении указанного времени уровень жидкости над пробой в пикнометре доводят точно до метки, удаляя жгутиком из фильтровальной бумаги избыток жидкости. Далее пикнометр закрывают пробкой, вынимают из термостата, обтирают сухим не ворсистым полотенцем и взвешивают на аналитических весах. Все взвешивания производят с точностью до 0,0002 г.

Величину истинной плотности подсчитывают с точностью до  $0,001 \text{ г/см}^3$  по формуле

$$\gamma = \frac{m \cdot \gamma_{\text{ж}}}{m - (m_1 - m_2)}, \quad (3.9)$$

где  $m$  – масса навески используемого материала, г,

$m_1$  и  $m_2$  – масса пикнометра соответственно с пробой и жидкостью и с жидкостью, г;

$\gamma_{\text{ж}}$  – плотность использованной жидкости при 20 °С,  $\text{г/см}^3$  (для воды  $\gamma_{\text{ж}} = 0,998 \text{ г/см}^3$ ).

В этой формуле  $\frac{\gamma_{\text{ж}}}{m - (m_1 - m_2)}$  численно равно  $\frac{1}{V}$ ,

где  $V$  – объем используемой навески,  $\text{см}^3$ .

При использовании ксилола или толуола их плотность определяют по выражению

$$\gamma_{\text{ж}} = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 0,998}{m_4 - m_3}, \quad (3.10)$$

где  $m_3$  и  $m_4$  – масса пикнометров соответственно сухого и с водой, г.

Плотность материала определяют как среднюю арифметическую двух параллельных испытаний, различие между которыми не должно превышать  $0,005 \text{ г/см}^3$ . Результаты испытаний заносят в таблицу по прилагаемой форме (табл. 3.1).

Таблица 3.1

*Результаты определения истинной плотности материалов пикнометрическим методом*

№ пикнометра	Масса пробы $m$ , г	Масса пикнометра				Плотность жидкости, $\gamma_{\text{ж}}$ , г/см <sup>3</sup>	Объем пробы $V$ , см	Истинная плотность, $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	Средняя величина истинной плотности, $\gamma_{\text{ср}}$ , г/см <sup>3</sup>	Примечание
		$m$	с водой, $m_3$	с жидкостью, применяемой для определения, $m_4$	с пробой и жидкостью, $m_1$					
									Указывают величину отверстий использованного сита	

\* при использовании в качестве среды воды  $m_2$  и  $\gamma_{\text{ж}}$  не определяют.

**Б. Метод гидростатического взвешивания** основан на измерении объема, вытесненного навеской с известной массой.

Для определения плотности используют следующие приборы: пикнометры емкостью 25 мл, аналитические весы с приспособлением для гидростатического взвешивания, состоящего из груза с крючком и подвески с вилкой, стакан со сливной трубкой, обычный стакан, сушильный шкаф, эксикатор, вакуумную установку, совок, ступку, сито, магнит, кисточку.

Рабочую жидкость выбирают в соответствии с правилами, изложенными для циклометрического метода.

**Подготовка пробы и оборудования.** Подготовку испытуемой пробы – отбор, измельчение, просев, отмагничивание, сушку, хранение осуществляют аналогично пикнометрическому методу. Пикнометры очищают и высушивают, горлышки тщательно выбирают трубочкой из фильтровальной бумаги.

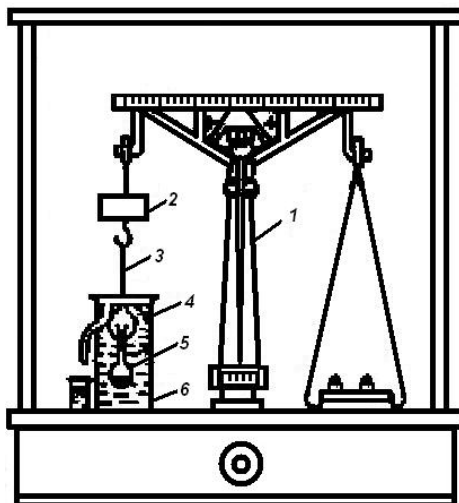


Рис. 3.2. Гидростатические весы для определения истинной плотности:  
1 – весы; 2 – гирька с крючком; 3 – подвеска; 4 – вилка; 5 – пикнометр;  
6 – стакан со сливной трубкой

### **Проведение испытаний**

Из высушенной пробы отбирают навеску величиной около 5 г, взвешивают ее на аналитических весах с точностью до 0,001 г и через воронку осторожно засыпают в пикнометр, предварительно наполненный на 1/4 объема жидкостью. Остаток пыли от пробы с совочка и воронки сметают в пикнометр кисточкой. Налипшие частички пробы с воронки и горлышка смывают, добавляя в пикнометр дополнительное количество жидкости.

Для удаления воздуха пикнометр вакуумируют либо обрабатывают кипячением.

При использовании метода кипячения пикнометры с жидкостью и навеской устанавливают на штатив либо подвешивают на проволочках и помещают в сосуд с насыщенным раствором поваренной соли таким образом, чтобы раствор соли покрывал пикнометр и его горлышко примерно на 1/4 высоты, а дно пикнометров находилось в 2-3 см от дна соляной ванны.

Ванну с пикнометрами нагревают до кипячения и выдерживают при слабом кипячении в течение 30 мин. Затем пикнометры извлекают, охлаждают водой до комнатной температуры, одновременно смывая с поверхности раствор соли, доливают точно до черты дистиллированной водой, из которой предварительно кипячением удален воздух, и взвешивают на аналитических весах.

Далее производят гидростатическое взвешивание, для этого весы оборудуют специальным приспособлением (рис. 3.2). При этом стакан наполняют водой из того сосуда, в которой охлаждали пикнометры, чтобы температура воды и пикнометров была одинаковой. Пикнометр и вилка должны быть погружены в жидкость полностью, а подвеска – только своим нижним концом. Для того чтобы под дно пикнометра и между ним и вилкой не попали пузырьки воздуха, пикнометр погружают в жидкость в наклонном положении, вращая его вокруг вертикальной оси.

Далее гидростатическим взвешиванием определяют массу пикнометра с навеской, подвеской и вилкой. Затем пикнометр освобождают от навески, тщательно промывают, наполняют дистиллированной водой из того же сосуда, в котором проводили уравнивание температур, и взвешивают гидростатически на аналитических весах для определения его массы без подвески.

Величину истинной плотности подсчитывают по формуле:

$$\gamma = \frac{m \cdot \gamma_{\text{ж}}}{m - (m_1 - m_2)}, \quad (3.11)$$

где  $m$  – масса навески испытуемого материала, г;

$m_1$  и  $m_2$  – масса пикнометра, взвешенного гидростатически, соответственно с навеской и с водой, г;

$\gamma_{\text{ж}}$  – плотность воды (или другой жидкости) при температуре определения в г/см<sup>3</sup> (при 18–23 °С для воды 0,998 г/см<sup>3</sup>).

За плотность материала принимают среднюю арифметическую двух параллельных определений. Результаты испытаний заносят в таблицу по прилагаемой форме (табл. 3.2).

Таблица 3.2

*Результаты определения истинной плотности материалов методом гидростатического взвешивания*

№ пикнометра	Масса навески $m$ , г	Плотность жидкости, г/см <sup>3</sup>	Масса пикнометра, взвешенного гидростатически, г		Истинная плотность материала $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	Средняя величина истинной плотности $\gamma_{\text{ср}}$ , г/см <sup>3</sup>	Примечание
			с навеской, $m_1$	с жидкостью, $m_2$			
							Указывают величину отверстий использованного сита и температуру жидкости при испытании

### 3.3. Определение кажущейся плотности, открытой, общей (истинной), закрытой пористости и водопоглощения

При известной массе тела определение *кажущейся плотности* сводится к измерению его объема, включая объем всех его пор. Для определения объема существуют различные методы и приборы (волюмометры), принцип работы которых основан на вытеснении испытуемым образцом несмачивающей жидкости либо на гидростатическом взвешивании образца, предварительно насыщенного жидкостью, не взаимодействующей с испытуемым материалом и обладающей хорошей смачивающей способностью.

В России наибольшее распространение получили *методы насыщения и гидростатического взвешивания*, позволяющие одновременно определять кажущуюся плотность, открытую пористость и водопоглощение (ГОСТ 2409-80 на огнеупорные материалы).

В качестве пропитывающей жидкости для обожженных материалов и изделий, не подвергающихся гидратации, обычно используют воду. Необоженные образцы и материалы, взаимодействующие с водой, чаще пропитывают керосином.

**Приборы для определения:** технические весы с наибольшей нагрузкой 0,5–1 кг и приспособлением для гидростатического взвешивания; вакуумную установку для насыщения образцов жидкостью; электрическую плитку, сушильный шкаф, сосуд для кипячения образцов с решетчатой подставкой, эксикатор. Для насыщения необходима водопроводная питьевая вода либо керосин.

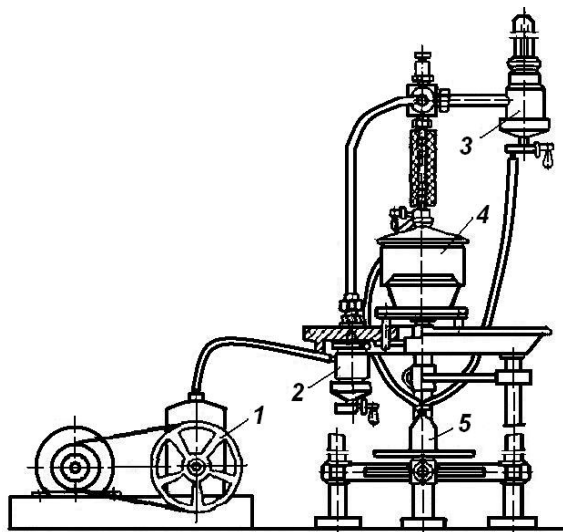
**Подготовка образцов.** В соответствии с ГОСТ 2409-80 используют образцы объемом 50–200 см<sup>3</sup>, вырезанные или отколотые от изделий с частичным сохранением наружной корочки. В лабораторной практике допустимо использование специально изготовленных, обычно цилиндрических образцов или отколотых кусков меньшего размера.

Образцы или куски материала обдувают сжатым воздухом либо очищают жесткой волосяной щеткой от пыли, высушивают в шкафу до постоянного веса и хранят в эксикаторе. Кусковые образцы не должны содержать трещин и острых углов.

**Проведение испытаний.** Подготовленные образцы в количестве не менее трех взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г. Для насыщения пор образцов жидкостью применяют кипячение либо метод вакуумирования. Оба метода дают примерно одинаковые результаты, однако вакуумирование требует меньше времени и поэтому предпочтительно. Для насыщения кипячением сухие взвешенные образцы помещают на подставке с отверстиями в сосуд, который постепенно заливают водопроводной водой с таким расчетом, чтобы уровень воды на 2–3 см перекрывал поверхность образцов. Образцы кипятят в течение 2–3 ч. Испарившуюся



часть воды необходимо возмещать, так как кипячение образцов, не полностью погруженных в воду, приводит к существенным ошибкам. После кипячения образцы охлаждают в воде до комнатной температуры. Для насыщения вакуумированием сухие взвешенные образцы помещают в вакуумную ячейку (рис. 3.3), присоединенную к вакуум-насосу.



*Рис. 3.3. Устройство для насыщения пор образцов жидкостью:  
1 – масляный вакуум-насос; 2 – сосуд-ловушка; 3 – вакуумметр; 4 – вакуумная ячейка для образцов; 5 – сосуд для воды или керосина*

После откачки (остаточное давление 15–20 мм рт. ст.) воздуха ячейку соединяют с сосудом, содержащим воду или керосин. Под действием разрежения жидкость поступает в сосуд, насыщая поры образцов. Когда образцы покроются слоем жидкости, ее прекращают подавать, отключают вакуум-насос и ячейку соединяют с атмосферой. Образцы, насыщенные жидкостью, на воздухе и в погруженном состоянии взвешивают на гидростатических весах (рис. 3.4).

При взвешивании в погруженном состоянии образец помещают на легкую сетчатую подставку или подвешивают проволоочной петлей. Перед взвешиванием образца уравнивают чашки с подвесным устройством. Для взвешивания на воздухе образца, насыщенного жидкостью, предварительно влажным отжатым полотенцем удаляют с его поверхности избыток жидкости. После каждых 10–15 таких операций ткань повторно отжимают. Взвешенные образцы снова помещают в жидкость и хранят в ней до завершения всех расчетов.

При использовании для насыщения образцов керосина необходимо предварительно определить его плотность с точностью до  $0,001 \text{ г/см}^3$ . При определении пористости и плотности малых спекшихся образцов для повышения точности результатов образцы рекомендуют взвешивать на аналитических весах.

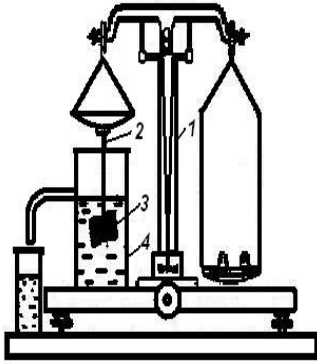


Рис. 3.4. Гидростатические весы для определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости образцов:  
1 – весы; 2 – подвеска; 3 – испытуемый образец;  
4 – стакан со сливной трубкой

Величину водопоглощения и открытой пористости подсчитывают с точностью до 0,1 %, величину кажущейся плотности – с точностью до 0,001 г/см<sup>3</sup>. Водопоглощение  $B$ , открытую пористость  $\Pi_0$  и кажущуюся плотность  $\rho$  подсчитывают по следующим формулам:

$$B = \frac{m_1 - m}{m} \cdot 100; \quad \Pi_0 = \frac{m_1 - m}{m_1 - m_2} \cdot 100; \quad \rho = \frac{m \cdot \gamma_{\text{ж}}}{m_1 - m_2}.$$

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

Таблица 3.3

Результаты определения кажущейся плотности, пористости и водопоглощения гидростатическим взвешиванием

материал	№ образца	Масса образца, г			Плотность жидкости, г/см <sup>3</sup>	Водопоглощение, В, %	Кажущаяся плотность, $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Пористость			Примечание
		сухого, $m$	насыщенного на воздухе, $m_1$	насыщенного и погруженного в жидкость, $m_2$				открытая, $\Pi_0$	истинная, $\Pi_{\text{и}}$	закрытая $\Pi_3$	
											Указывают: способ насыщения, жидкость, истинную плотность у

Истинную пористость и относительную плотность определяют, если известна величина истинной плотности испытуемого материала. Закрытую пористость определяют как разность между истинной и открытой пористостью.

Результаты всех испытаний заносят в таблицу по прилагаемой форме (табл. 3.3).

## 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

### 4.1. Напряженное состояние и прочность материалов

При определении механических свойств строительных материалов используют законы сопротивления материалов – науки о прочности и деформативности элементов.

**Напряжение.** Внешние силы, действующие на материальное тело, стремятся деформировать его. В ответ на их действие в материале возникают внутренние силы, препятствующие деформации материала, в результате чего вся система остается в равновесии. Мерой этих внутренних сил служит напряжение.

Обычно напряжение  $P$  в точке  $M$  (рис. 4.1) представляют в виде двух составляющих: нормального  $\sigma$  (перпендикулярного плоскости сечениям) и касательного  $\tau$  напряжений, являющихся основными характеристиками напряженного состояния тела. В зависимости от соотношения и направления этих напряжений различают несколько видов напряженного состояния: сжатие, растяжение, изгиб, сдвиг и кручение.

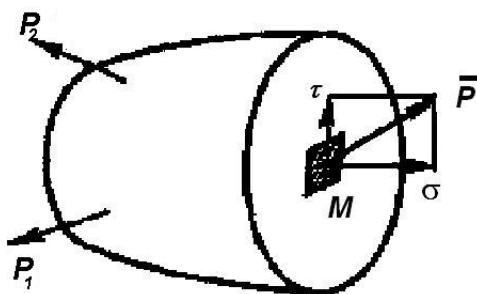


Рис. 4.1. Определение нормальных  $\sigma$  и касательных  $\tau$  напряжений в точке  $M$

**Деформация** – изменение относительного расположения частиц тела, вызванное их перемещениями под действием внешних сил. Деформация является результатом изменения межатомных расстояний (*упругие деформации*) и перегруппировки блоков атомов и молекул (*пластические деформации*). Упругие деформации после снятия нагрузки исчезают, т. е. тело принимает свои исходные размеры и форму. Пластические деформации сохраняются после снятия нагрузки – это необратимые деформации. Реальные тела в той или иной степени проявляют и упругие, и пластические деформации.

Основные виды деформаций тела в целом: растяжение, сжатие, изгиб, сдвиг, кручение и др. Все многообразие деформаций представляет собой сочетание простейших деформаций: растяжения (или сжатия) и сдвига.

За величину деформации принимают относительное удлинение (или укорочение) некоторого элемента тела:  $\varepsilon = \frac{(l_1 - l)}{l}$ , где  $l$  – первоначальная длина элемента, мм;  $l_1$  – длина элемента после деформации, мм.

Между напряжением и деформацией упругих материалов существует прямая пропорциональная зависимость  $\sigma = E \cdot \varepsilon$ , известная под названием «Закон Гука». Коэффициент пропорциональности  $E$ , характеризующий способность материала сопротивляться деформациям, называют *модулем упругости* (или модулем Юнга). Для различных материалов модуль упругости различен. Чем ниже модуль упругости, тем легче деформируется материал (например, модуль упругости стали –  $2 \cdot 10^5$ , бетона  $3-10^4$ , а резины около 10 МПа).

Основной конструктивный элемент, рассматриваемый в сопротивлении материалов – брус-тело, имеющее длину значительно большую, чем высота и ширина. В зависимости от направления сил, действующих на брус, его называют стержнем или балкой.

**Сжатие и растяжение.** Если действующие силы направлены вдоль оси стержня (осевое сжатие или растяжение), то в нем возникают нормальные напряжения, одинаковые по всему поперечному сечению стержня. Значение напряжений  $\sigma$  (Н/м<sup>2</sup>) в этом случае рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{P}{F}, \quad (4.1)$$

где  $P$  – сила, приложенная к стержню, Н;

$F$  – площадь поперечного сечения стержня, м<sup>2</sup>.

Относительная деформация  $\varepsilon$  стержня при данном значении напряжения будет равна

$$\varepsilon = \sigma / E, \quad (4.2)$$

где  $E$  – модуль упругости материала стержня.

При испытаниях строительных материалов на сжатие вместо стержня обычно применяют образцы-кубы. Расчетные формулы для куба такие же, как и для стержня.

**Изгиб.** При изгибе ось балки (рис. 4.2, а), которая была до воздействия прямолинейной, под действием этой нагрузки искривляется.

Причина искривления балки – изгибающий момент, действующий на нее. Чтобы определить изгибающий момент, действующий на балку в любой ее точке, нужно мысленно рассечь балку в этой точке, отбросить одну ее половину и сосчитать сумму моментов всех внешних сил относительно этой точки (включая и реакцию опор). Сумма моментов даст значение момента внутренних сил в балке в рассматриваемой точке.

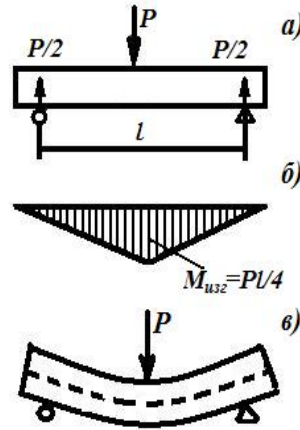


Рис. 4.2. Схемы нагружения (а) и деформации балки (в) и эпюра изгибающих моментов (б)

На рис. 4.2, б показана эпюра (график изменения) изгибающего момента по длине балки для случая с одной сосредоточенной силой в центре. Максимальный изгибающий момент  $M_{\text{изг}}$  (Н·м) в центре балки будет равен

$$M_{\text{изг}} = \frac{P \cdot l}{4}, \quad (4.3)$$

где  $P$  – сила, приложенная к балке, Н;

$l$  – расстояние между опорами, м.

Для других случаев нагружения и опирания балки изгибающий момент рассчитывают по другим формулам. Изгибающий момент вызывает прогиб балки, причем при рассматриваемой схеме нагружения балка со стороны нагрузки будет вогнутой, а с противоположной стороны – выпуклой (рис. 4.2, в). При таком распределении, деформации напряжения, связанные с деформациями законом Гука, также неодинаковы по высоте поперечного сечения балки. Поэтому при определении напряжений в материале необходимо учитывать не только площадь его сечения, как при сжатии и растяжении, но и его распределение по высоте сечения. Примером может служить различное сопротивление нагрузке доски, поставленной на ребро и лежащей.

Характеристику поперечного сечения, учитывающую распределение материала по высоте сечения, называют моментом сопротивления сечения  $W$ . Наиболее выгодными при изгибе оказываются балки с поперечным сечением, при котором основная масса материала расположена по краям элемента (например, двутавровое сечение). Для прямоугольного сечения момент сопротивления будет равен

$$W = bh^2 / 6, \quad (4.4)$$

где  $b$  – ширина балки, м;

$h$  – высота балки, м.

Максимальные напряжения, возникающие в крайних (верхнем и нижнем) волокнах для рассматриваемого случая нагружения балки, будут равны

$$\sigma = \frac{M_{\text{изг}}}{W} = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2}. \quad (4.5)$$

Сдвиг (срез) можно наблюдать, когда, например, материал режут ножницами. В этом случае к двум смежным сечениям приложены противоположные по направлению силы. В области действия этих сил возникает напряженное состояние сдвига, характеризуемое касательными напряжениями  $\tau$ , которые вычисляют по формуле

$$\tau = P/F, \quad (4.6)$$

где  $F$  – сечение бруса вдоль линии действия силы, м.

**Предел прочности материала.** При определении прочности материалов образец материала доводят до разрушения. На рис. 4.3 представлены диаграммы испытания на растяжение хрупкого и пластичного материалов до стадии их разрушения. Задача таких испытаний – определение напряжения, ниже которого материал существует неограниченно долго, а выше которого – разрушается мгновенно. Это предельное напряжение называется пределом прочности материала и обозначается  $R$ . Предел прочности рассчитывают по тем же формулам, что и напряжения, но вместо действующей силы берут силу разрушающую  $R_{\text{разр}}$ .

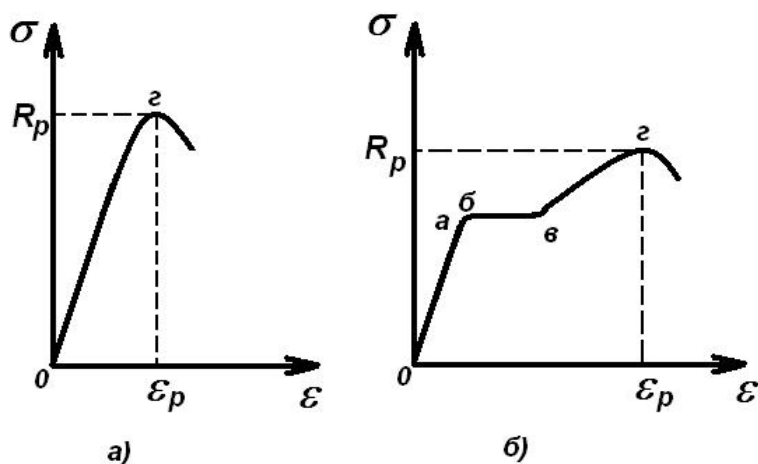


Рис. 4.3. Диаграмма деформация-напряжение при испытании на растяжение хрупких (а) и упруго-пластичных (б) материалов ( $\sigma$  – напряжение,  $\varepsilon$  – относительная деформация)

Предел прочности – основная характеристика механических свойств материала; чаще всего определяют предел прочности при сжатии  $R_{\text{сж}}$  и при изгибе  $R_{\text{изг}}$ .

## 4.2. Прессы для испытания материалов

**Прессы** – машины статического действия, которые создают равномерное, возрастающее с требуемой скоростью усилие, достигающее больших значений (до 100 МПа). С помощью прессов определяют прочность материалов.

*Основная характеристика прессы* – создаваемое им максимальное усилие. По виду привода прессы бывают гидравлические, механические (винтовые, фрикционные) и гидромеханические. При испытании материалов чаще всего применяют гидравлические и винтовые прессы с максимальным усилием от 25 до 5000 кН.

**Устройство прессов.** Станина 1 прессов (рис. 4.4) вместе с траверсой 3 и двумя стойками служит основанием для всего механизма и опорой для неподвижной плиты 4. Нагружающий механизм, который создает на подвижной плите 5 прессы требуемое усилие, состоит из электродвигателя 9, преобразующего устройства (масляного насоса 8 у гидравлического прессы или редуктора 11 с фрикционной муфтой у винтового прессы) и опорных плит 4 и 5.

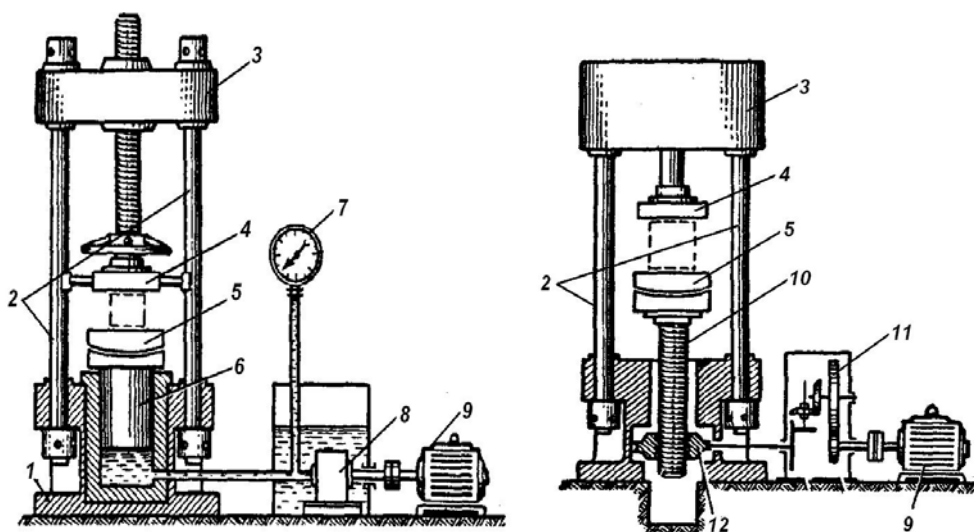


Рис. 4.4. Схема гидравлического прессы для испытаний строительных материалов на прочность при сжатии:

1 – станина, 2 – стойки, 3 – траверса, 4, 5 – плиты, 6 – поршень,  
7 – силоизмерительное устройство, 8 – масляный насос, 9 – электродвигатель,  
10 – грузовой винт, 11 – редуктор, 12 – червячная передача

В прессах с гидравлическим приводом (рис. 4.4, а) для передачи усилия на подвижную опорную плиту 5 используется рабочая жидкость, обычно минеральное масло. Масло из бака насосом 8 высокого давления подается в гидроцилиндр, вмонтированный в станину прессы. Масло в гидроцилиндре передает давление на поршень 6, на котором помеща-

ется нижняя подвижная плита 5 пресса. Поршень имеет относительно большую площадь  $F$ , поэтому по закону Паскаля давление масла  $p_m$  создает на поршень большое усилие:  $P = p_m \cdot F$ .

В прессах с винтовым приводом (рис. 4.4, б) усилие на подвижную плиту 5 передается с помощью грузового винта 10, который приводится во вращение электродвигателем 9 через редуктор 11 с фрикционной муфтой и червячную передачу 12. Благодаря редуктору и червячной передаче частота вращения винта (и соответственно скорость его поступательного движения вверх) во много раз меньше частоты вращения электродвигателя, но при этом во столько же раз больше становится усилие, развиваемое винтом, по сравнению с усилием, развиваемым электродвигателем.

Фрикционная муфта обеспечивает мягкую связь грузового винта с электродвигателем, предохраняя последний от перегрузок. Часто параллельно с электродвигателем применяют приспособление для ручного нагружения, позволяющее производить нагрузку с любой малой скоростью и фиксировать усилие с большой точностью.

Силоизмерительное устройство 7 прессов предназначено для измерения действующего на образец усилия. В зависимости от конструкции силоизмерители могут быть рычажно-маятниковые, пружинные (торсионные) и гидростатические.

В рычажно-маятниковом силоизмерителе (рис. 4.5, а) давление масла на плечо рычага 6 уравнивается отклоняющимся от положения равновесия маятником 5. Маятник соединен с указательной стрелкой 3, показывающей измеряемое усилие на шкале 4. В конструкциях таких силоизмерителей различных прессов применяют систему из нескольких рычагов, в результате чего сила, которую должен уравновесить маятник, уменьшается в десятки и даже в сотни раз.

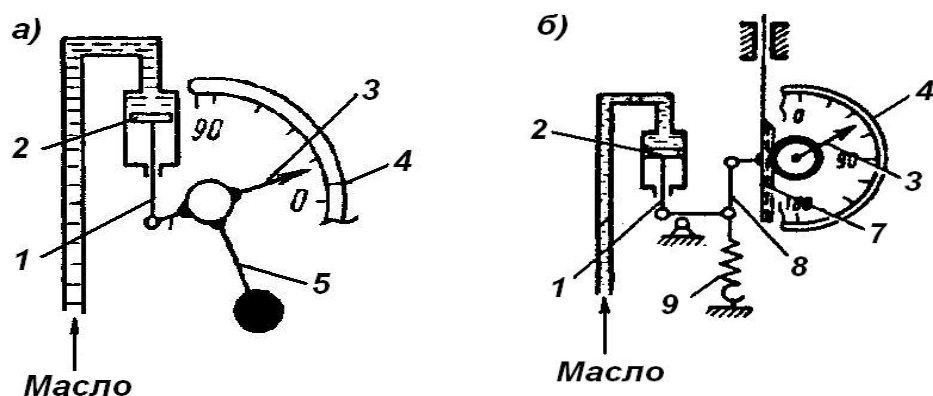


Рис. 4.5. Рычажно-маятниковый (а) и пружинный (б) силоизмерители: 1 – шток, 2 – поршень, 3 – стрелка, 4 – шкала, 5 – маятник, 6 – рычаг, воспринимающий нагрузку, 7 – зубчатая рейка, 8 – тяга, 9 – пружина



В пружинном и торсионном силоизмерителях давление масла на их поршень уравнивается каким-либо упругим элементом (пружиной или торсионом). В пружинном силоизмерителе (рис. 4.5, б) под давлением масла поршень 2 гидроцилиндра давит на шток 1 и смещает рычаг, на другом плече которого установлена пружина 9. При повороте рычага пружина растягивается и уравнивает приложенное к нему усилие, при этом растяжение пружины пропорционально этому усилию. Вместе с верхним концом пружины перемещается тяга 8, соединенная с зубчатой рейкой 7. Рейка поворачивает шестеренку и установленную с ней на одной оси указательную стрелку 3. Недостаток пружинных силоизмерителей – изменение со временем упругой характеристики пружины и в результате – изменение точности измерения-усилия.

В качестве гидростатических силоизмерителей в прессах применяют пружинные манометры (рис. 4.6), которые с помощью патрубка с резьбой присоединяются к гидросистеме пресса. Основная деталь пружинного манометра – согнутая по окружности полая трубка-пружина 1 овального сечения. Один конец трубки припаян к патрубку, присоединяемому к гидросистеме, другой – запаян наглухо и шарнирно соединен с тягой 6. Свободный конец тяги посредством шарнира 7 соединен с рычагом 5, на противоположном конце которого имеется зубчатая рейка. Рейка находится в зацеплении с шестерней 4, на оси которой насажена указательная стрелка 3.

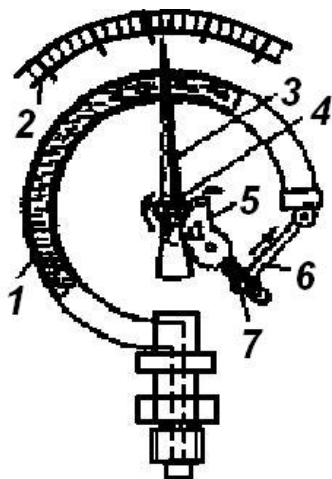


Рис. 4.6. Пружинный манометр: 1 – трубка-пружина, 2 – шкала, 3 – стрелка, 4 – шестерня, 5 – рычаг, 6 – тяга, 7 – шарнир

Давление масла, подаваемого в трубку, заставляет ее распрямляться. Чем больше давление, тем сильнее распрямляется трубка и вызывает большее перемещение рычага с зубчатой рейкой. Последняя через шестерню поворачивает указательную стрелку. Величина перемещения стрелки регистрируется на шкале.

Манометры, применяемые на прессах, периодически поверяют образцовыми манометрами. Принципиального отличия образцовых манометров от описанного технического манометра нет; образцовые манометры благодаря более тщательному изготовлению и градуировке обладают лишь большей точностью измерений.

Погрешность силоизмерителей прессов не более  $\pm 2\%$ .

Опорные поверхности пресса представляют собой толстые металлические плиты (рис. 4.4), прикрепленные: нижняя 5 – к поршню пресса, верхняя 4 – к траверсе. Для удобства установки образцов различных размеров в центральном гнезде траверсы смонтирована винтовая пара, к которой крепится верхняя опорная плита. Вращая штурвал винта, можно вручную поднимать и опускать верхнюю плиту пресса. Прессы большой мощности имеют специальный привод для перемещения траверсы. Нижняя плита во многих прессах выполнена из двух частей, соединенных одна с другой сферической поверхностью. При этом верхняя часть, собственно плита, может свободно поворачиваться относительно нижней и тем самым устанавливается параллельно поверхности нижней грани образца, обеспечивая плотное примыкание поверхности плиты к образцу. В некоторых прессах подобное устройство сделано на верхней опорной плите.

Для испытания силикатных материалов промышленность выпускает семь марок прессов (ГОСТ 8905-73): П-2,5; П-5; П-10; П-50; П-125; П-250; и П-500 с верхним пределом нагружения соответственно от 25 до 5000 кН. Силоизмерители прессов имеют две шкалы, одна из которых рассчитана на максимальное усилие, развиваемое прессом, другая – на усилие около 50 % от максимального. Чаще всего в лабораторной практике применяют прессы П-2,5 и П-50.

*Пресс П-2,5 с гидравлическим приводом* и торсионным силоизмерителем (рис. 4.7) имеет станину консольного типа. В нижней консоли установлен гидроцилиндр с поршнем, на котором находится нижняя опорная плита 1 для испытания на сжатие и может быть установлено прилагаемое к прессу устройство для испытания на изгиб. В верхней консоли установлена винтовая пара 3 для крепления и перемещения верхней опорной плиты 2 пресса. Скорость подачи масла в гидроцилиндр можно менять вращением маховика 5 регулировочного вентиля. Сброс масла из рабочего цилиндра для снятия давления осуществляется маховиком 6.

Пресс снабжен устройством, обеспечивающим постоянную скорость нагружения, если регулировочный вентиль находится в одном положении. Силоизмеритель снабжен двумя измерительными цилиндрами, связанными с указательной стрелкой шкалы 4, что позволяет с помощью переключателя 7 устанавливать два предела измерения: от 2,5 до 10 и от 5 до 25 кН.

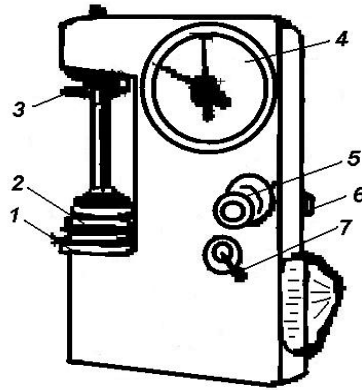


Рис. 4.7. Гидравлический пресс П-2,5: 1, 2 – плиты, 3 – винтовая, 4 – шкала, 5, 6 – маховики, 7 – переключатель

Регистрирующая шкала 4 имеет указательную и фиксирующую стрелки. При разрушении образца указательная стрелка начинает падать, а фиксирующая остается на значении достигнутой предельной нагрузки. Пресс может быть установлен на бетонном или кирпичном фундаменте или массивной металлической подставке высотой до 1 м над уровнем пола.

Пресс П-50 гидравлический с торсионным силоизмерителем состоит из двух агрегатов: собственно пресса (рис. 4.8, а) и насосной установки с силоизмерительным устройством и пультом управления (рис. 4.8, б). Основанием пресса служит станина 2, в которой сделаны вырезы 1 для установки и регулирования положения колонн 3. Вверху колонны соединены траверсой 7. В центральном гнезде траверсы смонтирована винтовая пара. На ходовом винте 6 с помощью шарового шарнира 5 с установочными болтами подвешена верхняя плита 4. Болты позволяют точно зафиксировать положение образца и равномерно передавать на него нагрузку. Для этого после обжатия образца небольшим усилием и самоустановки плиты винты отворачивают до соприкосновения с опорной плитой и в этом положении проводят испытание до разрушения образца.

Насосная установка 15, приводимая в действие электродвигателем 10, соединена с рабочим цилиндром медной трубкой 8 подачи масла и трубкой 9 сброса его обратно в бак, расположенный также в корпусе насосной установки. Торсионный силоизмеритель, размещенный в верхней части корпуса 11, связан с гидравлической системой посредством попеременно включаемых гидроцилиндров с измерительными поршнями. Различная площадь поршней позволяет на одной шкале 12 определять нагрузку до 200 и до 500 кН.

Масло при включенном электродвигателе подается в гидроцилиндр при отворачивании маховика 14 регулировочного вентиля. На правой боковой стенке корпуса расположен маховик сброса масла из рабочего

гидроцилиндра в бак. Пределы измерений устанавливают рукояткой 13 переключения измерительных цилиндров. Чтобы задать требуемый предел, рукоятку поворачивают до совмещения риски на поворотном конусе рукоятки с требуемой цифрой на лимбе, закрепленном на корпусе. Эту операцию можно выполнять только при выключенном электродвигателе и отсутствии давления масла. Круговая шкала оборудована указательной и фиксирующей стрелками.

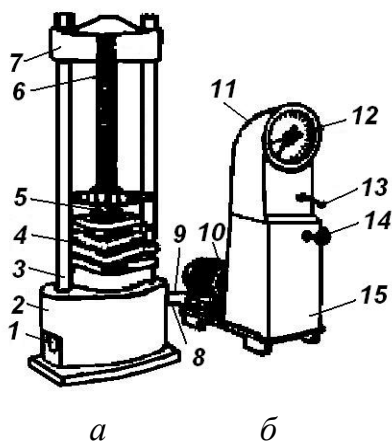


Рис. 4.8. Пресс П-50 (а) с насосной установкой (б):

1 – вырезы, 2 – станина, пара, 3 – колонна, 4 – плита, 5 – шарнир, 6 – ходовой винт, 7 – траверса, 8, 9 – трубки, 10 – электродвигатель, 11 – корпус силоизмерителя, 12 – шкала, 13 – рукоятка, 14 – маховик, 15 – насосная установка

**Обслуживание прессов.** За исправностью пресса и его состоянием ежедневно наблюдает лаборант, выполняющий испытания, и специалист-механик.

Перед началом испытаний производят внешний осмотр пресса и удаляют с него следы влаги и загрязнений. Установку пресса, который должен располагаться на массивном фундаменте, изолированном от пола помещения, проверяют периодически по уровню и отвесу. В инструкции, прилагаемой заводом к прессу, указываются базовые (поворотные) поверхности, где следует помещать уровень или прикладывать отвес, а также допускаемые отклонения базовых поверхностей от горизонтальной или вертикальной плоскости.

Все трущиеся и вращающиеся тесты необходимо периодически смазывать. Особенно тщательно смазывают шаровую поверхность самоустанавливающейся плиты и винтовую пару подъема верхней опорной плиты. На сферической поверхности самоустанавливающейся плиты не должно быть ржавчины и задиров; поверхности должны свободно смещаться одна относительно другой. Шарнир смазывают специальной графитной смазкой (смесью графитной пудры и технического вазелина). Насос подачи должен работать в среде жидкого машинного масла. Уро-

вень масла в насосном блоке проверяют щупом с контрольной рисккой, установленным в контрольном отверстии масляного бака.

Важное, значение для нормальной работы прессы имеет состояние опорных плит, через которые непосредственно передается давление на образец. Перекос или искривление поверхностей вследствие неправильной центровки образцов, износа плит или их изгиба при работе с превышением предельных нагрузок могут оказать существенное влияние на результаты определения прочности.

Особое внимание надо обращать на смазывание и чистоту деталей силоизмерительного устройства: опорных частей, рычагов, подшипников. Загрязнение этих деталей, коррозия их поверхностей недопустимы, так как это снижает чувствительность силоизмерительного устройства и приводит к увеличению ошибки измерений. Силоизмерительное устройство должно быть всегда закрыто крышкой и периодически осматриваться. Призмы и подушки рычагов силоизмерителя должны иметь плотную посадку в своих гнездах без подкладок и зарубов (от раскернивания); на их рабочих поверхностях и ребрах не должно быть механических повреждений и следов грязи.

Взаимодействие отдельных сборочных единиц и механизмов прессы проверяют при работе прессы вхолостую (без образца). Электродвигатель и насос должны работать без посторонних шумов. При установленном образце нагрузка должна подниматься равномерно без толчков и пульсации. Пресс должен обеспечивать минимальное время выдержки нагрузки (для гидравлических прессов 30 с) на одном уровне при отключенном двигателе (в этом случае допускается изменение нагрузки не более точности ее определения по паспортным данным – обычно не более одного деления шкалы по силоизмерителю). При разгрузке указательная стрелка должна вернуться на ноль. Расхождение допускается не более половины деления. Следует также проверять надежность фиксации наибольшей нагрузки фиксирующей стрелкой, которая может зацепиться за указательную и возвращаться с ней к нулю.

Все прессы для предохранения силоизмерителя от случайных перегрузок снабжены конечными выключателями, автоматически выключающими электродвигатель при достижении предельной нагрузки. Они срабатывают непосредственно от указательной стрелки при перегрузке не более 2...5 %. Исправность таких выключателей проверяют, осторожно повышая нагрузку за пределы допустимой. Кроме того, проверяют положение стрелок на шкале и расстояние их от поверхности шкалы, которое должно быть не менее 1...2 мм.

В процессе работы детали прессов изнашиваются и деформируются, поэтому прессы подлежат периодической проверке не реже одного раза в

год органами ведомственного контроля и не реже, чем раз в два года органами Госстандарта. При проверке производят градуировку силоизмерительных приборов, эксплуатационную проверку гидравлической системы и обследование состояния деталей, передающих нагрузку на образец.

### 4.3. Прочность на сжатие

Прежде чем приступить к испытанию образцов на прочность, определяют тип пресса, который можно использовать для испытаний. При выборе пресса нужно учитывать, что разрушающая нагрузка должна составлять не менее 0,2 и не более 0,8 от предельной нагрузки  $P_{\max}$  пресса (при заданной шкале измерения нагрузки). При разрушающей нагрузке, меньшей  $0,2 \cdot P_{\max}$ , точность измерения нагрузки снижается, а при нагрузках близких к  $0,8 \cdot P_{\max}$  трудно обеспечить необходимую скорость нагружения, а детали и гидравлическая система пресса подвергается повышенному износу. Разрушающую нагрузку определяют ориентировочно, исходя из паспортных данных на материал и размеров испытываемых образцов.

Особенности поведения силикатных материалов под нагрузкой наложили свой отпечаток на методики определения прочности. В силу того, что они работают в упругой области, разрушение их носит хрупкий характер. Этот факт, а также весьма трудно измеряемые малые величины упругих деформаций, явились причиной того, что при изучении прочности, за исключением редких специальных случаев, величины возникающих деформаций не определяют. Поскольку влияние времени приложения нагрузки на прочность хрупких материалов незначительно, то при различных скоростях нагружения испытания, в основном, не проводят.

Поэтому, как правило, определения прочности образцов заключаются в фиксировании максимального напряжения, которое они способны выдерживать до разрушения; при этом скорость нарастания нагрузки иногда изменяется в довольно широких пределах. Однако в некоторых случаях и особенно при высоких температурах скорость изменения нагрузки должна быть строго постоянной. Кроме того, в данном случае снятие кривой «напряжение – деформация» дает весьма ценную информацию о поведении материала и механизмах его деформирования.

Способы получения необходимого напряжения в образце могут быть самыми разнообразными. Наиболее простым является использование веса увеличивающегося количества дроби или жидкости, который тем или иным образом передается на образец. В последнее время для этих целей все чаще применяют специальные машины, в которых требуемое усилие создают при помощи специальных гидравлических, механических, пневматических, электромагнитных и других систем.

*Пределом прочности при сжатии* (прочность при сжатии) называют максимальное сжимающее напряжение, которое выдерживает образец до разрушения и выражают обычно в МН/мм<sup>2</sup> или МПа.

Как показывают исследования, прочность материалов на основе силикатов вообще и прочность при сжатии в частности является свойством, весьма чувствительным к их структуре. Она изменяется в зависимости от состава и строения материала, технологии изготовления образцов, а также от условий получения конкретного вида изделий. Так, прочность шамотных изделий примерно одного и того же химико-минералогического состава может колебаться в широких пределах: от десятков МПа и до сотен.

Кроме того, на величину измеряемой прочности большое влияние оказывают условия испытаний: расхождения здесь могут достигать 50 % и более.

Прочность при сжатии определяют на образцах, форма и размеры которых установлены соответствующими ГОСТами и техническими условиями. Такие испытания проводят для широкого ассортимента материалов: при производстве строительной керамики и огнеупоров, тонкой и технической керамики, вяжущих изделий, а также изделий на основе стеклоизделий. В качестве образцов обычно используют кубики или цилиндры одинакового диаметра и высоты, их размеры могут колебаться от 10–30 до 40–100 мм. Образцы можно вырезать из изделий или приготовить особо по той же самой технологии. Так, по ГОСТ 4071-80 образцы огнеупорных материалов вырезают из готовых кирпичей с ребром, размер которого равен высоте кирпича, но не более 100 мм.

Испытания на сжатие имеют большие *методические трудности*, которые связаны с хрупкостью этих материалов при нормальных температурах. При небольших перекосах образца или неправильной форме образца в нем возникают изгибающие нагрузки, что заметно снижает прочность (рис. 4.9), также при небольших отклонениях от правильной формы (отсутствие параллельности противоположных поверхностей) возникают изгибающий момент и сдвиговые усилия.

В тех случаях, когда на поверхностях образца, которые испытывают давление, имеются шероховатости и неровности, они являются эффективными концентраторами напряжений. В этих местах напряжения значительно превосходят действующие в средних сечениях образца, вследствие чего материал начинает выкрашиваться и образец разрушается при заниженных усилиях. Из этого следует, что образцы для испытаний на сжатие должны иметь правильную геометрическую форму. Те поверхности, к которым прикладывают давление, должны быть тщательно отшлифованы или даже отполированы.

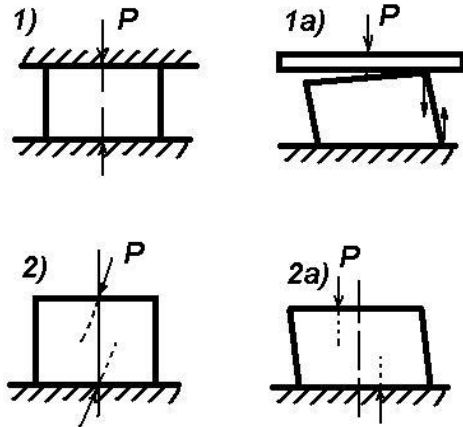


Рис. 4.9. Схема нагружения образца при сжатии (1) и возникновения изгибающего момента при несоосном нагружении (2); сдвиговых усилий (2б) и изгибающего момента (2а) при сжатии образца неправильной формы

В некоторых случаях для устранения действия указанных факторов используют прокладки из картона, каучука и т. д. Эти прокладки устраняют перекосы, неровности и другие дефекты образца, тем самым приближая условия испытаний к чистому сжатию. Однако результаты, полученные при испытаниях с прокладками, как правило, занижены, что говорит о недостаточной эффективности таких мер.

Большое значение имеет соотношение размеров образца – высоты и ширины или диаметра. В высоких образцах облегчаются условия для возникновения «паразитных» изгибающих моментов (продольный изгиб). В образце с большой шириной резко возрастают потери на трение его о плиты испытательной машины, что может дать завышенные результаты. Таким образом, должен существовать оптимум соотношения высоты и ширины образца, исследования показывают, что он лежит от 0,8:1 до 1,3:1. Обычно высоту принимают равной ширине.

Для определения прочности при сжатии используют гидравлические прессы, которые обеспечивают равномерный и плавный подъем нагрузки в достаточно широком диапазоне ее изменения, причем значения разрушающего давления на этих машинах отсчитываются вполне точно.

Разрушающее напряжение при сжатии ( $\sigma_{сж}$ ) определяют как величину разрушающей нагрузки, отнесенную к площади поперечного сечения образца: для круглого образца:

$$\sigma_{сж} = \frac{4P}{\pi \cdot d^2} \cdot 0,1 \text{ МН / мм}^2, \quad (4.7)$$

для прямоугольного образца:

$$\sigma_{сж} = \frac{P}{a \cdot b} \cdot 0,1 \text{ МН / мм}^2, \quad (4.8)$$

где  $P$  – разрушающая нагрузка, кгс;

$d$  – диаметр, см (круглого образца);

$a$  и  $b$  – толщина и ширина, см (прямоугольного образца).



Кроме указанных погрешностей измерения, связанных с формой и размерами опытных образцов, а также с изменением свойств от образца к образцу, в процессе определения прочности при сжатии могут возникнуть аппаратные погрешности. Они вызваны неточностями тарировки пресса, неправильной установкой образца на испытательном столе и другими случайными явлениями. Обычно при испытаниях прочности при сжатии силикатных материалов (в связи с действием указанных факторов) наблюдается весьма значительный разброс данных, достигающий 20–30 %, а иногда и более. При тщательном изготовлении образцов и надлежащем измерении разброс показателей снижается до 7–15 %.

Опытные образцы перед испытаниями сортируют и тщательно измеряют штангенциркулем или микрометром. Измеряют нижнее и верхнее основания образца, заранее намеченные для передачи на них давления пресса. Замеры делают обычно 2–3 раза и берут среднее из них. Во время измерений образцы нумеруют.

Затем следует проверить правильность работы пресса, предварительно ознакомившись с инструкцией пользования им. Необходимо установить требуемый диапазон нагрузок пресса; если нужно, сменить шкалу и установить стрелку динамометра в нулевое положение. Опытный образец устанавливают на намеченный центр испытательного стола и опускают при помощи ручного или машинного привода верхнюю траверсу пресса до соприкосновения давящего пуансона с образцом. Включают электродвигатель пресса и плавно увеличивают подачу масла под поршень. Испытания необходимо проводить при плавном возрастании нагрузки со скоростью 10–30 кгс на единицу площади (см<sup>2</sup>) поперечного сечения образца в 1 сек. Скачкообразное возрастание нагрузки может существенно исказить результаты. Испытание заканчивается после того, как стрелка динамометра начнет возвращаться в свое первоначальное положение.

В лабораторный журнал заносят размеры образцов и величины разрушающих усилий; результаты измерения цилиндрических образцов записывают в таблицу по следующей форме.

Таблица 4.1

*Определение предела прочности при сжатии*

№ п. п.	Высота, см	Диаметр, см	Площадь основания, см <sup>2</sup>	Разрушающая нагрузка, кгс	Предел прочности, МПа	Отклонение	
						абсолютное, МПа	относительное, %

Аналогичная форма записи, включающая геометрические размеры образца, разрушающее усилие, соответствующую искомую характеристику и величины ее отклонения может быть рекомендована вообще при испытаниях механических свойств.

Величину относительного отклонения  $\Delta$  вычисляют по формуле:

$$\Delta = \frac{\sigma \cdot 100}{\bar{\sigma}},$$

где  $\sigma$  – абсолютное отклонение данного результата от среднеарифметического значения предела прочности  $\bar{\sigma}$ .

#### 4.4. ПРОЧНОСТЬ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ

Испытание силикатных изделий на растяжение осуществляют главным образом для тех, которые в процессе службы подвергаются разрывающим усилиям. Например, массы для высоковольтных подвесных изоляторов и ряда изделий специального назначения обязательно должны подвергаться таким испытаниям. Как и другие показатели прочности, прочность при растяжении является весьма структурно чувствительным свойством и зависит в значительной мере от технологии изготовления материала. Кроме того, результаты зависят и от условий проведения испытаний.

Предел прочности при растяжении определяют, как правило, на специально изготовленных образцах. Ими служат обычно стержни круглого или прямоугольного сечения с утолщениями на концах, за которые захватывают образцы в испытательной машине. Можно отметить, что такие образцы изготовлять трудно, так как в процессе обжига происходит их коробление, деформация и т. д.

Испытания при растяжении накладывают жесткие требования на соблюдение правильной геометрической формы образца и правильной геометрии нагружения. В процессе приложения внешнего усилия к деформированному образцу в нем возникают изгибающие моменты, в результате чего полученные экспериментальные данные будут занижены. Поскольку опытные образцы имеют, как правило, значительные размеры, изгибающие моменты могут достигать большой величины (рис. 4.10).

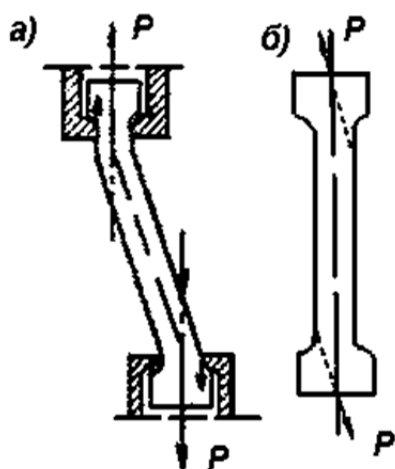


Рис. 4.10. Возникновение сдвиговых и изгибающих усилий при растяжении образца неправильной формы (а) и изгибающих усилий при несоосном нагружении (б)

Большое значение имеет правильность геометрии нагружения: ось приложения усилия должна строго совпадать с осью образца. Внеосевое нагружение под углом к оси образца дает заметное искажение результатов, так как в образце возникают изгибающие моменты.

Существенное занижение результатов может наблюдаться в результате концентрации напряжений. Концентраторами могут быть места переходов от средней части образца (шейки) к утолщениям для захватов; посечки и трещины в области шейки и захватов; участки поверхности образца с заметной кривизной, которая образовалась при короблении, деформации и т. д. Особенно опасно наличие неровностей поверхности образца в местах его соприкосновения с захватами, так как при этом одновременно возникают «паразитный» изгибающий момент и концентрация напряжений.

Для придания деформированным образцам необходимых форм и размеров их следует подвергать механической обработке, которая для многих материалов, например керамических, является дорогим и трудоемким процессом.

Испытания при растяжении обычно осуществляют на тех же самых машинах, что и испытания при сжатии. Для этих целей машины оборудуют съемными захватами. Обычно прочность при растяжении, например керамики, в 3–5 раз меньше, чем при сжатии, и для таких испытаний достаточно иметь машину, которая создает небольшие усилия. Поэтому на практике часто используют специальные приборы для определения прочности при растяжении. На них можно также проводить испытания при изгибе. Ввиду простоты конструкции и обслуживания таких приборов (рис. 4.11) их широко применяют в заводских лабораториях. Однако соблюдение правильности геометрии нагружения на этих приборах сопряжено с большими трудностями, и такие приборы могут быть рекомендованы для испытаний только с целью сравнительной проверки качества продукции.

Как и при сжатии, разрушающее напряжение при растяжении  $\sigma_{\text{раст}}$  определяют как величину разрушающей нагрузки, отнесенную к площади поперечного сечения шейки образца:

- для круглого образца:

$$\sigma_{\text{раст}} = 0,1 \cdot \frac{4P}{\pi \cdot d^2}, \text{ МПа}; \quad (4.10)$$

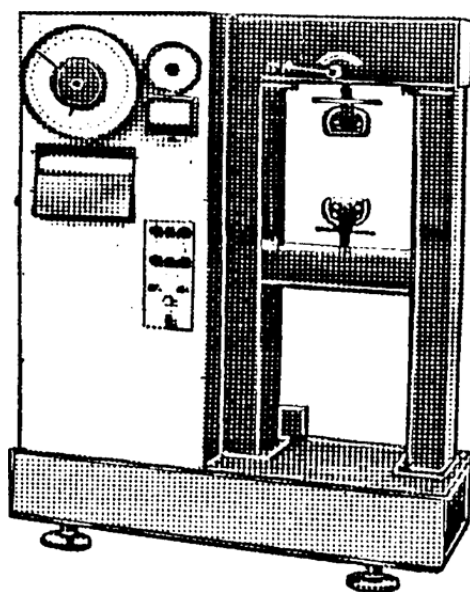
- для прямоугольного образца:

$$\sigma_{\text{раст}} = 0,1 \cdot \frac{P}{a \cdot b}, \text{ МПа}; \quad (4.11)$$

где  $P$  – разрушающая нагрузка, кгс;

$d$  – диаметр шейки круглого образца, см;

$a$  и  $b$  – толщина и ширина шейки прямоугольного образца, см.



*Рис. 4.11. Схема прибора испытаний при растяжении*

При испытании, кроме указанных методических погрешностей, возникают также аппаратурные, связанные с неточностями в тарировке и работе испытательных приборов. Суммарный разброс данных прочности при растяжении достигает иногда значительной величины, составляющей 20–30 %; обычно он достигает 15 %. Иногда резко отличающиеся значения прочности образцов приходится отбрасывать как некачественные.

Ход испытания на прочность при растяжении примерно такой же, как и при определении прочности на сжатие. Опытные образцы сортируют, измеряют размеры их шейки. Проверяют правильность работы испытательной машины, в ее захватах устанавливают образец и, включив машину, плавно увеличивают нагрузку, подаваемую на образец, вплоть до его разрушения. Иногда для устранения влияния неровностей на уширенной части образца под захваты помещают прокладки. Однако такие меры нежелательны; в этих случаях более правильным является тщательная пришлифовка образца под размеры зажимов. Размеры образцов и величины разрушающих усилий заносят в лабораторный журнал.

Испытания при изгибе являются (наряду со сжатием) наиболее распространенными для твердых неметаллических материалов. В этом случае определяют величину разрушающего изгибающего момента (кгс·см), который при установлении предельного напряжения (соотносят к моменту сопротивления образца (см<sup>3</sup>). Прочность при изгибе выражается в  $\text{кгс}/\text{см}^2 = \text{кгс}\cdot\text{см}/\text{см}^3$ . Таким испытаниям подвергают, например, строительную керамику (кирпич, черепица и т. д.), а также фарфорофаянсовые и огнеупорные изделия, испытывающие в процессе службы действие изгибающих нагрузок.

#### 4.5. Предел прочности при изгибе

Предел прочности при изгибе определяют как на изделиях, так и на специально сформованных образцах. В качестве образцов служат балочки прямоугольного или квадратного сечения и стержни круглого сечения; соотношение их длины и размеров сечения должно составлять 7–10.

Изгиб как метод испытаний в методическом отношении не является столь сложным по сравнению с растяжением и сжатием. Опытные образцы просты по форме и в изготовлении; механической обработки они не требуют. Процесс нагружения, как правило, не сложен, легко выполнимы необходимые условия для создания изгибающих усилий в образце.

Испытания при изгибе обычно проводят на тех же машинах, что и при растяжении и сжатии; для этих целей их оборудуют съемными опорами. Может быть использовано несколько схем приложения изгибающих усилий к образцам: изгиб консольный, поперечный, продольный и т. д. На практике как метод нагружения наибольшее распространение получил *поперечный изгиб образца сосредоточенным усилием* (так называемый «трехточечный изгиб»). Иногда применяют также изгиб в «четырёх точках».

На рис. 4.12 представлены схема нагружения, эпюры изгибающих моментов и поперечных сил балки, нагруженной в середине усилием  $P$ . Как видно из рисунка, максимальный изгибающий момент действует в сечении, к которому приложена сила; величина его падает к боковым опорам, где момент равен нулю. Срезающие усилия (поперечные силы) действуют по всей длине балки и меняют свой знак в сечении, к которому приложена сила.

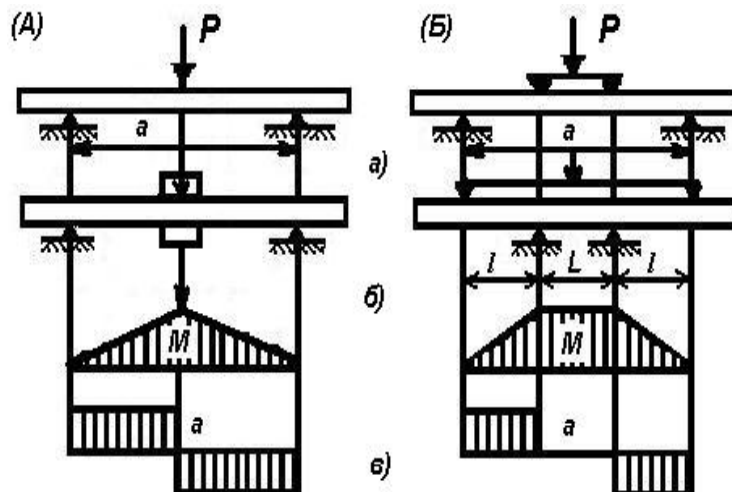


Рис. 4.12. Схемы нагружения (а), эпюры изгибающих моментов (б) и поперечных сил (в) А – при сосредоточенном (трехточечном) изгибе; Б – при изгибе в четырех точках

В нижних слоях образца действуют растягивающие усилия, а в верхних – сжимающие. Напряжение  $\sigma_{\text{изг}}$  в точке, находящейся на расстоянии « $y$ » от нейтрального слоя, определяют из соотношения  $\sigma_{\text{изг}}/y=M/L$ , где  $M$  – изгибающий момент, а  $L$  – геометрический момент инерции. Напряжения достигают максимума на наружных поверхностях образца, т. е. при  $y = h/2$  (где  $h$  – высота образца).

Величину изгибающего момента принимают как  $P/2 \cdot a/2$ , где  $P$  – действующее усилие;  $a$  – расстояние между опорами;  $a/2$  – плечо силы. Таким образом,

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{P}{2} \cdot \frac{a}{2} \cdot \frac{h}{2} \cdot \frac{1}{L} = \frac{P \cdot a \cdot h}{8L}.$$

Для прямоугольного сечения  $L = b \cdot h^3 / 12$  и для круглого  $L = \pi \cdot d^4 / 64$ .

Таким образом, при изгибе сосредоточенной нагрузкой величину напряжения выражают:

- для прямоугольного образца

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{3P \cdot a}{2 \cdot b \cdot h^2} \cdot 0,1 \text{ МПа}; \quad (4.12)$$

- для круглого образца

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{8 \cdot P \cdot a}{\pi \cdot d^4} \cdot 0,1 \text{ МПа}, \quad (4.13)$$

где  $b$  – ширина прямоугольного образца, см;

$d$  – диаметр круглого образца, см.

При четырехточечном изгибе (рис. 4.12) нагрузку прикладывают симметрично в двух точках. Тогда на средней части образца отсутствуют поперечные силы, и действует только изгибающий момент, постоянный по величине.

Аналогично рассмотренному случаю трехточечного изгиба для величины напряжений растяжения или сжатия наружных слоев образца можно получить:

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{P}{2} \cdot l \cdot \frac{h}{2} \cdot \frac{1}{L} = \frac{h \cdot P \cdot l}{4L} \quad (4.14)$$

- для прямоугольного образца

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{3 \cdot P \cdot l}{b \cdot h^2} \cdot 0,1 \text{ МПа}; \quad (4.15)$$

- для круглого образца

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{16 \cdot P \cdot l}{\pi \cdot b^3} \cdot 0,1 \text{ МПа}, \quad (4.16)$$

где  $l$  – плечо силы, т. е. расстояние вдоль образца от нижней опоры до верхней, см.

Результаты определения предела прочности при трехточечном изгибе, как правило, всегда выше, чем при четырехточечном изгибе (обычно на 20–25 %). Это объясняется тем, что при трехточечном изгибе максимальный изгибающий момент действует лишь в одном сечении, в котором приложена нагрузка; вероятность попадания в это сечение какого-либо дефекта невелика. При четырехточечном изгибе максимальный изгибающий момент действует на значительной части образца, поэтому здесь вследствие неоднородности материала всегда найдется какой-либо дефект, локально снижающий прочность. Данные, полученные при четырехточечном изгибе, правильнее оценивают материал и дают меньший разброс показателей.

Погрешности определения прочности при изгибе обычно связаны (кроме разброса величин от образца к образцу) с недостаточной правильностью формы образца и правильностью геометрии нагружения, а также аппаратурными погрешностями. Большие ошибки возникают при смещении нагрузки в сторону какой-нибудь опоры. При испытании большемерных изделий (кирпич, черепица) необходимо обращать внимание на правильность установки образца на опорах: при перекосах могут возникнуть «паразитные» изгибающие моменты.

Опоры, на которых устанавливают образец, выполняют обычно в виде цилиндрических катков или трехгранных призм с закругленным верхним ребром, нагрузка передается также через длинный ролик или призму с закругленным ребром. При работе следует периодически проверять правильность установки опорных и передающих нагрузку призм и состояние их давящих кромок; при необходимости поверхности призм следует подвергнуть соответствующей обработке.

Ход испытаний на изгиб аналогичен другим видам. Опытные образцы сортируют и измеряют. Проверяют правильность работы испытательной аппаратуры, затем устанавливают образец и, включив машину, плавно увеличивают внешнее усилие. Размеры образцов и величины разрушающих усилий заносят в лабораторный журнал.

#### 4.6. Твердость и микротвердость

**Твердость** – способность материала сопротивляться проникновению в него другого материала. Твердость материала определяют различными методами, зависящими от вида материала. Все методы измерения твердости основаны на внедрении в поверхность испытываемого материала эталонного материала и оценки степени этого внедрения. Так, твердость металла определяют, вдавливая в него под определенной нагрузкой стальной шарик или алмазный конус. Твердость линолеума и плиток для полов определяют путем вдавливания в них стального стержня под нагрузкой (она меньше, чем при определении твердости металла).

Твердость каменных строительных материалов можно оценивать **методом царапания** по шкале твердости Мооса (табл. 4.2), которая состоит из десяти минералов, расположенных по степени возрастания твердости.

Таблица 4.2

*Шкала твердости минералов (шкала Мооса)*

Минерал	Показатель твердости	Характеристика твердости
Тальк	1	Легко чертится ногтем
Гипс природный	2	С трудом чертится ногтем
Кальцит	3	Стальной нож легко оставляет черту
Плавиновый шпат	4	Стальной нож оставляет черту при небольшом нажиме
Апатит	5	Стальной нож оставляет черту при сильном нажиме, минерал на стекле черты не оставляет
Полевой шпат (ортоклаз)	6	Стальной нож не оставляет черты, минерал слегка царапает стекло
Кварц	7	Стальной нож черты на этих минералах не оставляет, минералы легко режут стекло
Топаз	8	
Корунд	9	
Алмаз	10	

Твердость с помощью шкалы Мооса определяют следующим образом. Поверхность испытываемых образцов последовательно прочерчивают минералами, входящими в шкалу, начиная с самого мягкого, до тех пор, пока на поверхности образца один из минералов не оставит черту. Твердость испытываемого материала будет между твердостью этого и предыдущего минералов. Например, если испытываемый материал царапается апатитом и не царапается плавиновым шпатом (при этом он сам должен царапать плавиновый шпат), то его твердость будет равна 4...5.



При всех методах измерения значения твердости являются условными, зависящими не только от свойств материала, но и от метода испытания. Поэтому для сравнения твердости различных образцов их испытание следует проводить каким-либо одним методом.

Испытания на твердость *методом вдавливания* лишены многих недостатков вышерассмотренного метода. В этом случае в поверхность образца вдавливают тело строго определенной формы (индентор) путем приложения постоянной нагрузки. О твердости судят по размерам (глубина и величина сечения) отпечатка индентора на поверхности образца и по величине приложенного усилия. В качестве инденторов могут быть использованы тела различной формы; применяемые нагрузки могут изменяться в широких пределах (до 15–80 кг).

Обычно в качестве индентора используют стальной шарик небольшого диаметра (1–2 мм), алмазную квадратную пирамиду с углом между гранями при вершине  $136^\circ$  или алмазную пирамиду с ромбическим основанием (индентор Кнупа) (рис. 4.13).

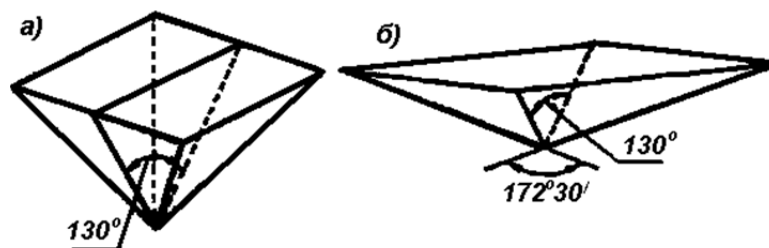


Рис. 4.13. Инденторы: а – прямоугольная пирамида; б – пирамида Кнупа

Различают *статические и динамические методы* измерения твердости. В первом случае отпечаток получают при довольно медленном увеличении нагрузки до необходимой величины и затем снижении ее после небольшой выдержки, во втором – нагрузки носят ударный характер, как при определении ударной вязкости. *Статическую твердость* определяют как отношение величины нагрузки к площади поверхности отпечатка. *Динамическую твердость* выражают как отношение энергии (работы) деформирования к объему отпечатка. При условии получения подобных отпечатков показатели твердости по этим методам должны быть одинаковыми.

В настоящее время для измерения твердости получили широкое распространение в основном статические методы. Это связано с тем, что они дают более надежные результаты по сравнению с динамическими, а аппаратура для испытаний значительно проще по конструкции и удобна в эксплуатации. Аппаратура обычно состоит из приспособления для создания довольно значительных нагрузок на индентор (до 15–30 кг) и

микроскопа для измерения геометрических параметров отпечатка. Размеры ямки, образующейся в испытуемом образце при надавливании, определяют при помощи окуляр-микрометра, который представляет собой пластинку с делениями и помещается в окулярной части микроскопа.

Полученные ямки иногда плохо видны под микроскопом. Чтобы их сделать достаточно хорошо различимыми, обычно поверхность пластинки вокруг ямки окрашивают каким-либо красителем. Иногда также в этих целях при измерении устанавливают образцы наклонно по отношению к столику микроскопа; при этом меняются условия освещения ямки и она становится лучше различимой.

Для измерения твердости существует несколько систем приборов, различающихся по конструкции. Так, в приборе Бринелля используют в качестве индентора стальной шарик, создаваемые нагрузки достигают 30 кг. В приборе Роквелла индентором служит алмазный конус или стальной шарик, величина нагрузки составляет 15 кг. В приборе Викеса индентором служит алмазная прямоугольная пирамида, причем величина нагрузки значительно меньше и составляет до 1–2 кг. Нагрузку создают обычно весом определенных грузов и передают на индентор при помощи рычажных систем.

Для определения твердости керамических изделий используют обычно метод Бринелля. В данном случае на полированной поверхности образца остается отпечаток стального шарика диаметром около 1,5 мм. За меру твердости  $H$  принимают отношение величины приложенного давления  $P$  к площади поверхности сферического отпечатка  $S$ . Если глубина отпечатка  $h$  и радиус шарика  $R$ , то поверхность ямки будет:  $S = 2\pi \cdot R \cdot h$ ; поскольку  $h = R - \sqrt{R^2 - r^2}$ , где  $r$  – радиус ямки, то величина твердости может быть подсчитана как

$$H = \frac{P}{2\pi \cdot R \cdot (R - \sqrt{R^2 - r^2})}, \quad (4.17)$$

где  $P$  – нагрузка, кгс;

$R$  – радиус шарика, мм;

$r$  – радиус сферической ямки, мм.

В тех случаях, когда радиус ямки значительно меньше радиуса шарика, ее поверхность условно можно считать плоской и для определения твердости можно воспользоваться упрощенной формулой:

$$H = \frac{P}{\pi \cdot r^2}. \quad (4.18)$$

Расчеты показывают, что при величине отношения  $r / R = 0,2$  и меньше ошибки при вычислениях по последней формуле составят менее 1 %.

К опытным образцам для измерения твердости предъявляют определенные требования. Для того чтобы получить хорошо заметный отпечаток правильной формы, они должны быть тщательно отполированы. Толщина испытуемого образца должна быть значительно больше глубины отпечатка. Так, по американским стандартам при испытаниях по Бринеллю их соотношение должно быть более 10.

Большое значение при испытаниях имеет величина приложенного усилия. Как правило, при изменении нагрузки наблюдаются также заметные отклонения в значениях измеряемой твердости.

Кроме указанных методических факторов большое значение при определении твердости имеют следующие: отклонение формы индентора от номинальной, отклонение величины приложенной нагрузки от номинальной вследствие недостаточной точности исполнения нагружающего устройства; деформации краев отпечатка; плохие условия освещения при измерении параметра отпечатка; вариации при измерениях под микроскопом (смещение нитей и параллакс окуляр-микрометра и т. д.).

В последнее время в связи с развитием материаловедения возникла необходимость в методах контроля твердости на весьма малых отдельных участках, или в весьма малых объемах, или даже в отдельных структурных составляющих неоднородных материалов. Поэтому все чаще стали применять испытания *микротвердости*, т. е. определение твердости при весьма малых размерах отпечатков порядка единиц и десятков микрон (и соответственно при малых нагрузках). Такие испытания позволяют изучить твердость отдельных фаз в многофазном материале.

В качестве инденторов для определения микротвердости используют обычно алмазные пирамиды: прямоугольную или пирамиду Кнупа (см. рис. 4.13). Приборы для испытаний делят на два типа: специальные приборы и приспособления к металлографическим микроскопам. Наиболее удобным из них является специальный прибор на базе вертикального микроскопа, в который встроена револьверная головка. В одном гнезде такой головки устанавливают индентор и во втором – объектив. Нагрузку можно создавать в зависимости от конструктивных особенностей данного прибора как весом головки индентора с добавочным грузом, так и специальной пружиной.

Порядок испытаний твердости и микротвердости примерно одинаков. Вначале следует ознакомиться с инструкцией на прибор и убедиться в его исправности. Затем производят испытания твердости предварительно отполированного образца, путем создания необходимого усилия на инденторе. Образец переносят (если необходимо) под микроскоп и измеряют его размеры.

Для получения достаточно достоверных результатов необходимо произвести до 10 определений твердости и из полученных результатов взять среднюю величину. Следует отметить, что отпечаток, полученный в материале в результате вдавливания каким-либо индентором, уменьшает свои размеры при снятии нагрузки за счет упругих деформаций. Поэтому различают отпечаток при неснятой нагрузке (невосстановленный отпечаток) и отпечаток при снятой нагрузке (восстановленный отпечаток). При обычных испытаниях с помощью индентора в виде шарика, конуса или квадратной пирамиды измеряют отпечаток после снятия нагрузки, т. е. восстановленный. Однако полученная величина зависит от упругих характеристик образца, и связь ее с прочностными свойствами довольно сложна. Более правильную величину твердости по восстановленному отпечатку можно получить при использовании индентора Кнупа, длинная диагональ отпечатка которого остается практически постоянной при снятии нагрузки, а короткая – заметно изменяется. Однако в лабораторной практике наибольшее распространение получили шаровые и пирамидальные инденторы. Инденторы Кнупа используют только при специальных исследовательских работах. Необходимо отметить, что при сопоставлении восстановленного и невосстановленного отпечатков можно получить ценную информацию об упругих деформациях материала.

## 5. КОНТРОЛЬ СТРОИТЕЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЯЖУЩИХ МАТЕРИАЛОВ

*Строительными минеральными вяжущими* веществами называют порошковидные материалы, которые после смешения с водой (а в отдельных случаях с растворами некоторых солей) образуют массу, постепенно затвердевающую и переходящую в камневидное состояние.

Почти все минеральные вяжущие вещества получают путем грубого и тонкого измельчения исходных материалов и полупродуктов с последующей термической обработкой при разных температурах. В этих условиях протекают разнообразные физико-химические процессы, обеспечивающие получение продукта с требуемыми свойствами. Обожженный материал подвергают тонкому измельчению.

Разделяют два вида вяжущих материалов – воздушные и гидравлические.

К *воздушным вяжущим* относят гипс и воздушную известь, ряд производных на их основе с минеральными добавками, магнезиальные вяжущие, а также ряд местных вяжущих, набор прочности и дальнейшее *твердение* которых происходит *на воздухе с относительной влажностью 30–80 %*. Однако добавлением, например, к воздушной извести некоторых добавок (опоки, трепела и т. д.) можно придать ей определенные гидравлические свойства.

К *гидравлическим вяжущим* относят гидравлическую известь, романцемент, цементы с добавками и без них на основе портландцементного или глинистого клинкера, а также различные смешанные композиции на основе этих вяжущих. *Твердение и набор прочности* этих материалов происходят *как на воздухе, так и в воде*.

### 5.1. Определение некоторых технологических свойств цемента

#### 5.1.1. Отбор проб и общие требования при испытаниях

Для испытания цемента от каждой партии отбирают *среднюю пробу* массой около 20 кг, состоящую не менее чем из пяти разовых проб. Среднюю пробу доставляют в лабораторию в герметичной таре и хранят до испытаний в сухом помещении. Перед испытаниями пробу взвешивают и просеивают через сито № 09. Остаток на сите взвешивают и отбрасывают. Массу остатка в процентах, а также его характеристику (наличие комков, кусков дерева, металла) заносят в рабочий журнал.

Просеянную пробу цемента тщательно перемешивают, делят на две равные части, одну из которых подвергают испытаниям, а вторую – маркируют и хранят в плотно закрытом сосуде в сухом помещении в течение двух месяцев на случай повторного испытания.

Цемент, воду и песок перед испытанием выдерживают до тех пор, пока их температура станет равной температуре помещения лаборатории ( $20 \pm 2$  °С). Температуру помещения ежедневно отмечают в журнале. Воду для проведения испытаний и хранения образцов применяют обычную питьевую. Цемент и песок для проведения испытаний взвешивают с погрешностью не более 1 г, воду взвешивают или отмеривают с погрешностью не более 0,5 г (мл).

Для проведения испытаний цемента нельзя применять алюминиевую или оцинкованную посуду.

### **5.1.2. Определение удельной поверхности цемента по методу воздухопроницаемости**

Тонкость помола портландцемента контролируют по остаткам на сите № 008. Обычно они составляют 5–8 % (по массе), для быстротвердеющего цемента – 2–4 % и меньше. При этом удельная поверхность соответственно достигает 2500–3000 и 3500–4500 см<sup>2</sup>/г и более.

Определение удельной поверхности цемента производят на приборах ПСХ-2 по методике, изложенной в разделе 2.7.1.

### **5.1.3. Определение тонкости помола цемента ситовым методом**

Как уже отмечалось, основным показателем тонкости помола цемента в производственных условиях в настоящее время является определение остатка на сите № 008 (размер ячейки в свету 0,08 x 0,08 мм) по ГОСТ 310.2. Для этого цеховая лаборатория производит 1-2 раза в час отбор проб цемента от каждой мельницы. Затем пробы просеивают на механическом или пневматическом приборе, результаты анализа немедленно сообщают в цех помола, где по этим данным регулируют питатель мельницы или корректируют работу автоматической системы дозирования питания мельницы.

Грубый помол цемента ухудшает его строительные свойства, снижает прочностные показатели в связи с тем, что грубые частицы размером более 80–100 мкм взаимодействуют с водой очень медленно. Цемент с остатком на сите № 008 больше 15 % считают браком. Очень тонкий помол цемента вызывает перерасход электроэнергии на его производство, быстрый износ футеровки мельницы, мелющих тел и резко повышает себестоимость получаемого цемента, одновременно ухудшая его свойства.

**Ход выполнения работы.** Навеску предварительно высушенного цемента в количестве 50 г, взвешенную на технических весах с точностью до 0,01 г, переносят на сито № 02 (4), помещенное на сито № 008 (3), а под него подставляют поддон (донышко) 2. Набор сит накрывают крышкой и рассеивают цемент на фракции > 200 мкм, 80–200 мкм и < 80 мкм при помощи механического сита.

Через 5–7 мин после начала рассева просеивание приостанавливают и взвешивают остаток на сите № 02; прошедший через сито № 008 цемент высыпают с доньшка в бюкс, после чего просеивание продолжают. Просеивание считают законченным, когда при просеивании в течение 1 мин ручным способом на кальку через сито № 008 проходит не более 0,05 г цемента в 1 мин (0,1 % взятой навески). Контрольное просеивание производят вручную при снятом доньшке над бумагой в течение 1 мин.

Тонкость помола цемента  $X$  определяют с точностью до 0,1 % как остаток на ситах № 02 и 008, %, к первоначальной массе просеиваемой пробы по формуле

$$X_{008} = \frac{P_{008} \cdot 100}{P_0}, \quad (5.1)$$

где  $P_{008}$  – остаток на сите № 008, г;

$P_0$  – исходная навеска цемента, г.

#### **5.1.4. Определение нормальной густоты и сроков схватывания цементного теста**

*Цементным тестом* называется смесь цемента с водой. **Нормальной густотой теста** считают такую консистенцию его, при которой пестик прибора Вика, погружаемый в кольцо, заполненное тестом, не доходит на 5–7 мм до пластинки, на которой установлено кольцо. Нормальная густота цементного теста характеризуется количеством воды затворения, выраженным в процентах массы цемента.

Тесто нормальной густоты имеет хорошую подвижность и удобообрабатываемость, позволяющую плотно укладывать его в форму.

Сроки схватывания и равномерность изменения объема цемента определяют в тесте нормальной густоты. Поэтому нахождение нормальной густоты предшествует этим определениям, причем сроки схватывания определяют в том же кольце и с тем же тестом нормальной густоты.

**Ход выполнения работы.** Нормальную густоту и сроки схватывания цементного теста определяют на приборе Вика (рис. 5.1). Он имеет станину 11, в которой перемещается в вертикальном направлении стержень 6. При определении нормальной густоты цементного теста в кольце 9 пестик (цилиндр  $d = 10$  мм и  $l = 50$  мм) закрепляют винтом на подвижном стержне. Определение сроков схватывания производят иглой  $d = 1,1$  мм и  $l = 50$  мм, закрепляемой в подвижном стержне вместо пестика.

Стержень должен свободно (без трения) перемещаться в станине и во время определения фиксируется стопорным винтом 2 на необходимой высоте. После отпускания винта при определениях стержень опускается на определенную глубину, зависящую от вязкости теста, которая

фиксируется стрелкой 4, закрепленной на стержне, относительно неподвижной шкалы 3, установленной на станине прибора.

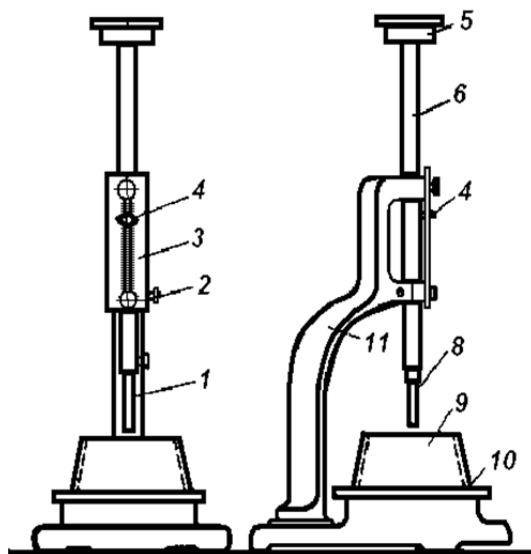


Рис. 5.1. Прибор Вика для определения нормальной плотности и сроков схватывания теста из вяжущих веществ

В начале работы определяют нулевое показание прибора: стержень 6 опускают при открученном винте 2 на пластинку 10 (поддон) кольца 9, в котором будут определяться нормальная плотность и сроки схватывания исследуемого цемента. Нулевое положение устанавливают перемещением шкалы прибора в вертикальном направлении. Перед определением нормальной плотности и сроков схватывания кольцо прибора, в которое помещают исследуемое тесто, и поддон под него слегка смазывают машинным маслом.

Навеску цемента в количестве 400 г отвешивают на технических весах с точностью до 1 г и переносят в предварительно протертую влажной тряпкой стандартную сферическую чашку из нержавеющей стали (рис. 5.2).

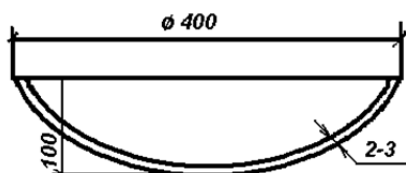


Рис. 5.2. Чашка для перемешивания цементного теста и раствора

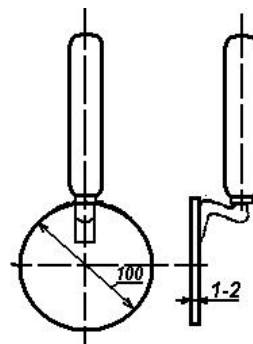


Рис. 5.3. Мастерок (лопатка) для перемешивания



В центре навески цемента мастерком (лопаткой) (рис. 5.3) делают углубление, в которое из мерного цилиндра приливают замеренное с точностью до 0,5 мл количество воды, приблизительно соответствующее нормальной густоте исследуемого цемента (25–27 % массы взятого цемента). Воду берут питьевую водопроводную, нагретую до комнатной температуры ( $20 \pm 3$  °С). В момент приливания воды к цементу включают секундомер или песочные часы. После 30 с впитывания воды в цемент углубление с водой осторожно засыпают цементом, а затем интенсивно мастерком перемешивают и растирают в чаше небольшими порциями, причем чашу периодически поворачивают на 90°.

По прошествии 5 мин с момента приливания воды цементное тесто мастерком вынимают из чашки и переносят в кольцо прибора, помещенное на поддон; кольцо с цементным тестом 5–6 раз встряхивают постукиванием о край стола, с кольца снимают насадку и излишек цементного теста срезают с кольца ножом, ведя им от середины кольца к краям.

После заглаживания цементного теста пестик прибора протирают влажной тряпкой, кольцо помещают под пестик прибора, стержень с пестиком подводят в соприкосновение с серединой поверхности цементного теста и закрепляют стопорным устройством (винтом 2, см. рис. 5.2). После этого винт быстро, но плавно откручивают и через 30 с с начала погружения пестика в тесто отсчитывают глубину его погружения в тесто.

Тесто считается нормальной густоты, если пестик не доходит до дна на 5–7 мм. Если пестик погружается глубже (ниже 5 мм), определение повторяют: чашку, мастерок и конус протирают тряпкой, готовят навеску, замешивают цементное тесто с меньшим количеством воды (на 1–1,5 % массы цемента); если же пестик останавливается выше, чем на 7 мм, необходимо взять большее количество воды. Определение на приборе повторяют до получения цементного теста, в котором пестик не доходит до дна конуса на 5–7 мм. В этом случае поверхность теста вновь заглаживают ножом, под стекло с кольцом помещают лист бумаги, на котором записывают следующие данные:

- цемент №       ;
- нормальная густота (указывают с точностью до 0,25 %);
- время затворения, ч-мин;
- начало схватывания, ч-мин;
- конец схватывания, ч-мин.

На приборе Вика (см. рис. 5.1) пестик 8 заменяют иглой, причем на подвижный стержень прибора в этом случае помещают пригруз 5, компенсирующий разницу в массе иглы и пестика, и определяют сроки схватывания исследуемого цемента. По стандарту иглу погружают в тесто через каждые 10 мин, перемещая кольцо после каждого погружения

для того, чтобы игла не попадала в одно и то же место. После каждого погружения иглу следует вытирать. Началом схватывания цементного теста считают время, прошедшее от начала затворения (момент приливания воды) до того момента, когда игла не будет доходить до дна формы конуса на 1-2 мм. Концом схватывания цементного теста считают время от начала затворения до момента, когда игла будет опускаться в тесто не более чем на 1-2 мм.

ГОСТ 310.3 разрешает механическое приготовление цементного теста в специально выпускаемых для этой цели мешалках и автоматическое регистрирование сроков схватывания на специальном приборе АПСС-6, выполняющем одновременное определение шести проб. При работе с этими приборами приготовление цементного теста нормальной густоты и регистрацию сроков схватывания исследуемого цемента проводят в строгом соответствии с инструкциями, приложенными к этим приборам.

Полученные результаты определения нормальной густоты и сроков схватывания сравнивают с требованиями соответствующего ГОСТа и делают вывод о соответствии исследуемого цемента требованиям стандарта по этим показателям.

**Необходимые приборы и материалы:** технические весы до 1000 г; чаша для перемешивания цементного теста; мастерок для перемешивания цементного теста и раствора; прибор Вика с пестиком и иглой; стандартные конические кольца со стеклами; ложка из нержавеющей стали; нож; мерные цилиндры на 250, 100 и 25 мл; песочные часы (или секундомер) на 5 мин.

#### **5.1.5. Определение равномерности изменения объема цемента**

В процессе твердения вяжущих веществ всегда наблюдается некоторое *изменение их объема*. Если изменение объема сравнительно невелико и протекает равномерно, то оно не вызывает вредных напряжений и не приводит к появлению трещин и разрушений в изделии. Если же изменение объема вызывает такие внутренние напряжения, которым не может сопротивляться твердеющий цемент, то такой цемент нельзя применять в строительстве.

Если в клинкере, из которого изготовлен цемент, содержалось повышенное количество свободной (пережженной) извести, то такой цемент при твердении в поздние сроки твердения может показать неравномерность изменения объема, связанную с гидратацией и значительным увеличением объема этой извести в затвердевшем цементном тесте, что вызывает большие местные напряжения и приводит к разрушению сооружений.

Испытание на равномерность изменения объема кипячением в воде является оперативным методом контроля качества выпускаемого це-

мента, и в случае неудовлетворительного результата испытания сигнализирует о грубом нарушении технологического процесса производства цемента. Такой цемент по ГОСТ 10178 считают браком, его не разрешается отгружать потребителю.

ГОСТ 310.3 для испытания на равномерность изменения объема цемента предусмотрено изготовление образцов-лепешек из теста нормальной густоты.

**Ход выполнения работы.** Работу выполняют параллельно с работой, описанной в разделе 5.1.4, и проводят следующим образом. Приготавливают замес теста нормальной густоты, как описано в предыдущей работе, и из него скатывают два шарика массой около 75 г. Каждый шарик помещают на предварительно смазанную машинным маслом пластинку из органического или обычного стекла. При несильном постукивании о край стола шарики из теста расплываются по стеклу, образуя лепешки диаметром 7–8 см и высотой в середине около 1 см.

Для придания краям лепешек острой формы их заглаживают влажным ножом от края к середине. Полученные таким образом четыре лепешки надписывают острым предметом по гладкой поверхности или делают надпись на стекле химическим карандашом, после чего лепешки помещают на  $24 \pm 2$  ч в воздушно-влажную среду на полку ванны с гидравлическим затвором (рис. 5.4).

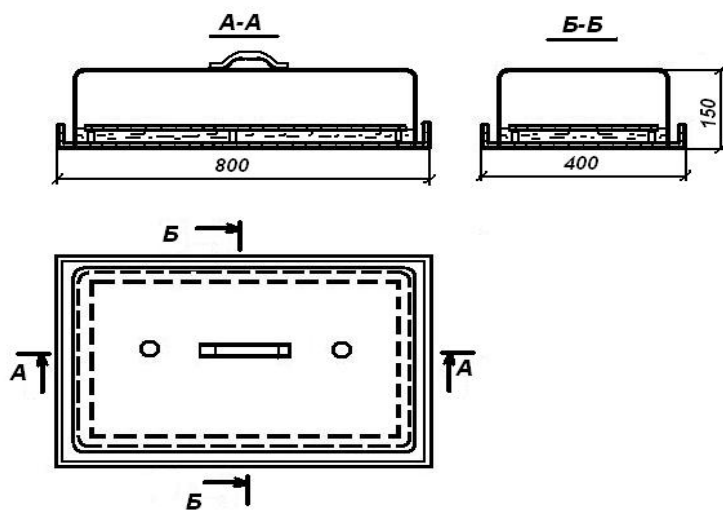
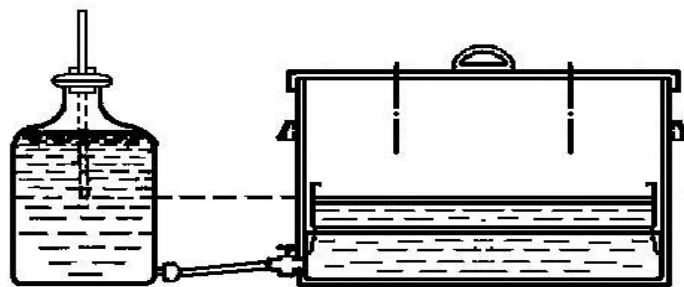


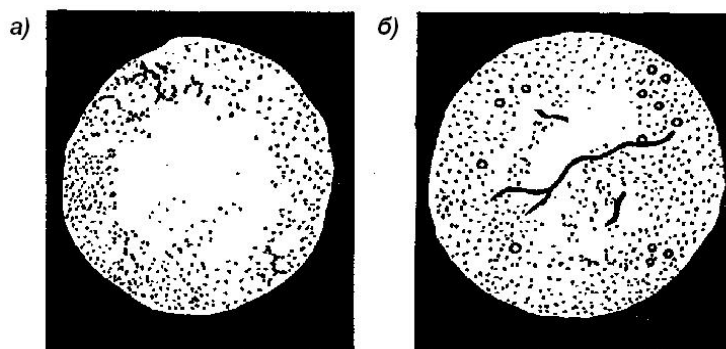
Рис. 5.4. Ванна с гидравлическим затвором для воздушно-сухого хранения образцов

После твердения в течение суток в воздушно-влажной среде лепешки вынимают из ванны, надписывают карандашом и снимают со стекла, слегка постукивая углом стекла о край стола при перевернутой вниз лепешке. После маркировки лепешки помещают в воду на решетку пропарочной камеры, схематически показанной на рис. 5.5.

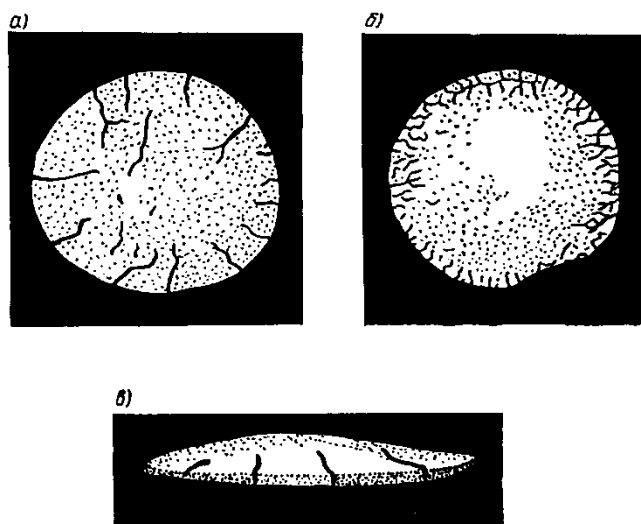


*Рис. 5.5. Пропарочная камера*

Слой воды над лепешками во время пропаривания должен сохраняться постоянным, равным 6–7 см. Пропарочную камеру помещают на газовую горелку или электрическую плитку со скрытой спиралью, за 30–45 мин доводят воду до кипения и поддерживают кипение в течение 3 ч, после чего нагревательный прибор выключают. Остывшие в воде лепешки выгружают из пропарочной камеры и осматривают.



*Рис. 5.6. Внешний вид лепешек, выдержавших испытание: а – недеформированные лепешки; б – трещины усыхания*



*Рис. 5.7. Внешний вид лепешек, не выдержавших испытание: сверху – радиальные трещины, доходящие до края лепешки, и частичное разрушение; внизу – искривление лепешки*

На рис. 5.6, *а* показаны лепешки, выдержавшие испытание на равномерность изменения объема кипячением. На рис. 5.7, *б* видны трещины усыхания, не достигающие до края лепешки, с обратной стороны лепешки трещин не наблюдается; при постукивании таких лепешек друг об друга они издадут звонкий звук.

На рис. 5.7 показаны лепешки, не выдержавшие испытания на равномерность изменения объема. В заключение работы делают выводы о качестве исследуемого цемента по испытанию на равномерность изменения объема.

**Необходимые приборы и материалы** те же, что в работе, описанной в разделе 5.1.4. Дополнительно: стекла размером 150×150 мм для лепешек; ванна с гидравлическим затвором и полками внутри; бачок с крышкой для пропаривания; термометр на 0–100 °С; тренога под бачок.

#### **5.1.6. Определение предела прочности при изгибе и сжатию образцов-балочек, изготовленных из цементных растворов**

Основной механической характеристикой качества полученного цемента являются его прочностные показатели как в тесте 1:0, так и в растворе 1:3 (1 вес.ч. цемента и 3 вес.ч.песка) и бетонах различного состава в стандартные сроки твердения, а также его марка.

Для **составления смеси** применяют нормальный вольский песок, который должен отвечать требованиям ГОСТ 6139-78. Крупность зерен песка должна быть такой, чтобы при просеивании через сито № 09 (64 отв/см<sup>2</sup>) на нем оставалось не более 8 % песка, а при просеивании через сито № 05 (193 отв/см<sup>2</sup>) проходило не более 8 % песка. В нем должно быть не менее 96 % SiO<sub>2</sub> и не более 1 % глинистых, илистых и пылевидных примесей; потеря массы при прокаливании не более 0,3 %.

Согласно ГОСТ 310 испытание прочности гидравлических вяжущих производится на образцах призмах-баночках 40×40×160 мм, изготовленных из раствора 1:3 с водоцементным отношением В/Ц = 0,40.

Разъемные формы (рис. 5.8) для изготовления образцов-балочек (призм) должны изготавливаться из стали и чугуна. Отдельные детали форм для удобства сборки нумеруют. Продольные и поперечные стенки формы должны быть отшлифованы сверху и снизу и плотно прилегать к отшлифованной поверхности поддона.

Согласно стандарту формы проверяют не реже 1 раза в 6 месяцев и результаты проверки заносят в журнал. При отклонении размеров форм от номинальных на ±0,2 мм формы надо изъять из употребления,

Насадки (рис. 5.9, *б*) к формам должны плотно прилегать к верхним граням их стенок.

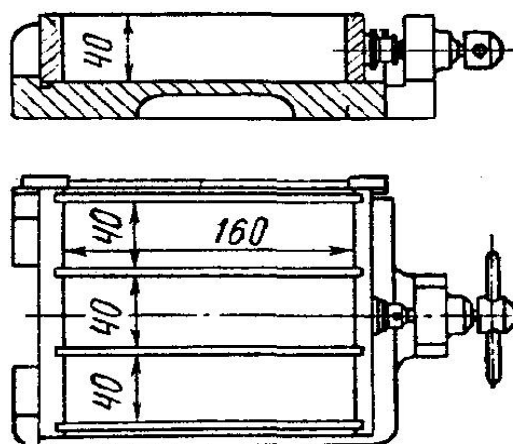


Рис. 5.8. Форма для изготовления образцов-балочек

Перед **приготовлением образцов** внутреннюю поверхность формы и поддона следует слегка смазать машинным маслом, а стыки наружных стенок друг с другом и с поддоном – тонким слоем солидола или другой густой смазкой. После сборки формы смазку, попавшую при сборке внутрь формы, удаляют. На собранную форму устанавливают насадку и стык между формой и насадкой промазывают снаружи густой смазкой.

На каждый намечаемый срок твердения цемента изготавливают по три образца-балочки. Согласно ГОСТ 310 для изготовления трех образцов отвешивают 500 г цемента и 1500 г стандартного вольского песка. Песок и цемент высыпают в сферическую чашку и перемешивают вручную в течение 1 мин, затем вливают воду в количестве, отвечающем нормальной густоте раствора, и снова перемешивают 1 мин. После этого раствор выкладывают в мешалку, перемешивание считается законченным после 20 оборотов мешалки.

Для уплотнения цементного раствора в формах балочек применяют вибрационную площадку, которая должна иметь вертикальные колебания с амплитудой 0,35 мм и частотой 3000 кол/мин. Виброплощадка должна проверяться вместе с формой, заполненной раствором и насадкой.

Подготовленные три формы балочек закрепляют на вибрационной площадке, наполняют примерно на 1 см раствором и вибрируют. Затем в течение 2 мин вибрирования все три гнезда формы равномерно небольшими порциями окончательно заполняют раствором. Через 3 мин от начала вибрации ее выключают. Форму снимают с вибрационной площадки, срезают смоченным водой ножом излишек раствора, зачищают поверхность образцов вровень с краями формы и маркируют их. Образцы в формах хранят  $24 \pm 2$  ч в ванне с гидравлическим затвором, затем образцы осторожно расформовывают и укладывают в ванну или в бассейн с водой в горизонтальном положении таким образом, чтобы они не соприкасались друг с другом. Объем воды в ванне должен быть в

4 раза больше объема образцов. При малом количестве воды концентрация продуктов выщелачивания достигает значительной величины, что отражается на условиях твердения. Вода в ваннах должна меняться через каждые 14 сут. Образцы, не достигшие через  $24 \pm 2$  ч достаточной прочности, разрешается вынимать из форм через 48 ч с указанием этих сроков в рабочем журнале. По истечении срока хранения образцы извлекают из воды и не позднее чем через 10 мин подвергают испытанию по методике, изложенной в разделе 4.5. Перед испытанием образцы следует насухо вытереть. При испытаниях на изгиб наряду со стандартными образцами размерами  $4 \times 4 \times 16$  см в исследовательских работах применяют призмы  $2 \times 2 \times 13$ ;  $4 \times 4 \times 25$ ;  $2 \times 3 \times 25$ ;  $2 \times 2 \times 10$  см и др.

Марки многих вяжущих веществ определяются в соответствии с пределом прочности при сжатии через 28 суток. Однако чтобы избежать задержки материалов на складах заводов-поставщиков, для определения марочной прочности цементов целесообразно использовать различные ускоренные методы.

В настоящее время разработан ряд режимов *ускоренного определения прочности* цементов тепловлажностной обработкой, вызывающей более ускоренное протекание процессов гидратации, образование кристаллогидратов, зарождение кристаллической структуры, ускорение роста и срастания кристаллов между собой, более интенсивный рост цементного камня в целом.

Все ускоренные методы определения прочности цемента, основанные на применении тепловлажностного (пропарочного) режима твердения, можно разделить на две группы. В основу *первой группы* положен переходный коэффициент, который определяют при параллельном испытании цемента по ускоренному и стандартному методам и который используют затем при определении марки цемента. Метод ускоренных испытаний должен быть строго определенным, коэффициент же при значительных изменениях в производственном процессе может быть изменен.

*Другая группа* методов основана на разработке такого режима тепловлажностного твердения и способа изготовления образцов, при которых полученные результаты совпадают или близки к результатам, полученным при стандартных испытаниях. В этом случае переходный коэффициент не используют, так как он равен или близок к единице. При существенном изменении технологии производства (значительное изменение состава сырьевой смеси, топливной шихты и т. д.) может возникнуть необходимость в изменении самого ускоренного метода с тем, чтобы он в изменившихся условиях давал снова результаты, близкие к получаемым по стандартному методу, и, следовательно, не возникло бы необходимости в использовании переходного коэффициента.

Во временных технических условиях на ускоренное испытание портландцементов по методу ЦНИИПС-2 (ТУ 71-50), разработанному И.М. Френкелем, предусмотрено **ускоренное определение активности цемента**, а также марки бетона. Метод предусматривает испытание в цементном тесте 1:0 в образцах-кубиках  $2 \times 2 \times 2$  см, которые после 20 ч хранения во влажной среде пропаривают в формах в течение 4 ч. Параллельно такие же образцы хранят в формах в воде при обычной температуре. По отношению суточной прочности пропаренных образцов к суточной прочности образцов, твердевших при обычной температуре, устанавливают переходный коэффициент от ускоренного испытания к обычному.

При испытании отвешивают 200 г цемента и затворяют его таким количеством воды, которое определяется нормальной густотой по стандарту. Смесь перемешивают фарфоровой или металлической ложкой, энергично растирая массу в течение 5 мин, в результате чего получают равномерно перемешанное тесто. Каждую из двух форм, имеющих по шести ячеек кубической формы с размером ребра 2 см, заполняют тестом и производят его штыкование в каждой ячейке, протыкая 10 раз тесто проволочным стержнем диаметром 3–4 мм и ведя штыкование по периметру ячейки спирально к ее центру. Затем каждую форму устанавливают на встряхивающий столик и встряхивают 25 раз, после чего каждую форму закрывают крышкой и завинчивают крепящие ее болты.

Обе формы с тестом помещают во влажную среду при температуре  $+20 \pm 2$  °С. Через 20 ч одну из форм извлекают и ставят в бачок для кипячения (рис. 5.5) на полку, расположенную выше уровня воды, после чего воду в бачке подогревают. Когда вода в бачке будет доведена до кипения, образцы пропаривают в течение 4 ч, затем форму извлекают из бачка и остужают при комнатной температуре в течение 1 ч. После чего форму разбирают, извлекают кубики, измеряют, взвешивают и испытывают их на сжатие.

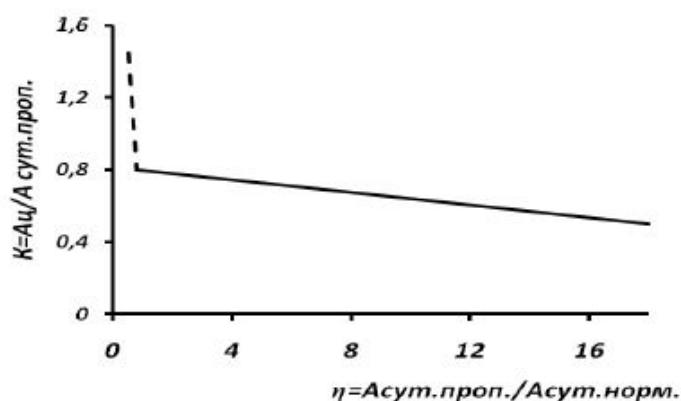


Рис. 5.9. График для определения: переходного коэффициента от ускоренного испытания к нормальному (стандартному)



Одновременно с этим из другой формы извлекают кубики, хранившиеся во влажной среде при температуре  $20 \pm 2$  °С, которые после обмера и взвешивания также испытывают на сжатие. Испытание проводят на прессе небольшой мощности (до 6–10 тс), дающем возможность создавать рост напряжения в испытуемом кубике не более чем в 0,2–0,3 МПа в 1 сек. Кубик устанавливают на одну из боковых граней так, чтобы направление разрушающего усилия было параллельно слою укладки. Образец центрируют относительно направления сжимающего усилия.

Для каждой серии из шести кубиков вычисляют средний предел прочности при сжатии из четырех наибольших результатов.

Из средних результатов испытания пропаренных кубиков ( $A_{\text{сут. проп}}$ ) и не подвергавшихся пропариванию ( $A_{\text{сут. норм}}$ ) выводят отношение:

$$\eta = \frac{A_{\text{сут. проп}}}{A_{\text{сут. норм}}}, \quad (5.2)$$

в соответствии с которым по графику (рис. 5.9) устанавливают переходный коэффициент  $k$  от ускоренного испытания к стандартному.

Приближенное значение активности и, следовательно, марки цемента по результатам ускоренного испытания определяют из формулы

$$M_{\text{ц}} = A_{\text{ц}} = k \cdot A_{\text{сут. проп}}. \quad (5.3)$$

*Недостатком ускоренного испытания* прочности цемента по методу ЦНИИПС-2 является отсутствие точных указаний в отношении режима пропаривания. Поэтому целесообразно использовать специальную камеру с автоматическим регулированием режима пропаривания (подъем температуры, выдержка ее при заданной величине и падение температуры). В противном случае режимы пропаривания могут значительно отличаться друг от друга, что не дает возможности получить правильные показатели относительной прочности.

## 5.2. Физико-химические испытания гипсовых вяжущих

*Гипсовыми вяжущими веществами* называют порошковидные материалы, состоящие из полуводного гипса или ангидрита и получаемые обычно тепловой обработкой двухводного гипса до частичной или полной дегидратации.

Гипсовые вяжущие являются воздушными вяжущими материалами, которые по условиям тепловой обработки, а также скорости схватывания и твердения делят на две группы: низкообжиговые и высокообжиговые.

*Низкообжиговые вяжущие* быстро схватываются и твердеют. Составляют они главным образом из полуводного гипса, полученного тепло-

вой обработкой гипсового камня при температуре 100–180 °С. К ним относятся строительный (алебастр), 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 600–900 °С. К ним относятся ангидритовое вяжущее (ангидритовый цемент), высокообжиговый гипс (эстрихгипс) и отделочный гипсовый цемент.

*Среднюю пробу гипсового вяжущего* для испытаний отбирают в количестве 10–15 кг от партии (размер партии строительного гипса, отправляемых заводами устанавливается в 60 т). Пробу тщательно усредняют и квартованием от нее отбирают 5–7 кг для дальнейших физико-механических испытаний и химического анализа; вторую часть пробы хранят как арбитражную при  $20 \pm 3$  °С.

### 5.2.1. Определение тонкости помола гипсового вяжущего

*Тонкость помола* устанавливают на предварительно высушенной в сушильном шкафу при  $50 \pm 5$  °С в течение 1 ч пробе гипса. Для этого с точностью до 0,1 г отвешивают 50 г гипса и навеску переносят на контрольное сито № 02 (размер отверстий в свету 0,2 мм), расположенное на поддоне, накрывают сито крышкой и помещают в прибор для механического просеивания. После 5–7-минутного просеивания прибор останавливают, осторожно отделяют доньшко и ссыпают с него прошедший через сито гипс. Для уменьшения забивания сетки сита при дальнейшем просеивании сетку с обратной стороны осторожно прочищают мягкой кисточкой над бумагой, после чего продолжают просеивание.

Контрольное просеивание производят при снятом доньшке на бумагу. Просеивание считают законченным, когда через сито в течение 1 мин при ручном просеивании проходит не более 0,05 г просеиваемого материала.

Таблица 5.1

*Вид гипсового вяжущего в зависимости от тонкости помола*

Вид вяжущего	Индекс степени помола	Остаток на сите № 02, % не более
Грубого помола	I	23
Среднего помола	II	14
Тонкого помола	III	2

Тонкость помола рассчитывают с точностью до 0,1 % по формуле (5.1) или как удвоенное количество (при навеске  $50 \pm 0,05$  г) остатка

на сите в процентах к исходной навеске; результат записывают в лабораторный журнал.

По тонкости помола гипсовые вяжущие делят на три вида в зависимости от остатка на сите № 02 (табл. 5.1).

### **5.2.2. Определение удельной поверхности гипсового вяжущего**

Для этого предварительно высушенное при  $50 \pm 5$  °С в течение 1 ч гипсовое вяжущее исследуют *по методу воздухопроницаемости* при атмосферном давлении в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору АДП-1 или ПСХ-2.

Для расчетов навески принимают значения плотности, г/см<sup>3</sup>: гипсового сырья 2,3, строительного и формовочного гипса 2,65 и технического гипса 2,75.

Подробно методика определения удельной поверхности порошкообразных материалов изложена в разделе 2.7.1.

### **5.2.3. Определение нормальной густоты (стандартной консистенции) гипсового теста**

Гипсовое тесто – пластичная тестообразная масса, состоящая из тонкомолотого гипсового вяжущего и воды.

*Сущность метода* количественной оценки стандартной консистенции (нормальной густоты) гипсового теста состоит в определении диаметра расплыва теста, вытекающего из полого цилиндра без дна (вискозиметра Суттарда). Диаметр расплыва теста стандартной консистенции должен быть равен  $180 \pm 5$  мм. Консистенцию выражают в процентах как отношение массы воды, необходимой для получения теста, к массе гипсового вяжущего.

Перед началом испытаний на стол укладывают квадратный лист стекла размером более 240 мм. Чтобы облегчить измерения, на стекло или бумагу, находящуюся под стеклом, наносят концентрические окружности диаметром от 150 до 220 мм через каждые 10 мм и диаметром от 170 до 190 мм через 5 мм. Цилиндр 1 (рис. 5.10), изготовленный из нержавеющей металла и имеющий полированную внутреннюю поверхность, ставят в центр стеклянной пластинки 2. Внутреннюю поверхность цилиндра и пластинку перед испытанием протирают влажной тканью.

Для определения стандартной консистенции отвешивают 300...350 г гипсового вяжущего и отмеривают 45...55 % воды от массы гипсового вяжущего. Все измерения проводят с погрешностью не более 0,1 %. Воду вливают в чистую чашку и туда же в течение 2...5 секунд вводят отвешенное количество гипсового вяжущего. Полученную массу перемешивают ручной мешалкой в течение 30 с, начиная отсчет от момента всыпания гипсового вяжущего в воду. После окончания перемешивания цилиндр,

установленный в центре стекла, заполняют гипсовым тестом, излишки которого срезают линейкой. Через 45 с, считая от начала всыпания гипсового вяжущего в воду, или через 15 с после окончания перемешивания цилиндр быстро поднимают вверх на высоту 15...20 см и отводят в сторону. Время перемешивания следует строго соблюдать потому, что вязкость гипсового теста быстро возрастает во времени и нарушение продолжительности перемешивания дает искаженные результаты испытания.

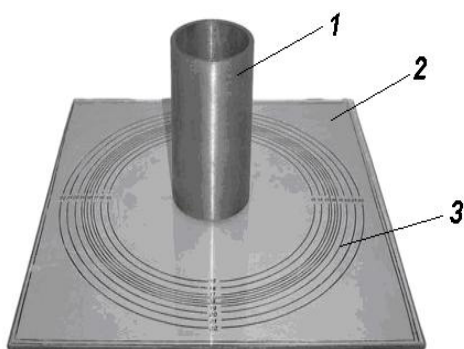


Рис. 5.10. Вискозиметр Суттарда: 1 – цилиндр, 2 – стеклянная пластинка, 3 – концентрические окружности

Диаметр расплыва измеряют непосредственно после поднятия цилиндра в двух взаимно перпендикулярных направлениях с погрешностью не более 5 мм и вычисляют его среднее арифметическое значение. Если диаметр расплыва отличается от  $180 \pm 5$  мм, испытание повторяют с измененным количеством воды, добиваясь требуемого расплыва.

*Нормальную густоту* гипсового теста выражают отношением количества воды на 100 г гипса в процентах.

Теоретически для гидратации полуводного гипса с образованием двуводного необходимо 18,6 % по массе вяжущего вещества. Практически же для получения теста стандартной консистенции по ГОСТ 23789 (нормальная густота) для  $\beta$ -полугидрата требуется 50–70 % воды, а для  $\alpha$ -полугидрата – 35–45 %.

#### **5.2.4. Определение сроков схватывания гипсового теста**

**Сроки схватывания** гипсового вяжущего определяют с помощью прибора Вика с иглой (рис. 5.1) на тесте стандартной консистенции. Для испытания берут 200 г гипсового вяжущего и воду в количестве, соответствующем тесту стандартной консистенции. Гипсовое вяжущее всыпают в воду, одновременно включая секундомер, и производят перемешивание в течение не более 1 мин до получения однородного теста. Вставив в держатель прибора иглу, предварительно проверяют его исправность и нулевое положение иглы при соприкосновении с доньшком, помещаемым под кольцо для теста. Кольцо и доньшко слегка сма-

зывают минеральным маслом. Кольцо заполняют тестом нормальной густоты (стандартной консистенции), как описано выше; кольцо с доннышком 3–5 раз постукивают о край стола (встряхивают) для удаления вовлеченных в тесто пузырьков воздуха и быстро срезают излишек теста ножом. После этого кольцо помещают под иглу прибора, приводят ее в соприкосновение с поверхностью теста в центре кольца, закрепляют стержень стопорным винтом (устройством) и определяют глубину погружения иглы в гипсовое тесто. Определение производят через каждые 30 с, перемещая кольцо так, чтобы игла опускалась в новом, неповрежденном месте. После каждого определения иглу тщательно протирают сухой тряпкой.

*Началом схватывания* считают время, мин, прошедшее с начала всыпания гипса в воду до момента, когда игла не доходит на 1 мм до дна кольца с тестом. *Концом схватывания* считают время, мин, прошедшее с начала затворения до момента, когда игла погружается в гипсовое тесто не более 1 мм.

Результаты определения начала и конца схватывания гипса записывают в лабораторный журнал с точностью до 1 мин  $\pm 30$  с.

В зависимости от сроков схватывания гипсовые вяжущие различают по следующим видам табл. 5.2.

Таблица 5.2

*Вид гипсового вяжущего в зависимости от скорости схватывания*

Вид вяжущего	Индекс сроков твердения	Сроки схватывания, мин	
		начало не ранее	конец не позднее
Быстро твердеющее	А	2	15
Нормально твердеющее	Б	6	30
Медленно твердеющее	В	20	не нормируется

### **5.2.5. Определение предела прочности гипсового вяжущего**

Этот показатель определяют на образцах 4×4×16 см, изготовленных из теста нормальной густоты (стандартной консистенции) на изгиб и сжатие.

*Для изготовления одной формы* из трех образцов навеску гипса в 1–1,5 кг в течение 5–20 с засыпают в чашку с водой, взятой из расчета получения теста нормальной густоты, и перемешивают ручной мешалкой в течение 30 с до получения однородной массы. Последнюю быстро заливают равномерно во все три гнезда формы, предварительно слегка смазанные машинным маслом средней вязкости. Гнезда заливают равномерно тонкой струей, водя чашкой над формой до полного ее заполнения, после чего форму с тестом пять раз встряхивают для удаления вовлеченных пу-

зырьков воздуха, приподнимая за торцы на высоту 8–10 мм над столом и опуская на него. После начала схватывания излишек теста срезают и заглаживают его поверхность ножом, перемещая его по краям формы перпендикулярно поверхности образцов. Формы с образцами хранят на лабораторном столе, не подвергаясь механическим сотрясениям.

Через  $15 \pm 5$  мин после конца схватывания форму раскрывают, образцы вынимают и осматривают. Грани образцов-балочек, находившихся в форме в вертикальном положении и при испытании на прессе прилегающих к специальным пластинкам, должны быть параллельны. При обнаружении дефектов (раковины, сколы) или нарушении параллельности этих граней более чем на 0,5 мм результаты наблюдений записывают в лабораторный журнал.

Через 2 ч с момента изготовления образцы испытывают на изгиб (раздел 4.5), а половинки – на сжатие на гидравлическом прессе с использованием специальных; пластинок размером  $40 \times 62,5$  мм, площадь образца при этом равна  $25 \text{ см}^2$  (раздел 4.3). Результаты испытаний заносят в лабораторный журнал. Предел прочности, МПа ( $\text{кгс}/\text{см}^2$ ), при изгибе рассчитывают по формуле (4.12).

В качестве результирующей принимают среднеарифметическое значение из трех испытанных образцов; предел прочности обломка образца баночки, МПа ( $\text{кгс}/\text{см}^2$ ), при сжатии вычисляют путем деления разрушающего груза, кгс, на площадь образца, испытанного на специальных пластинка площадью  $25 \text{ см}^2$  по формуле (4.8).

Результирующее значение предела прочности при сжатии вычисляют как среднеарифметическое значение из четырех результатов испытания, отбросив большее и меньшее значения.

Полученные средние значения предела прочности гипсового вяжущего на изгиб и сжатие записывают в соответствующие графы табл. 5.3.

Таблица 5.3

*Физико-механические свойства гипсового вяжущего*

№ партии	Дата определения	Тонкость помола по		Нормальная густота теста, %	Сроки схватывания, мин		Предел прочности МПа ( $\text{кгс}/\text{см}^2$ ) при	
		остатку на сите № 02, %	удельной поверхности, $\text{см}^2/\text{г}$		начало	конец	изгибе	сжатию

Результаты определения физико-механических свойств гипсового вяжущего (табл. 5.3) сравнивают с требованиями, приведенными в табл. 5.1–5.4.

Пример условного обозначения гипсового вяжущего, имеющего следующие характеристики: предел прочности при сжатии 4,3 МПа (43 кгс/см<sup>2</sup> и при изгибе 1,9 МПа (19 кгс/см<sup>2</sup>); сроки схватывания: начало – 8 мин, конец – 20 мин; остаток на сите № 02–17 %.

По прочности на сжатие вяжущее отвечает требованию марки Г-4, а на изгиб – марки Г-3 (табл. 5.4); по срокам схватывания соответствует виду нормально схватывающегося; по остатку на сите – вяжущему грубого помола

Таким образом, условное обозначение вяжущего вещества будет Г-ЗБ1.

Таблица 5.4

*Марки гипсового вяжущего в зависимости от прочности образцов размером 4 x 4 x 16 см при изгибе и сжатии после 2 ч твердения*

Марка вяжущего	Предел прочности, МПа (кгс/см <sup>2</sup> ), не менее, при		Марка вяжущего	Предел прочности, МПа (кгс/см <sup>2</sup> ), не менее, при	
	сжатии	изгибе		сжатии	изгибе
Г-2	2(20)	1,2 (12)	Г-10	10 (100)	4,5 (45)
Г-3	3(30)	1,8(18)	Г-13	13 (130)	5,5(55)
Г-4	4(40)	2,0 (20)	Г-16	16 (160)	6,0 (60)
Г-5	5(50)	2,5 (25)	Г-19	19 (190)	6,5 < (65)
Г-6	6(60)	3,0(30)	Г-22	22 (220)	7,0(70)
Г-7	7(70)	3,5 (35)	Г-25	25 (250)	8,0 (80)

Ниже приведены возможные области применения гипсовых вяжущих.

Области применения гипсовых вяжущих	Рекомендуемые марки и виды
Изготовление гипсовых строительных изделий всех видов.	Г-2 – Г-7 всех сроков твердения и степени помола.
Изготовление тонкостенных строительных изделий и декоративных деталей.	Г-2 – Г-7, тонкого и среднего помола, быстрого и нормального твердения.
Производство штукатурных работ, заделка швов и специальные цели.	Г-2 – Г-2,5, нормального и медленного твердения, среднего и тонкого помола.
Изготовление форм и моделей в фарфорофаянсовой, керамической, машиностроительной и других отраслях промышленности, а также медицине для медицинских целей	Г-5 – Г-25, тонкого помола с нормальными сроками схватывания. Г-2 – Г-7, быстрого и нормального твердения, среднего и тонкого помола

### 5.3. Испытание строительной извести

**Строительной воздушной известью** называют продукт, получаемый путем обжига до возможно более полного выделения углекислоты кальциево-магниевого горных пород, содержащих не более 6 % глинистых и песчанистых примесей. Если этих примесей в сырье более 6 %, то получают гидравлическую известь.

Основной компонент воздушной извести – оксид кальция  $\text{CaO}$  с некоторым содержанием оксида магния  $\text{MgO}$ . Воздушная известь в зависимости от содержания  $\text{CaO}$  и  $\text{MgO}$  подразделяется на кальциевую и магнезиальную. В гидравлической извести помимо указанных оксидов присутствуют низкоосновные силикаты и алюминаты кальция. Гидравлическая известь в зависимости от содержания силикатов и алюминатов кальция бывает слабо- и сильногидравлической.

Воздушная известь, которая при получении имеет вид крупных кусков (20...200 мм), называется комовой. Она, активно взаимодействуя с водой, выделяет значительное количество тепла. Вода сильно нагревается и может закипеть (отсюда название известь-кипелка), а куски извести самопроизвольно распадаются (диспергируются) в тончайший порошок (известь-пушонка). При избытке воды образуется известковое тесто. Процесс взаимодействия извести с водой называется гашением, а образующийся продукт – гидратной (гашеной) известью.

Воздушная известь может содержать частицы, не способные к гашению: инертные включения (песок, кусочки шлака и т. п.), «недожог» – остатки  $\text{CaCO}_3$  и  $\text{MgCO}_3$  и «пережог» – спекшиеся и оплавленные частицы. Содержание непогасившихся зерен в извести ограничивается ГОСТ 9179.

В тех случаях, когда негашеную комовую известь не гасят, а размалывают, она называется молотой кипелкой. Гидравлическую известь после обжига всегда подвергают тонкому размолу.

Для всех видов и сортов порошкообразной строительной извести (гидратной, молотой негашеной и молотой гидравлической) степень дисперсности должна быть такой, чтобы проход через сито № 02 и 008 был не менее 98,5 и 85 % массы пробы соответственно.

#### 5.3.1. Отбор средней пробы и подготовка ее для испытания

Размер партии извести, поставляемой заводами, устанавливают в количестве 100 т. Поставка в меньших количествах считается за целую партию.

Для производства испытаний **негашеной комовой извести** от каждой партии отбирают пробы равными количествами не менее чем из 10 разных



мест по всей толщине массы. Общий вес пробы должен быть не менее 20 кг. Пробы молотой негашеной извести при поставке в мешках отбирают из 10 мешков из разных мест штабеля примерно по 2 кг из каждого мешка.

Пробы *гашеной извести (пушонки)* отбирают примерно равными количествами не менее чем из 5 различных мест по всей толще массы: из верхнего, среднего и нижнего слоев извести примерно по 2 кг из каждого места. Общий вес пробы не менее 10 кг.

Отобранную пробу комовой или молотой извести тщательно смешивают, квартуюют и делят на две равные части по 10 кг, а гашеной извести – по 5 кг. Одну из этих частей подвергают испытаниям, а другую (контрольную) помещают в герметически закрываемый сосуд, который опечатывают и хранят в течение 15 сут. на случай арбитражных испытаний.

Пробу *комовой извести* разбивают на куски размером до 2 см, тщательно перемешивают и последовательным квартованием отбирают 500 г, которые измельчают до полного прохождения извести сквозь сито № 09. От просеянной пробы отбирают квартованием около 60 г, затем истирают до полного прохождения через сито № 02. Полученный порошок помещают в герметически закрываемый сосуд и используют для производства химического анализа, определения потери при прокаливании, содержания  $\text{CO}_2$  и времени гашения извести. Остаток пробы хранят в герметически закрытом сосуде.

Пробу негашеной молотой и гидратной извести (пушонки) подвергают тщательному перемешиванию и затем последовательным-квартованием отбирают около 300 г. От полученной пробы вновь отбирают 60 г извести, после чего растирают в ступке до полного прохождения через сито № 02, помещают в герметически закрываемый сосуд и затем используют для различных определений.

Требования, предъявляемые (ГОСТ 9179) к извести (табл. 5.5–5.7), по своему характеру отличаются от требований к другим вяжущим.

### **5.3.2. Определение тонкости помола**

Пробу порошкообразной извести, предварительно высушенную до постоянной массы при температуре 105–110 °С, в количестве 50 г просеивают сквозь сито № 02 и № 008.

Просеивание считается законченным, если при дополнительном просеивании в течение 1 мин сквозь указанное сито проходит не более 0,1 г. Остаток на сите (г), умноженный на 2, соответствует содержанию зерен данной крупности (%).

### 5.3.3. Определение времени и температуры гашения воздушной извести

Это определение производится в сосуде Дюара емкостью 500 мл, который помещают в сосуд большего размера (на 40–60 мм превышающий размеры сосуда Дюара). Пространство между стенками и дном сосуда Дюара и внешнего сосуда заполняют термоизоляционным материалом (асбестовой мелочью, минеральной ватой и т. п.).

**Ход определения:** 10 г измельченной извести помещают в сосуд Дюара, вливают в него 20 мл воды с температурой 20 °С и закрывают пробкой, в которой плотно установлен термометр со шкалой до 150 °С; длина нижней (хвостовой) части термометра 100–150 мм. При этом следят за тем, чтобы ртутный шарик термометра был погружен в реагирующую смесь. Смесь взбалтывают и оставляют в покое. С момента приливания воды через каждые 30 с отмечают температуру гасящейся извести. Наблюдения ведут до достижения максимальной температуры и начала падения ее. За время гашения принимают время от момента приливания воды к извести до начала снижения максимальной температуры.

Время гашения для всех сортов быстрогасящейся негашеной извести должно быть не более 8, среднегасящейся – не более 25 и медленногасящейся – не менее 25 мин.

Таблица 5.5

*Технические условия на негашенную воздушную известь*

Показатели	Известь					
	Кальциевая, сорта			Магнезиальная и доломитовая, сорта		
Содержание активных СаО+МgО в извести, не менее, %: без добавок с добавками	90	80	70	85	75	65
	64	52		64	52	
Содержание активной МgО, не более, %	5	5	5	20 (40)*	20 (40)*	20 (40)*
Содержание СО <sub>2</sub> , не более, %	3	5	8	5	8	11
Содержание непогасившихся зерен в комовой извести, не более, %	7	10	12	10	15	20
Потери при прокаливании, не более, %	5	7	10	7	10	13
Тонкость помола: остаток на сите № 02, не более, %	1	1	1	1	1	1
остаток на сите № 008, не более, %	10	10	10	10	10	10

\*В скобках указано содержание МgО для доломитовой извести

Таблица 5.6

*Технические условия на гидратную известь (пушонку)*

Показатели	Гидратная известь, сорта	
	1	2
Содержание активных СаО+МgО в извести, не менее, %:		
без добавок	67	60
с добавками	50	40
Содержание СаСО <sub>3</sub> , не более, %	3	5
Влажность, не более, %	5	5
Дисперсность:		
остаток на сите № 063, не более, %	2	2
остаток на сите, № 008, не более, %	10	10

Таблица 5.7

*Технические условия на гидравлическую известь*

Показатели	Известь	
	Слабогидравлическая	Сильногидравлическая
Содержание активных СаО+МgО, %:		
не менее	15	1
не более	60	15
Содержание активной МgО, не более, %	5	5
Содержание СО <sub>2</sub> , не более, %	7	5
Потеря при прокаливании, не более, %	9	7
Предел прочности при сжатии образцов, не менее, МПа:		
через 7 суток	2,0	1,0
через 28 суток		5,0
Тонкость помола:		
остаток на сите № 02, не более, %	1	1
остаток на сите № 008, не более, %	10	10

В зависимости от температуры гашения комовая известь делится на низкоэкзотермическую – с температурой гашения ниже 70 °С и высокоэкзотермическую – с температурой гашения выше 70 °С.

**5.3.4. Определение влажности гидратной извести**

**Ход определения:** 10 г гидратной извести (пушонки) помещают в стакан для взвешивания и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 105–110 °С до постоянной массы. Стакан для взвешивания в процессе сушки помещают под воронку. Первое взвешивание производят через каждые 40 мин. Перед взвешиванием стакан с навеской охлаждают в эксикаторе в течение 20 мин.

Влажность извести определяют по формуле:

$$W = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100 \%, \quad (5.4)$$

где  $G$  – навеска извести, г;

$G_1$  – масса извести, высушенной до постоянной массы, г.

### **5.3.5. Определение содержания непогасившихся зерен**

**Ход определения:** навеску известкового теста, соответствующую 1 кг негашеной извести, приготавливают и выдерживают в течение 24 ч, разбавляют водой до консистенции известкового молока и постепенно переносят на сито № 063, одновременно непрерывно промывая навеску слабой струей воды. Остаток на сите высушивают при температуре 100–110 °С до постоянной массы. Полученный остаток (г), деленный на 10, дает содержание (%) непогасившихся зерен.

### **5.3.6. Определение выхода известкового теста**

**Ход определения:** навеску в 5 кг негашеной комовой извести разбивают на куски величиной до 2 см, кладут в предварительно взвешенный деревянный ящик, обшитый изнутри оцинкованной листовой сталью; площадь дна ящика – 1000 см<sup>2</sup>, высота – 40 см.

Известь заливают водой с температурой 15–20 °С; количество воды зависит от скорости гашения извести: при быстрогасящейся извести с высоким содержанием оксида кальция вливается 10–12 л воды, при среднегасящейся извести – вода подается в количестве, потребном для смачивания кусков.

Для полного гашения всех частиц и получения однородного теста известь в процессе гашения перемешивают и по мере надобности доливают небольшими порциями воду, сохраняя избыточный слой ее над уровнем теста высотой не менее 2 см. Для защиты извести от охлаждения ящик при гашении прикрывают крышкой. Через 24 ч крышку снимают, сливают воду и измеряют высоту слоя теста в ящике. Каждый 1 см высоты слоя теста соответствует 1 л теста. Частное от деления объема известкового теста на 5 дает выход теста (л/кг).

Обычно выход известкового теста колеблется в пределах 1,6÷2,5 л/кг извести.

### **5.3.7. Определение объемной массы известкового теста**

Это определение производится путем взвешивания известкового теста в объеме 1 л. Сначала находят массу предварительно высушенного сосуда емкостью 1 л, затем сосуд наполняют при легком встряхивании известковым тестом. Излишек теста срезают ножом вровень с краями сосуда. Сосуд с известковым тестом взвешивают с точностью до 5 г.

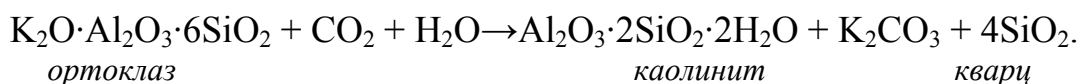
Объемную массу известкового теста определяют как среднее арифметическое из трех взвешиваний сосуда с известковым тестом за вычетом веса самого сосуда. Обычно она составляет 1300 – 1400 кг/м<sup>3</sup>.

#### 5.4. Физико-механические исследования глинистого сырья

*Глинами* называют землистые обломочные горные породы осадочного происхождения, которые состоят в основном из высокодисперсных гидроалюмосиликатов, дающие с водой пластичное тесто, сохраняющее при высыхании форму, и приобретающие после обжига прочность камня.

Кроме пластичных глин в природе встречаются камневидные или сухарные глины, не образующие с водой пластичного теста. Такие глины называют сухарями, кремневками, флинтами и т. п.

Главнейшие первичные породы, из которых образовались глины и каолины – граниты и гнейсы. При выветривании сначала происходит их распад на составляющие минералы – кварц, слюду и полевые шпаты; затем под действием водных растворов углекислоты идет более глубокое разложение двух последних материалов. Полевой шпат, например, разлагается по следующей схеме:



Карбонат калия  $\text{K}_2\text{CO}_3$  как растворимое соединение вымывается; остальные продукты реакции образуют горную породу, называемую каолином.

Кроме каолинита при выветривании полевых шпатов и слюд образуются и другие гидроалюмосиликаты: галлуазит,  $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , пирофиллит  $\text{Al}_2[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_2\text{Al}_2\text{O}_3$ , монтмориллонит  $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ , и монотермит  $0,2\text{R}_2\text{O}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{SiO}_2\cdot 1,5\text{H}_2\text{O}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ .

Монотермит и каолинит слагают огнеупорные глины, монтмориллонит является глинообразующим минералом бентонитов и легкоплавких глин, галлуазит редкая примесь в глинах и каолинах.

Каолины, оставшиеся на месте разрушения первичных горных пород называют первичными в отличие от вторичных, перенесенных водными или воздушными потоками и переотложенных на более или менее далеком расстоянии от места образования.

Огнеупорные глины отличаются от вторичных каолинов большей загрязненностью и более высокой дисперсностью. Так, содержание соединений железа во многих каолинах не превышает десятой доли процента, а в огнеупорных глинах оно доходит до 3–5 %, содержание  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$  и других в каолинах в общей сложности редко достигает 1–1,5 %, в огнеупорных же глинах оно часто составляет 3–4 %.

В каолинах обычно встречаются остатки горных пород, из которых образовался каолинит (кварцевый песок, гравий, полевые шпаты, слюды). Эти примеси не содержатся или содержатся в существенном меньшем количестве в огнеупорных глинах.

#### 5.4.1. Макроскопическое описание глинистого сырья

Макроскопическая характеристика дается на основании осмотра валовой пробы глины с помощью лупы или невооруженным глазом (рис. 5.11).

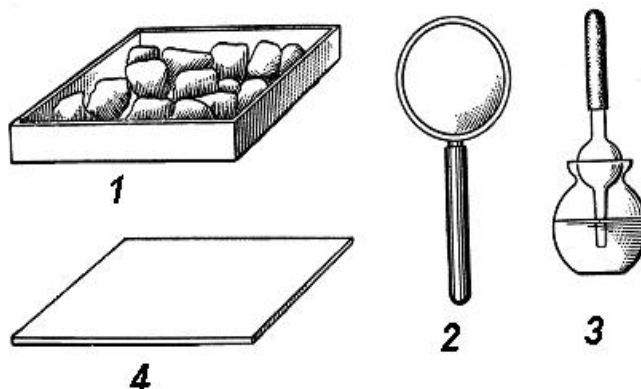


Рис. 5.11. Аппаратура, используемая при составлении макроскопической характеристики глинистого сырья: 1 – проба; 2 – лупа; 3 – раствор 10%-й HCl; 4 – пластинка стекла

При этом отмечают следующие данные: цвет и оттенки (в сухом и влажном состояниях), структура, текстура, наличие известняка и его распределение (вскипание от разбавленной 10%-й HCl), содержание других примесей (слюды, кварца, гипса, пирита, органических включений).

Результаты осмотра записываются по форме табл. 5.8.

Таблица 5.8

#### Макроскопическое описание глинистого сырья

Наименование исследуемого сырья	Цвет	Структура, текстура, запесоченность	Наличие известняка и его распределение (проба 10%-й HCl)	Содержание других примесей
1	2	3	4	5

В гр. 4 отмечается реакция сырья на HCl: «+++» – бурное вскипание; «++» – интенсивное вскипание; «+» – слабое вскипание; «–» – глина не вскипает.

**Цвет.** Окраска глин разнообразна и меняется в зависимости от минерального состава основной массы глин, так называемого пелитового вещества, и присутствия в ней красящих компонентов. Примеси ряда соединений даже в незначительном количестве вызывают изменение основного

цвета глины. Окрашивающими являются тонкодисперсные оксиды и гидрооксиды железа, органические вещества и реже оксиды марганца. Гидрооксиды и оксиды железа окрашивают глины в различные оттенки желтого, красного и фиолетового цветов, оксиды марганца – в бурый цвет. Часто встречаются глины неоднородной окраски – пятнистые, что обуславливается неравномерным распределением в массе глины красящих компонентов.

**Структура и текстура.** Характер строения частиц (зерен) минеральных пород называется структурой, а их взаимное расположение – текстурой.

По структуре различают глины тонкодисперсные, крупнодисперсные, алевритовые, песчаные и разнотекстурные (рис. 5.12).

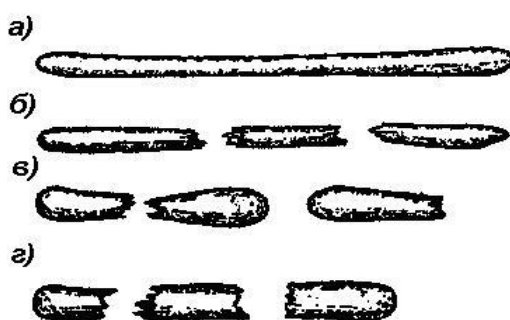


Рис. 5.12. Жгуты из глинистого сырья разной структуры:  
а – тонкодисперсной; б – крупнодисперсной; в – алевритовой; г – песчаной

*Тонкодисперсные глины*, состоящие в основном из частиц менее 0,001 мм, при скатывании из массы в состоянии формовочной влажности (глина, затворенная водой, не прилипает к рукам и металлу) образуют без разрыва сплошности длинные шнуры толщиной менее 0,5 см. При раскатывании влажной глины в руках отдельные частицы ее 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.

*Крупнодисперсные глины* при раскатывании дают более толстые и короткие шнуры. 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 слабошероховатый.

*Алевритовые глины* при скатывании во влажном состоянии дают короткие шнуры. 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 шнуры. Резко ощущается присутствие частиц более 0,01 мм. Излом породы неровный, зернистый.

Текстура глинистых пород (рис. 5.13) бывает трех основных типов: *беспорядочная* (неориентированная) – комковатая, плотная; *микрослоистая* (ориентированная); *флюидальная* (спутанная) – типа сланцеватой.

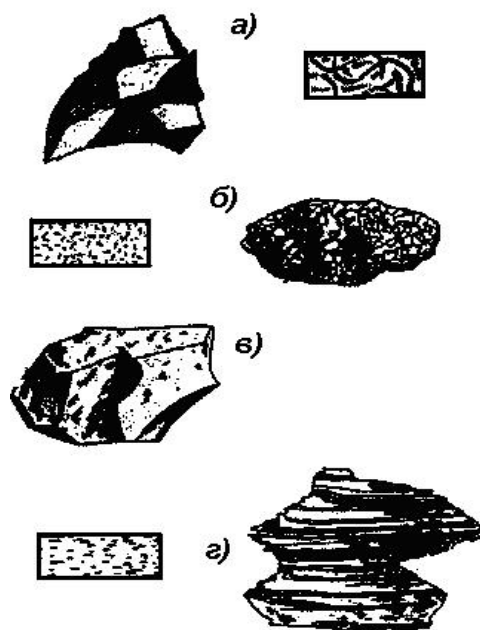


Рис. 5.13. Основные типы текстур глинистых пород: а – сланцеватая; б – комковатая; в – плотная; г – горизонтально-слоистая

При *беспорядочной текстуре* частицы расположены без какой-либо ориентировки. Эта текстура характерна для грубозернистых и реже тонкозернистых пород. Она может быть рыхлой, комковатой и т. п. При *слоистой текстуре* частицы породы располагаются ориентировано, как бы слоями. По характеру и расположению слоев различают текстуры горизонтально-слоистые, косо-слоистые, линзовидно-слоистые и сложные, определяемые сочетанием трех разновидностей слоистой текстуры. *Флюидальная текстура* распространена мало и представляет результат вторичного нарушения слоистой структуры.

#### 5.4.2. Водозатворяемость глинистых материалов

Состояние глиняной пластичной массы, при котором она под воздействием давления руки человека, равного приблизительно 0,1–0,2 МПа, способна изменять свою форму, не прилипая к рукам и к металлу, называют *нормальной формовочной (рабочей) консистенцией*.

Количество воды, которое необходимо для придания керамической массе нормальной рабочей консистенции, называют *формовочной*



*влажностью*. Оптимально подобранная формовочная влажность обеспечивает нормальную работу формовочных агрегатов и получение качественно сформованного сырца. Общее количество воды, содержащееся в рабочей массе, обычно выше для более дисперсных и малозапесоченных глин. Природа глинистого вещества также оказывает существенное влияние на величину формовочной влажности, например у монтмориллонитовых глин она выше, чем у каолинитовых.

Следует различать абсолютную и относительную формовочную влажность.

**Абсолютная формовочная влажность**, или вода затворения (*водозатворяемость*)  $B_3$ , показывает, какое количество воды необходимо добавить к абсолютно сухой глине (в % по массе) для получения пасты нормальной рабочей консистенции. Ее рассчитывают по формуле

$$B_3 = \frac{m_{\phi} - m_c}{m_c} \cdot 100, \quad (5.5)$$

где  $m_{\phi}$  – масса влажной навески глины нормальной консистенции, г;

$m_c$  – масса абсолютно сухой навески глины, г.

**Относительная формовочная влажность**, или *полное водосодержание*  $B_n$  – это все количество воды, содержащееся в пасте нормальной консистенции, % по массе пасты, т. е.

$$B_n = \frac{m_{\phi} - m_c}{m_{\phi}} \cdot 100. \quad (5.6)$$

Иногда в керамической технологии используют понятие **рабочее водосодержание**  $B_p$ , которое показывает количество воды (%), добавляемое к воздушно-сухой глине для получения пасты нормальной формовочной консистенции

$$B_p = \frac{m_{\phi} - m_{bc}}{m_{\phi}} \cdot 100, \quad (5.7)$$

где  $m_{bc}$  – масса воздушно-сухой навески, г.

Зная формовочную влажность, можно рассчитать необходимое количество воды, которое нужно добавить к материалу с известной карьерной или складской влажностью, чтобы получить нормальную рабочую консистенцию глиняной пасты. Если влажность материала (карьерная или формовочная) выражается в относительных величинах, то расчет ведут по формуле

$$G = \frac{P \cdot (B_n - W_k^{отн})}{100 - B_n}, \quad (5.8)$$

если определена абсолютная влажность, то формула такова:

$$G = \frac{P \cdot (B_3 - W_k^{абс})}{100 + B_3} \quad (5.9)$$

где  $G$  – количество воды, которое необходимо добавить к карьерной глине для получения пасты с рабочей влажностью, г;

$P$  – количество карьерной глины, г;

$W_k^{отн}$  и  $W_k^{абс}$  – карьерная влажность глины соответственно в относительных и абсолютных процентах.

Если карьерная влажность выше формовочной, то при расчете величина  $G$  получается отрицательной, это означает, что такое количество воды должно быть удалено (например, сушкой) из глины, чтобы она приобрела нормальную формовочную консистенцию.

**Нормальную рабочую влажность** массы определяют, как правило, наощупь так называемым *органолептическим методом*. Считается, что влажность глины, при которой она способна формоваться под воздействием руки человека и в то же время не прилипать к пальцам и металлу, соответствует формовочной. Точность определения таким методом в значительной степени зависит от субъективных факторов, в результате чего величина формовочной влажности значительно колеблется. Для уменьшения влияния субъективных причин при определении нормальной рабочей влажности глиняной массы используют прибор Вика и некоторые другие приборы, позволяющие оценить физико-механические свойства пластичной массы.

Определение на приборе Вика рекомендуется ГОСТ 310.3 для определения сроков схватывания и нормальной густоты цементного теста (рис. 5.1).

Особенностью использования прибора Вика в данном случае является условие, чтобы общая нагрузка на глиняный образец составляла  $300 \pm 2$  г (обычно масса стержня 265, а иглы – 7,5). В связи с чем в случае необходимости на верхнюю площадку прибора Вика помещается добавочный груз.

**Ход определения:** из глиняной массы, приготовленной шликерным или пластическим способом, формируют в стальной цилиндрической форме образец высотой 50 и диаметром 35 мм. Образец помещают на площадку под иглу прибора Вика, установленного строго горизонтально. Затем иглу опускают до соприкосновения с поверхностью образца, отмечают на шкале положение стрелки – указателя и предоставляют игле возможность свободно погружаться в тело образца. Установлено, что

глиняная масса находится в состоянии нормальной рабочей консистенции, если игла прибора при нагрузке 300 г опустится в испытуемый образец на глубину 30–40 мм в течение 5 мин. Истинный показатель определяется как среднее из трех параллельных испытаний, причем образец каждый раз передвигают, чтобы игла не попадала в прежнее место, а саму иглу после каждого погружения вытирают. Если глубина погружения иглы в образец превышает 40 мм, то массу считают слишком жидкой; если игла погружается не более чем на 30 мм, то массу считают излишне сухой. И в том, и в другом случае глиняную массу необходимо довести до рабочего состояния, либо подсушивая, либо доувлажняя ее и контролируя необходимую консистенцию на приборе Вика.

Количество *воды затворения* и полное водосодержание определяют следующим образом: от тщательно приготовленной керамической массы с нормальной рабочей влажностью, установленной на приборе Вика (при отсутствии его – наощупь), вырезают в пяти – шести различных местах пласта глины кусочки массой по 15–20 г. Каждый из кусочков укладывают на предварительно высушенное и взвешенное часовое стекло или в стеклянную бюксу и взвешивают на технических весах. Затем навески помещают в сушильный шкаф, где высушивают при 105–110 °С в течение 2–4 ч до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе до комнатной температуры навески вновь взвешивают. Рассчитывают абсолютную и относительную влажность глиняных кусочков, воспользовавшись формулами (5.5) и (5.6). Правильность расчетов можно дополнительно проверить исходя из соотношения между относительной  $W_{\text{отн}}$ , и абсолютной  $W_{\text{абс}}$  влажностью:

$$W_{\text{отн}} = \frac{W_{\text{абс}}}{100 + W_{\text{абс}}} \cdot 100; \quad (5.10)$$

$$W_{\text{абс}} = \frac{W_{\text{отн}}}{100 - W_{\text{отн}}} \cdot 100. \quad (5.11)$$

Истинное значение формовочной влажности принимают как среднее арифметическое из 5-6 проведенных определений. Значения отдельных испытаний не должны отличаться от среднего по абсолютной величине более чем на 1 %. В противном случае масса плохо приготовлена и определение следует повторить, предварительно тщательно переработав и промяв глиняный пласт.

**Для испытания необходимы:** прибор Вика; форма стальная цилиндрическая; бюкса стеклянная; тигелек фарфоровый или стекло часовое – 6 шт.; эксикатор; весы технические с разновесом, шкаф сушильный с терморегулятором; щипцы тигельные; секундомер или часы.

### 5.4.3. Пластичность глин

**Пластичность** (от греч. *plastutos* – годный для лепки, податливый) является свойством твердых тел необратимо деформироваться под действием механических нагрузок. Происходящая при этом деформация связана с разрывом некоторых межатомных связей и образованием новых. Под пластичностью затворенных водой глин принято понимать их способность принимать любую форму под действием внешних усилий без разрыва сплошности (образования трещин) и сохранять ее после снятия усилий.

Пластичность глинистых материалов зависит от их минерального состава, дисперсности, формы частиц и некоторых других показателей. Например, пластичность монтмориллонитовых глин выше, чем каолиновых. Установлено, что с повышением дисперсности глинистых материалов их пластические свойства увеличиваются; особо сильно при этом влияет на пластичность глин содержание частиц менее 0,5 мкм. Запесоченность глин способствует понижению их пластичности.

В керамической промышленности многие рабочие процессы связаны с этим свойством глины. Обычно чем выше пластичность глинистых материалов, тем больше их водозатворение. Для получения массы с нормальной рабочей влажностью из таких глин требуется повышенное количество воды. При сушке высокопластичные глинистые материалы труднее отдают влагу, что приводит к увеличению сроков сушки. Кроме того, усадка пластичных керамических масс при сушке выше, чем малопластичных. Связность и связующая способность, а также механическая прочность в высушенном состоянии высокопластичных глин имеют более высокие значения, чем малопластичных.

Для оценки пластических свойств глин и керамических масс предложены различные методики. Некоторые из них, несмотря на отсутствие строго научного обоснования, широко используются в лабораторной практике благодаря своей практической полезности и простоте определения. Ниже приводится стандартный метод определения пластичности, применяемый в заводских лабораториях.

**Определение числа пластичности глин.** По своей физической сущности этот метод основан на определении способности глины связывать воду. Чем пластичнее глина, тем шире интервал влажности, в котором она проявляет пластичность. Верхний предел влажности, при котором глина сохраняет пластические свойства, называют границей текучести  $W_m$ . При больших значениях влажности глиняная масса теряет способность сохранять форму – она течет. Нижний предел влажности глины, обладающей пластическими свойствами, именуют границей раскатывания  $W_p$ . Ниже этого предела глина приобретает хрупкие свой-

ства. Разность между влажностями «границы текучести» и «границы раскатывания» в соответствии с ГОСТ 21216.1 количественно характеризует пластичность и называется числом пластичности  $P$ .

Физическое значение числа пластичности заключается в том, что оно указывает пределы содержания воды, соответствующие пластическому состоянию глиняной массы. Сказанное может быть наглядно проиллюстрировано графиком зависимости напряжения сдвига, характеризующего прочность глиняной массы, от ее влажности (рис. 5.14).

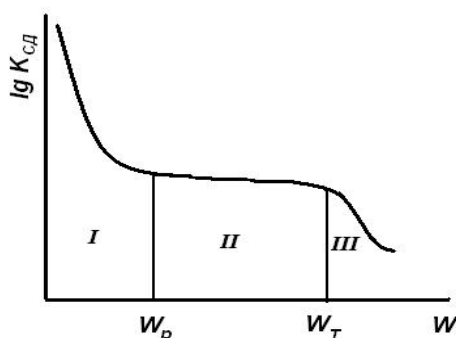


Рис. 5.14. Влияние влажности глины на ее деформативные свойства

При малых значениях влажности глина находится в хрупком состоянии (область I), основной особенностью которого является то, что образец разрушается без изменения своего поперечного сечения и после разрушения система не восстанавливается. В этой области отмечается резкая зависимость прочности глиняных образцов от содержания воды, что связано с адсорбционным расклиниванием глинистых частиц поглощенной влагой. Так лишь мономолекулярный слой адсорбированной воды снижает прочность системы примерно в 1000 раз. При дальнейшем увеличении влажности падение прочности замедляется. В области II под действием больших напряжений наблюдается деформация образцов без разрыва сплошности. Это и есть пластическое состояние, при котором глинистые частицы, обладая достаточными водными оболочками, имеют значительную сдвиговую подвижность, обеспечивающую возможность их взаимного скольжения. Дальнейшее возрастание толщины водных оболочек при увеличении влажности приводит к такому уменьшению сил межмолекулярного притяжения и капиллярного давления, при котором прочность системы падает настолько, что становится неспособной выдерживать действие силы тяжести. Это явление характерно для вязкотекучего состояния (область III).

По значению числа пластичности глины классифицируют в соответствии с ГОСТ 9169 на пять групп (в скобках указано число пластичности):

- высокопластичные (свыше 25),
- среднепластичные (15–25),

- умереннопластичные (7–15),
- малопластичные (3–7),
- непластичные (не образуют пластичного теста).

В соответствии со стандартной методикой (ГОСТ 21216.1) *границу текучести* (верхний предел пластичного состояния) определяют на приборе конструкции А.М. Васильева (рис. 5.15).

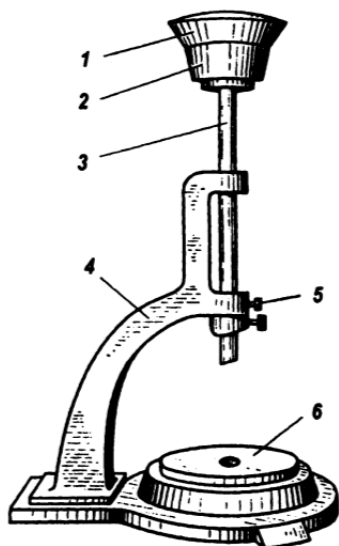


Рис. 5.15. Прибор Васильева для определения границы текучести



Рис. 5.16. Шпатель для разрезания массы

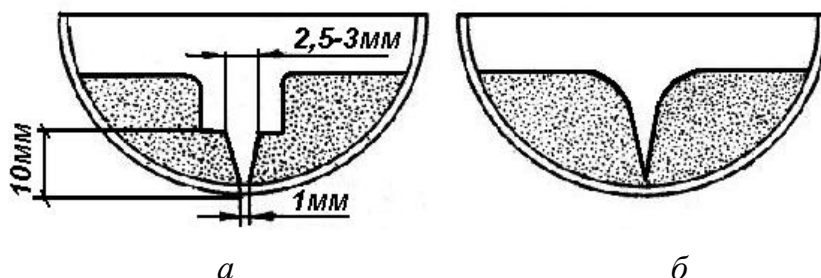


Рис. 5.17. Характер распределения глинистой массы при определении границы текучести: а – контролируемое положение пластичной массы в чашке после разрезания шпателем перед встряхиванием; б – после третьего удара

Прибор состоит из металлической массивной станины 4, в обойме которой может свободно перемещаться в вертикальном направлении цилиндрический стержень 3 длиной 240 и диаметром 12 мм. На стержне укреплен деревянный диск 2 с углублением, в которое устанавливается латунная или фарфоровая чашка 1 массой 58–60 г, диаметром 95 мм и глубиной около 25 мм, закрепляемая специальным резиновым держателем. Дно фарфоровой чашки должно иметь сферическую форму и при освещении электрической лампой просвечиваться. Стержень может быть зафиксиро-

ван с помощью винта 5 на определенной высоте от опорной плиты 6, представляющей собой круг из нержавеющей стали диаметром 100 и толщиной 8–10 мм с резиновой прокладкой толщиной 5–7 мм. Масса падающей части прибора вместе с чашкой должна составлять  $400 \pm 50$  г.

Для испытания из средней пробы берут около 100 г глины, высушивают до воздушно-сухого состояния, разбивают без истирания в фарфоровой ступке и просеивают до полного прохождения через сито № 05 (размер отверстий 0,5 мм). Примерно половину приготовленной таким образом глины помещают в фарфоровую или латунную чашку и постепенно заливают дистиллированной водой при постоянном перемешивании шпателем. Воду добавляют небольшими порциями до получения густой однородной пластичной пасты, несколько более жидкой, чем в нормальном рабочем состоянии. Полученную массу равномерно распределяют по дну чашки слоем толщиной около 10 мм, а затем разрезают до дна специальным шпателем (рис. 5.16) из нержавеющей или никелированной стали по диаметру так, чтобы между двумя равными ее частями образовалась канавка шириной около 3 мм вверху и 1 мм внизу (рис. 5.17, а).

Чашку с глиняной массой устанавливают на верхний диск прибора конструкции Васильева и закрепляют резиновым хомутиком или специальным держателем. Стержень прибора, на котором крепится диск, должен быть поднят на высоту 75 мм от опорной плиты и закреплен винтом-фиксатором. После этого стержень освобождают для того, чтобы он свободно падал на опорную плиту. При ударе масса в чашке встряхивается, и просвет между ее частями уменьшается.

Массу встряхивают трижды, каждый раз просвечивая чашку настольной лампой и наблюдая за величиной просвета. Если после третьего удара разрезанный пласт массы не соединится, в чашку добавляют небольшое количество воды (0,5–1 мл), пасту перемешивают, разравнивают, разрезают шпателем и испытание повторяют. Соединение частей массы с первого или второго удара означает, что паста слишком жидкая. Тогда к массе добавляют 0,5–1 г воздушно-сухой глины, тщательно перемешивают и повторяют испытание. Добавление сухой глины или доувлажнение может быть неоднократным до тех пор, пока не будет достигнута требуемая консистенция пасты, т. е. когда соединение частей пласта на дне чашки на протяжении 10–15 мм по длине разреза так, как показано на рисунке 5.17, б, происходит после третьего встряхивания.

Далее из чашки отбирают примерно половину глиняной массы, помещают ее в предварительно высушенную и взвешенную бюксу или фарфоровую чашечку, взвешивают, высушивают в течение 3 ч в сушильном шкафу при 105–110 °С, охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают. Высушивание повторяют до постоянной массы.

Абсолютную влажность  $W_{\text{абс}}$  рассчитывают с точностью до 0,1 % по формуле:

$$W_{\text{абс}} = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m_0} \cdot 100, \quad (5.12)$$

где  $m_0$ ,  $m_1$  и  $m_2$  – масса соответственно высушенной бюксы, бюксы с высушенной навеской и бюксы с влажной навеской, г.

Для определения границы раскатывания (нижнего предела пластичного состояния) к массе, оставшейся в чашке, добавляют немного (0,5–1 г) сухой глины, смесь тщательно перемешивают, переносят на толстое стекло и раскатывают вручную в жгут диаметром около 3 мм. Если при этой толщине жгут сохраняет вязкость и пластичность, его собирают в комок, проминают и вновь раскатывают до указанного диаметра. Высокопластичные глинистые массы рекомендуется раскатывать предварительно на гипсовой пластине для ускорения потери вязкопластичных свойств. Раскатывание следует вести, слегка нажимая на жгут и не допуская его скольжения по стеклу до тех пор, пока тонкий жгут из подсыхающей массы не начнет рассыпаться на отдельные кусочки длиной 3–10 мм. Эти кусочки собирают в предварительно высушенную и взвешенную бюксу и определяют их абсолютную влажность аналогично определению влажности границы текучести. Число пластичности  $\Pi$  находят по формуле:

$$\Pi = W_{\text{т}} - W_{\text{р}}, \quad (5.13)$$

где  $W_{\text{т}}$  – абсолютная влажность массы, соответствующая границе текучести, %;

$W_{\text{р}}$  – абсолютная влажность массы, соответствующая границе раскатывания, %.

Определение числа пластичности следует вести на двух параллельных пробах: при этом расхождение между результатами испытаний в зависимости от числа пластичности не должно превышать следующих значений:

Число пластичности, %	до 15	1–25	свыше 25
Допускаемое расхождение, %	2	3	4

Если указанное значение расхождения между результатами параллельных определений превышено, то испытание повторяют. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Запись результатов испытания составляют по форме, приведенной в табл. 5.9.



Таблица 5.9

*Определение числа пластичности*

Определение влажности массы на границе	Номер бюксы	Масса бюксы, г			Абсолютная влажность, $W_{абс}$ , %	Число пластичности, П, %	Класс пластичности
		без материала, $m_0$	с влажным материалом, $m_2$	с высушенным материалом, $m_1$			
текучести							
раскатывания							

**Для испытания необходимы:** прибор конструкции Васильева; чашка фарфоровая или латунная; ступка фарфоровая с пестиком; сито № 05; колба на 100 см<sup>3</sup>; шпатель специальный; шпатель металлический; пластина стеклянная размером 250×400 мм; бюксы или фарфоровые тигельки – 6 шт.; весы технические с разновесом; шкаф сушильный с терморегулятором; щипцы тигельные; эксикатор; лампа настольная электрическая мощностью 100 Вт.

#### **5.4.4. Исследование сушильных свойств глинистого сырья**

В процессе сушки изделия из глины дают усадку. Механизм этого явления – сжатие частичек капиллярными силами. Влага, заполняя поры образца из глиняного теста, образует на границе «изделие – воздух» вогнутые мениски. По мере испарения влаги поверхностное натяжение в капиллярах увеличивается и сжимает изделие. Усадка изделия происходит до определенного предела – пока частицы не придут во взаимное соприкосновение, которое сопровождается трением между ними. Когда трение достигает такой величины, которая превосходит силы поверхностного натяжения влаги, дальнейшее уменьшение размеров изделия прекращается, хотя в глине удерживается определенное количества воды (вода пор), условно соответствующее критической влажности материалов. После этого испарение влаги продолжается за счет отступления менисков по капиллярам вглубь материала.

##### *5.4.4.1. Определение чувствительности глин к сушке*

**Чувствительность глин к сушке** определяет способность сырца, отформованного из глины, противостоять без трещин и деформаций внутренним напряжениям, развивающимся в результате удаления усадочной воды. Эта способность численно выражается величиной коэффициента чувствительности.

В процессе сушки изделия из глины дают усадку. Механизм этого явления – сжатие частичек капиллярными силами. Влага, заполняя про-

бы образца из глиняного теста, образует на границе «изделие – воздух» вогнутые мениски. По мере испарения влаги поверхностное натяжение в капиллярах увеличивается и сжимает изделие. Усадка изделия происходит до определенного предела – пока частицы не придут во взаимное соприкосновение, которое сопровождается трением между ними. Когда трение достигает такой величины, которая превосходит силы поверхностного натяжения влаги, дальнейшее уменьшение размеров изделия прекращается, хотя в глине удерживается определенное количество воды (вода пор), условно соответствующее критической влажности материалов. После этого испарение влаги продолжается за счет отступления менисков по капиллярам вглубь материала.

Исследование сушильных свойств глины включает методы определения чувствительности глины к сушке, причем прямых и точных методов этих определений до настоящего времени не разработано.

Для практических расчетов можно пользоваться методами методических указаний 5499, А.Ф. Чижского, М.С. Белопольского.

Определение коэффициента чувствительности глин к сушке по методическим указаниям 5499. Чувствительность глин к сушке определяют отношением величины объемной усадки к объему свободных пор высушенного образца, которое условно называют коэффициентом чувствительности глин к сушке и вычисляют по формуле

$$k_{\text{ч}} = \frac{V_2}{V_1 \cdot \left( \frac{m_1 - m_2}{V_1 - V_2} - 1 \right)}, \quad (5.14)$$

где  $V_2$  – объем образца, высушенного при 20 °С, см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем влажного образца, см<sup>3</sup>;

$m_1$  – масса влажного образца, г;

$m_2$  – масса образца, высушенного при 20 °С, г.

Из средней пробы глины берут навеску около 0,5 кг, высушивают на воздухе, измельчают (не растирая) в фарфоровой ступке и просеивают через сито с размером отверстий 1 мм. Подготовленную таким образом глину замачивают водой до формовочной влажности, перемешивают, покрывают влажной тканью и оставляют на сутки для вылеживания.

Из приготовленной массы формируют образцы размером 50×50×5 мм (по три образца для каждой пробы), которые сразу взвешивают с точностью до 0,1 г и измеряют объем в объемном измерителе (рис. 5.18).

Далее эти образцы высушивают при 20 °С до постоянной массы, взвешивают и измеряют их объем в том же объемном измерителе. Если объемный измеритель заполнен керосином, то высушенные образцы необходимо предварительно до замера насытить керосином. Образцы сначала

заливают керосином на половину их высоты, а при появлении пятна на верхней грани заливают их полностью и выдерживают в течение суток.

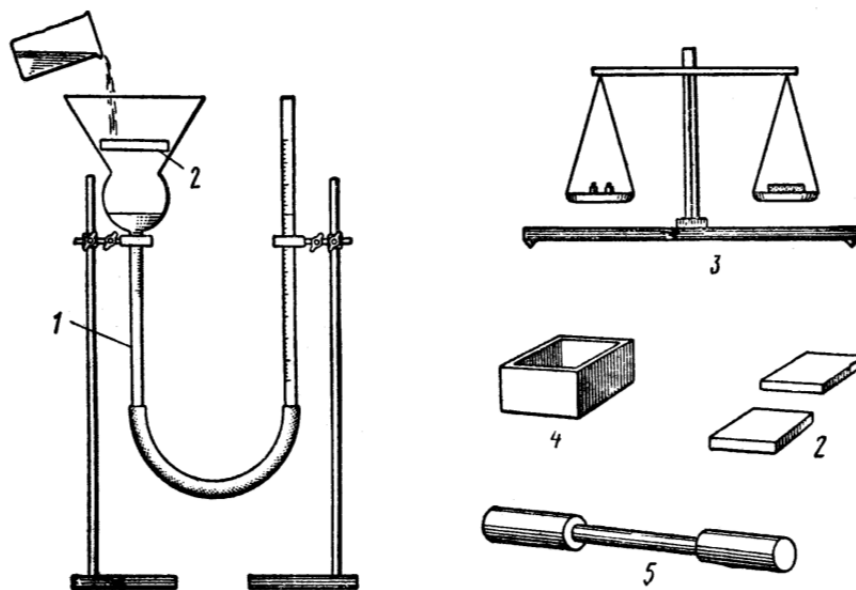


Рис. 5.18. Аппаратура, используемая при определении коэффициента чувствительности глин к сушке по методу ГОСТ 5499-59:  
1 – объемер; 2 – образцы размером 50×50×5 мм; 3 – технические весы;  
4 – форма размером 50×50 мм; 5 – скалка для формовки образцов

Результаты определений записывают по форме табл. 5.10, подсчитывают значение  $k_v$  (среднее из трех определений) и производят классификацию глинистого сырья по отношению к сушке согласно требованиям ГОСТ 5499 или по данным НИИСтройкерамики (табл. 5.11).

Таблица 5.10

Определение чувствительности глин к сушке по ГОСТ 5499-59

Наименование сырья	Номер образца	Объем образца, см <sup>3</sup>		Разница в объеме влажного и высушенного образцов, см <sup>3</sup>	Масса образца, г		Разница в массе влажного и высушенного образцов, г	Коэффициент чувствительности к сушке	
		влажного	высушенного		влажного	высушенного		для каждого образца	средний

Таблица 5.11

Классификация глинистого сырья по сушильным свойствам

Класс сырья	Величина коэффициента чувствительности к сушке	
	по ГОСТ 5499	по данным НИИСтройкерамики
Малочувствительное	< 1	< 1
Среднечувствительное	1–2	1–1,5
Высокочувствительное	> 2	> 1,5

#### 5.4.4.2. Определение воздушной усадки

При сушке керамических изделий их объем сокращается в результате усадки.

**Воздушную линейную усадку** определяют по изменениям линейных размеров образцов при сушке.

Величина воздушной усадки прямо пропорциональна пластичности глин, и косвенно по ее значениям можно судить о сушильных свойствах глинистого сырья. Чем больше величина усадки, тем чувствительнее глина к сушке.

Для глинистых материалов значение воздушной усадки обычно равно 6–10 %. Отопление глин песком, шамотом и т. д. понижает воздушную усадку. Усадочные явления в глинах зависят от их состава и свойств: монтмориллонитовые глины, например, имеют большую усадку, чем каолинитовые; высоко- и среднепластичные глины имеют линейную усадку более 10 %, умереннопластичные – от 6 до 10 %, мало- и непластичные – менее 6 %. Условия сушки также могут оказывать влияние на величину усадки. Так, при медленной сушке в естественных условиях изменение размеров образцов будет больше, чем при искусственной сушке со сравнительно быстрым подъемом температуры.

Воздушную усадку глинистых масс обычно определяют в соответствии с методикой, изложенной в ГОСТ 19609.20. Из пласта глиняной массы в нормальном рабочем состоянии (раздел 5.4.2), раскатанного металлической или деревянной скалкой до толщины 8 мм, вырезают металлической формочкой, смазанной минеральным маслом, плитки размером 50×50 мм. Можно изготавливать образцы в виде прямоугольной призмы размером 60×30×10 мм по ГОСТ 21216.9-81. Образцы незамедлительно раскладывают на покрытом тонкой бумагой листе из стекла, пластмассы или на другой ровной поверхности. На свежесформованные плитки наносят лабораторный порядковый номер и острыми концами штангенциркуля ставят метки (расстояние между метками должно составлять 50 мм), располагаемые по диагоналям, как показано на рис. 5.19.

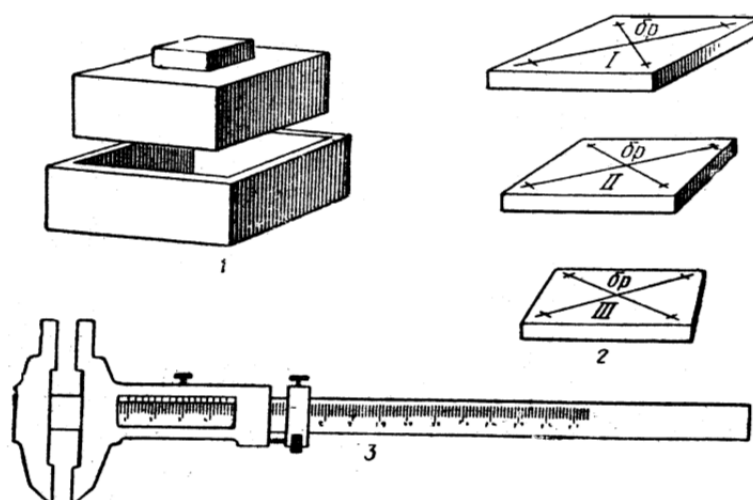


Рис. 5.19. Аппаратура, используемая при определении усадки на образцах-плитках: 1 – форма с выталкивателем; 2 – образцы размером  $50 \times 50 \times 5$  мм; 3 – штангенциркуль

Глубина вдавливания концов штангенциркуля 2–3 мм. После этого образцы подсушивают под стеклянным колпаком в течение 3–4 ч, а затем на воздухе в течение 24 ч. По мере высыхания плитки периодически осторожно переворачивают, не допуская их деформации. После высушивания образцов на воздухе их досушивают в сушильном шкафу при  $105\text{--}110$  °С не менее 1 ч. На высушенных образцах измеряют штангенциркулем расстояние между каждой парой меток. Штангенциркуль должен обеспечивать замер расстояния с погрешностью не более 0,05 мм. Полученные результаты записывают по форме табл. 5.12.

Вычисление линейной усадки (%) производят по формуле:

$$l_{\text{в}} = \frac{d_1 - d_2}{d_1} \cdot 100, \quad (5.15)$$

где  $d_1$  – расстояние между метками на отформованных образцах, мм;

$d_2$  – расстояние между метками на образцах после сушки, мм.

Образцы из высокопластичных чувствительных к сушке глин могут деформироваться в процессе сушки, усадка в разных направлениях образца может оказаться неодинаковой. Поэтому при подсчете средней величины воздушной усадки результаты измерений сильно деформированных образцов следует отбрасывать. За истинный показатель воздушной усадки принимают среднее арифметическое испытаний не менее 10 параллельных образцов. Допустимое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,3 %. Окончательное значение величины усадки обычно округляют до 0,1 %.

Таблица 5.12

*Определение воздушной усадки*

Наименование сырья	Номер образца	Расстояние между метками свежесформованного образца, мм	Расстояние между метками образца в воздушно-сухом состоянии, мм	Воздушная линейная усадка, %	
				для каждого образца	средняя

**5.4.5. Спексаемость глин и керамических масс (температура и интервал спекания)**

Обжиг керамических материалов является заключительной и решающей технологической стадией, определяющей весь комплекс физико-механических и химических свойств керамики, а также получение изделий определенных заданных размеров и форм. В зависимости от состава керамической массы, метода ее подготовки, способа формования полуфабриката и некоторых других факторов керамическое изделие обжигают по различным режимам. Режим обжига включает в себя скорость повышения температуры в разные периоды, максимальную температуру обжига и время выдержки при этой температуре, скорость снижения температуры при охлаждении и характер газовой среды в печи.

Самый важный процесс при обжиге – спекание материала, в результате которого изделия обычно уплотняются и упрочняются. Чаще всего процесс спекания оценивают по изменению плотности обжигаемого материала: спекшимися считают материалы, достигшие в процессе обжига определенного минимального водопоглощения (открытой пористости). Значение допустимого водопоглощения для спекшихся материалов зависит от назначения и характера требований, предъявляемых к соответствующим изделиям. Так, материалы некоторых видов технической керамики считают спекшимися при водопоглощении не более 0,02–0,03 %, а огнеупоры и ряд изделий строительной керамики – при водопоглощении 1 % и более.

Увеличение плотности обжигаемого материала тесно связано с объемными изменениями в образце, а именно: с уменьшением его линейных размеров. Поэтому кривые усадки керамики (т. е. зависимости линейной усадки при обжиге от температуры) должны быть адекватны кривым изменения водопоглощения и кажущейся плотности в зависимости от температуры обжига керамики. На рис. 5.20 показан характерный вид зависимости линейной усадки, кажущейся плотности и водопоглощения керамических материалов от температуры обжига.

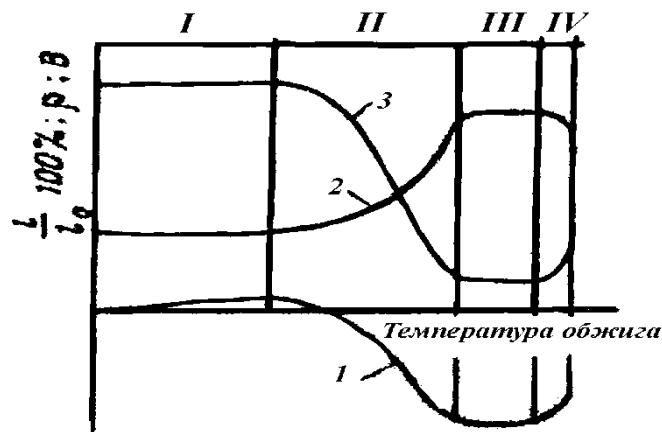


Рис. 5.20. Изменение линейных размеров ( $\Delta l/l_0$ ) 100 % (1), кажущейся плотности  $\rho$  (2) и водопоглощения  $B$  (3) керамики в процессе обжига

Кривые спекания можно разбить на четыре температурных участка. На I участке происходит термическое расширение образца. II температурный участок соответствует процессу спекания – происходит усадка материала, плотность его повышается, а пористость (водопоглощение) снижается; с ростом температуры интенсивность спекания вначале увеличивается, а затем уменьшается. III участок называют интервалом спекшегося состояния. Он соответствует максимальным значениям усадки и плотности спеченного образца. При дальнейшем повышении температуры происходит вспучивание материала (IV участок), плотность его уменьшается за счет увеличения объема пор. Это явление носит название пережога. Довольно часто в этот момент наблюдается деформация изделий, появление на поверхности пузырей, оплавление углов и т. д. Таким образом, интервалу спекшегося состояния соответствует разность между температурами начала пережога и полного спекания. Разность температур от начала спекания (усадки) до начала вспучивания считают интервалом спекания.

Испытания глинистых и керамических масс для определения интервалов спекания и спекшегося состояния позволяют установить оптимальную температуру обжига. По интервалу спекшегося состояния оценивают различные глины с точки зрения пригодности их для производства того или иного вида керамических изделий, подбирают необходимый тип печи для обжига. Так, изделия из глин с малым интервалом спекшегося состояния следует обжигать в печах с равномерным распределением температуры по объему рабочей камеры, иначе одни изделия легко пережечь, в то время как другие будут недожжены.

Спекание глинистых материалов может происходить при различных температурах, в зависимости от этого глины классифицируют по

ГОСТ 9169 на три группы, низкотемпературного – с температурой спекания до 1100 °С, среднетемпературного – от 1100 до 1300 °С и высокотемпературного спекания – свыше 1300 °С.

По степени спекания глины также подразделяют на три группы (ГОСТ 9169): сильноспекающиеся, среднеспекающиеся и неспекающиеся. Сильноспекающиеся глины уплотняются при обжиге без признаков пережога до состояния, соответствующего водопоглощению не более 2 %, причем интервал спекшегося состояния таких глин не менее 50°. Водопоглощение образцов из среднеспекающихся глин в интервале не менее 50° составляет 2–5 %. Неспекающиеся глины невозможно обжечь без признаков пережога до состояния, соответствующего водопоглощению менее 5 %, либо интервал температур, в котором могут быть получены образцы с таким водопоглощением, составляет менее 50°.

Температурный интервал спекания обуславливается в первую очередь химическим и минеральным составом глин. Так, оксид алюминия увеличивает температуру начала и интервал спекания, а оксид кальция, напротив, резко снижает эти показатели. Оксиды щелочных металлов уменьшают температуру начала спекания и способствуют расширению интервала спекшегося состояния. Каолинитовые глины, как правило, имеют более высокий интервал спекания и спекшегося состояния, чем монтмориллонитовые. Запесоченность глин довольно резко снижает их интервал спекания. Интервал спекания легкоплавких глин 50–100°, огнеупорных – до 400°.

#### *5.4.5.1. Лабораторные печи для термообработки и высокотемпературных испытаний силикатных материалов*

В настоящее время сконструировано и описано в литературе большое количество лабораторных печей, используемых как для обжига и плавления при синтезе силикатных материалов, так и для исследования их свойств.

Для лабораторных печей используют различные источники энергии и способы нагревания. Наиболее широкое распространение получили электрические печи сопротивления, обеспечивающие достаточно точное регулирование температуры и соблюдение заданного температурного режима.

**А. Печи с нагревателями из карбида кремния.** Для лабораторных печей широко используют два типа нагревателей из карбида кремния, изготавливаемые соответственно из мелкозернистого и крупнозернистого порошка. Обозначаются эти нагреватели – КЭН А и КЭН БС (ГОСТ 16139).

Нагреватели КЭН А выполняют в виде цилиндрических полых стержней с утолщенными концами. Благодаря этому уменьшается электросопротивление у концов стержней, где расположены контакты,



устраняется перегрев контактов и снижаются теплопотери. Утолщенные концы стержней металлизуют; для подвода напряжения к стержням используют зажимы из тонкой хромистой стали.

Диаметр рабочей части стержней 6–30 мм при длине нагреваемой части 60–800 мм, длина утолщенной части (с каждой стороны) 75–350 мм, мощность 60 Вт–18 кВт.

Технические свойства материала нагревателей КЭН А: удельное электросопротивление обычно 0,1–0,2 Ом-см, максимальная температура нагрева 1500 °С, температурный коэффициент линейного расширения  $(5–6) \cdot 10^{-6}$  °С, допускаемая удельная поверхностная нагрузка 15–20 Вт/см<sup>2</sup>. Температурный коэффициент электросопротивления материала до 900 °С отрицателен. В интервале 900–1400 °С для стержней с удельным электросопротивлением 0,1 Ом-см температурный коэффициент положителен, а для стержней с удельным электросопротивлением 0,2 Ом-см – отрицателен.

Нормальная рабочая температура нагревателей КЭН А 1300°С; при этих температурах нагреватели служат свыше 2000 ч. При повышении температуры до 1350–1400 °С срок службы резко сокращается до 200–400 ч.

Нагреватели КЭН БС изготавливают в виде стержней круглого сечения диаметром 16–60 мм при длине нагревательной части 120–1500 мм и мощности 360 Вт – 60 кВт. Концы стержней пропитывают смесью кремния и алюминия для создания переходного контакта между нагревателем и токоподводом. Длиной пропитанных концов нагревателя регулируют размеры его рабочей части. Нагревательные стержни выполняют составными и несоставными. Для их подключения применяют специальные приспособления с металлическими контактами, которые прижимают к концам нагревателя пружинами. Однако в лабораторной практике токоподводы обычно крепят к нагревателям зажимами из хромистой стали.

Таблица 5.13

*Характеристика нагревателей из карбида кремния*

Технические свойства нагревателей КЭН БС	
Удельное электросопротивление, Ом-см	0,09–0,2
Кажущаяся плотность, г/см <sup>3</sup>	2,2
Максимальная рабочая температура, °С	1500–1550
Температурный коэффициент линейного расширения, град	$(6–6,5) \cdot 10^{-6}$
Допустимая удельная поверхностная нагрузка, Вт/см <sup>2</sup>	15–20

При повышении температуры до 750–800 °С удельное электросопротивление этих нагревателей постепенно снижается, а при дальнейшем нагревании до 1650 °С – повышается. Рабочая температура печи с нагревателями КЭН БС 1350–1400 °С. При этой температуре стержни

служат в течение 2000–5000 ч. При повышении температуры в печи до 1500 °С срок службы нагревателей сокращается до 100–200 ч.

В течение первых 300–400 ч службы нагревателей из карбида кремния при рабочих температурах происходит их старение, обусловленное в основном постепенным окислением карбида кремния до оксида кремния. При этом меняется их структура и электросопротивление, величина которого увеличивается на 25–30 %. Скорость и степень старения нагревателей находятся в прямой зависимости от удельной поверхностной нагрузки.

Нагреватели КЭН БС меньше подвержены окислению, чем КЭН А. Поэтому максимальная температура в печах с этими нагревателями на 50–100 °С выше, чем для КЭН А. В среде инертных газов (гелия, аргона), исключая окисление карбида кремния, нагреватели работают в течение длительного времени (несколько сотен часов) при 1600–1700 °С.

Нагреватели из карбида кремния достаточно устойчивы в воздушной среде, однако очень чувствительны к воздействию ряда агентов. В среде водорода или диссоциированного аммиака нагреватели могут работать при температурах не выше 1300 °С. При более высокой температуре наличие водорода в газовой среде вызывает разрушение нагревателя.

Очень вредное действие на нагреватели оказывает водяной пар при температуре выше 750 °С. Он способствует быстрому окислению нагревателей и резкому снижению их стойкости. Интенсивно разрушают нагреватели фтор, хлор, бром, особенно при температуре выше 700 °С. Оксиды меди, железа, кальция, магния, силикаты, пары металлов взаимодействуют с нагревателями при 1000–1200 °С.

В печах нагреватели устанавливают вертикально или горизонтально таким образом, чтобы их рабочая часть не соприкасалась с огнеупорной футеровкой. При установке стержней необходимо следить, чтобы вольтамперная характеристика нагревателей была одинакова. Менять нагреватели в печи можно только комплектно, проводить замену одного или нескольких стержней без проверки электросопротивления каждого из оставшихся нельзя, так как при разных электросопротивлениях отдельные нагреватели будут испытывать различную тепловую нагрузку, а это значительно снижает их износостойкость и приводит к неравномерному распределению температуры по объему печи.

Нагреватели присоединяют к токоподводящим шинам специальными зажимами последовательно или параллельно. Лучшим является параллельное подключение, при котором допускается разница исходных электросопротивлений нагревателей  $\pm 10$  %. При последовательном подключении нагревателей разница в величинах электросопротивления должна быть не более  $\pm 5$  %. Наиболее распространено комбинирован-

ное включение: нагреватели соединяют группами последовательно по несколько параллельных в каждой группе.

**Б. Электрические криптоловые печи.** Один из наиболее важных показателей криптола как нагревательного элемента для лабораторных печей – малая зольность. Предельным содержанием золы для качественного криптола считают ~ 1 % (криптолом называют угольную крупку, получаемую от дробления лома угольных углеродов или сильно прокаленного нефтяного кокса).

Электросопротивление засыпки криптола зависит от степени уплотнения и размеров его частиц. С повышением степени уплотнения электросопротивление криптоловой засыпки сильно снижается, а при проникании воздуха и обгорании зерен – возрастает. При большом размере зерен электросопротивление засыпки увеличивается, что особенно резко проявляется при 1100–1200 °С.

Для лабораторных печей наиболее пригоден криптол с размером частиц 1–5 мм. При большей крупности необходимо увеличивать сечение каналов для криптола. Если криптол в виде мелких зерен засыпают в печь, то он образует слишком плотную массу, вследствие чего печь разогревается очень медленно. При многократном использовании криптола в печи размеры его зерен постепенно уменьшаются, и вместе с этим изменяется электросопротивление печи и возрастает опасность ошлакования ее частей. Поэтому необходимо примерно через 10 обжигов весь криптол из печи, выбрать и отсеять на сите с отверстиями 1 мм для удаления пыли. Затем добавляют свежую порцию криптола, перемешивают его и снова засыпают в печь.

В связи с высокой огнеупорностью криптола максимальная температура в этих печах определяется огнеупорными свойствами материала футеровки и сосуда, вмещающего криптол. Температура рабочего пространства обычно 1700–1900 °С, но не более 2000 °С.

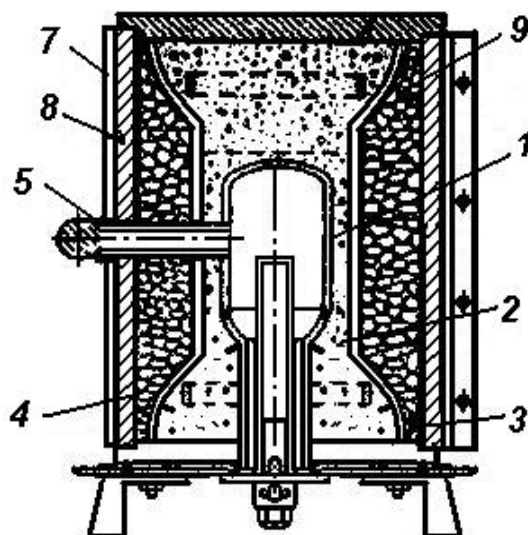
Разогрев криптоловой печи происходит первоначально за счет электросопротивления зерен криптола, а затем преобладающее значение для получения тепла приобретают электрические дуги, возникающие в местах неплотного контакта между отдельными зернами криптола. Нередко эти дуги принимают опасные для печи размеры, особенно, если из-за выгорания и неравномерного оседания засыпки промежутки между зернами криптола увеличиваются до 5–10 мм. Концентрированная теплота, выделяемая электрической дугой, перегревает прилегающие к ней участки футеровки печи и оплавляет их, выводя печь из строя.

При равномерном распределении криптола и достижении температуры красного каления искрообразование постепенно прекращается, вследствие возникновения проводящей газовой среды. От нагревания и

распыляющего действия электрических дуг промежутки между зернами заполняются парами углерода, проводящими электричество, в результате вся засыпка криптола начинает проводить ток.

Криптоловые печи конструируют таким образом, чтобы кольцевой слой засыпки криптола был значительно толще у электродов и тоньше в местах, примыкающих к рабочему пространству печи. Для равномерного обогрева пространства печи необходимо, чтобы кольцевой слой криптола, окружающий рабочее пространство, имел по возможности одинаковое сопротивление как по всей окружности, так и вдоль направления тока. Огнеупорные части печи должны иметь строго определенные геометрические размеры и форму, а слой засыпанного в печь криптола – одинаковую плотность.

По форме рабочего пространства криптоловые печи можно условно разделить на трубчатые вертикальные, муфельные и тигельные. По простоте конструкции, сборки и эксплуатации, а также по длительности службы трубчатые вертикальные печи лучше муфельных, но уступают последним по емкости рабочего пространства.



*Рис. 5.21. Криптоловая печь с боковым смотровым отверстием (печь Илютовича): 1 – наружная жаровая труба; 2 – жаровый колпак; 3, 9 – криптоловместитель; 4 – изоляционная засыпка; 5 – смотровое отверстие; 6 – наружный шамотный корпус; 7 – металлический каркас; 8 – электроды*

Криптолитовые вертикальные печи используют для определения огнеупорности, деформаций под нагрузкой при высоких температурах, обжигов небольших партий лабораторных образцов при различных температурах и опытных плавков различного назначения в тиглях небольшой емкости. Потребляемая мощность в вертикальных криптоловых печах при максимальной температуре нагрева 1750–1800 °С в зависимости от размеров рабочего пространства 10–20 кВт.

При повышенных температурах углерод интенсивно окисляется в воздушной среде, поэтому при работе печи криптол частично выгорает, что ведет к изменению электросопротивления и к местным перегревам. При работе печи создается газовая среда, состоящая из CO, CO<sub>2</sub> и N<sub>2</sub>, которая замедляет дальнейшее выгорание криптола. Поэтому для увеличения срока службы криптола необходимо устранить значительный подсос воздуха в печь через все швы и неплотности. В некоторых случаях для предотвращения окисления и выгорания криптола в печи специально создают инертную газовую среду (чаще всего для этой цели используют азот).

Положительные особенности криптоловых вертикальных печей – простота конструкции, возможность получения высоких температур (до 1800 °С) без специальных мер по созданию защитной среды и использования дорогих материалов. К недостаткам следует отнести трудность регулирования температуры, создание выдержки при температуре обжига, неравномерный нагрев отдельных зон рабочего пространства.

**В. Вакуумные высокотемпературные печи.** Для обжига специальных видов керамики и исследования их разнообразных свойств при температурах выше 1750–1800 °С широко используют печи с вольфрамовыми, молибденовыми и графитовыми нагревателями. В связи с тем, что указанные материалы начинают окисляться в воздушной среде при довольно низких температурах (300–500 °С), работа печей может быть обеспечена лишь при создании высокого вакуума или защитной газовой среды.

Высокотемпературные вакуумные печи предназначены, в основном, для обжига изделий и испытаний материалов в вакууме или среде инертных газов. Печи могут иметь различные размеры рабочего пространства в зависимости от размеров нагревателя и, следовательно, различную мощность. Максимальная рабочая температура, развиваемая такими печами, около 2500 °С.

В настоящее время выпускают и широко применяют в лабораторной практике и в промышленности вакуумные печи типа СШВЛ, достаточно совершенные по конструкции. Эти печи различаются лишь размерами рабочего пространства, мощностью электрической системы и производительностью вакуумной системы. В таких печах возможно кроме ручного управления, автоматическое регулирование температуры по любому заданному режиму.

Подобные установки состоят из печи, систем электрической (понижающий – силовой и регулирующий трансформаторы, вместо регулирующего трансформатора может быть использован регулятор температуры в комплекте с теристорным блоком), вакуумной (вакуумный агрегат – диффузионный насос и вакуумный затвор и механический мас-

ляный насос для создания предварительного разрежения, который подбирают в зависимости от быстроты действия диффузионного насоса); измерения вакуума (вакууметрические лампы ПМТ-2 и ПМИ-2 и вакуумметр ВИТ-3), водяного охлаждения (гребенки для распределения воды, вентили и манометр для измерения ее давления, в печь и в отдельные узлы воду подводят шлангами из плотной резины или дюрита); газовой, обеспечивающей заполнение печи инертным газом (баллон со сжатым газом, редуктор, газопровод и вентили, а также манометр для контроля давления газа в печи); щита управления, на котором расположены пакетники включения печи в вакуумных насосов, а также приборы для измерения силы тока, напряжения и температуры (вольфрамрениевая термопара, установленная в печи, или оптический пирометр частичного излучения).

Срок службы нагревателей из вольфрама или молибдена в вакуумных печах зависит от величины рабочей температуры, степени получаемого вакуума, и иногда от вида обжигаемых материалов. Вакуумные печи, в которых в качестве нагревателя применяют графит, в принципе ничем не отличаются от печей с нагревателями из вольфрама.

В вакуумных печах изделия обжигают в стаканах из листового молибдена или вольфрама толщиной 0,2–0,3 мм. стакан с обжигаемыми изделиями подвешивают внутри нагревателя в его рабочей зоне с помощью вольфрамовой или молибденовой проволоки диаметром 1–1,5 мм.

Сконструировано также большое количество разнообразных установок для исследования свойств керамических материалов, нагреваемых до температуры порядка 2500 °С, что значительно расширило возможности исследования поведения огнеупорных материалов при высоких температурах. Создание вакуумных высокотемпературных установок позволяет исследовать такие важные характеристики керамики, как температурное расширение.

#### *5.4.5.2. Контроль температуры в технологиях силикатных материалов*

В силикатных технологиях при контроле температуры наибольшее распространение получили термоэлектрические термометры (т. н. термопары) и пирометры излучения.

##### *А. Термоэлектрические термометры.*

Измерение температуры термоэлектрическими преобразователями основано на термоэлектрическом эффекте Зеебека: в замкнутой цепи, состоящей из двух или нескольких разнородных проводников, возникает электрический ток, если хотя бы два места соединения (спая) проводников имеют разную температуру.

Цепь, состоящая из двух разнородных проводников (рис. 5.23) называется термоэлектрическим преобразователем (ТЭП). Спай, имеющий температуру  $t$ , называется горячим или рабочим, а второй, имеющий постоянную температуру  $t_0$  – холодным или свободным. Проводники  $A$  и  $B$  называются термоэлектродами. Термоэлектрический эффект объясняется наличием в металле свободных электронов, число которых в единице объема различно для разных металлов. В спае с температурой  $t$  электроны из металла  $A$  диффундируют в металл  $B$  в большем количестве, чем обратно. Поэтому металл  $A$  заряжается положительно, а металл  $B$  отрицательно.

Если для данной термопары найдена зависимость  $E_{AB} = f(t)$ , определяемая градуировкой, то измерение температуры сводится к определению т.э.д.с. термопары.

Для включения измерительного прибора в цепь ТЭП необходимо разорвать электрическую цепь. Сделать это можно в спае с температурой  $t_0$  (рис. 5.22, а) или в одном из термоэлектродов (рис. 5.22, б).

Несмотря на внешнее различие схем, показанных на рис. 5.22, т.э.д.с. развиваемые термоэлектрическими преобразователями ТЭП одинаковы, если температуры  $t$ ,  $t_0$  и температуры концов проводника  $C$  также одинаковы. Из этого следует, что т.э.д.с. ТЭП не изменяется от введения в его цепь третьего проводника, если концы этого проводника имеют одинаковые температуры. На этом основании в цепь ТЭП включают соединительные провода, измерительные приборы и подгоночные сопротивления.

При неравенстве температур концов третьего проводника т.э.д.с. ТЭП уменьшится на величину э.д.с. паразитной пары  $AC$  (рис. 5.22, а) при температурах концов проводника  $t_1$  и  $t'_1$ ,  $t_0$  и  $t'_0$ . Из этого следует, что в цепи ТЭП желательно применять проводники, термоэлектрические свойства которых незначительно отличаются от таковых свойств термоэлектродов термоэлектрических преобразователей.

Как уже говорилось, т.э.д.с. ТЭП является функцией измеряемой температуры лишь при условии постоянства температуры холодного спаея ( $t_0 = \text{const}$ ).

ТЭП градуируют при определенной постоянной температуре холодного спаея (обычно при  $t_0 = 0^\circ\text{C}$ , реже при  $t_0 = 20^\circ\text{C}$ ). При измерениях температура холодного спаея может быть иной ( $t'_0$ ), не равной температуре градуировки. Несовпадение температур  $t_0$  и  $t'_0$  вызывает необходимость внесения поправки. Величину поправки можно получить для данного ТЭП из градуировочной таблицы или при небольших зна-

чениях разности  $t'_0 - t_0$  – из характеристической кривой. При этом можно принять прямолинейную зависимость  $E = f(t)$ .

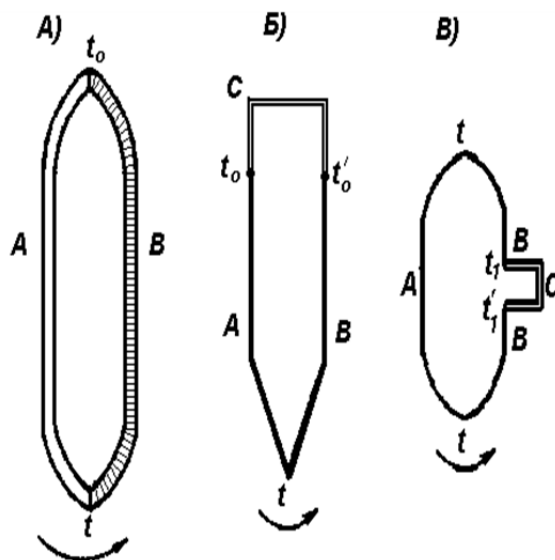


Рис. 5.22. Термоэлектрическая цепь А) из двух проводников, Б) с третьим проводником С, включенным в спай термоэлектродпреобразователя, В) с третьим проводником С, включенным в термоэлектрод термопары

По ГОСТ 3044-77 принято шесть видов технических термоэлектрических преобразователей с металлическими термоэлектродами. Платинородий (90 % платины + 10 % родия) – платиновые ТЭП (тип ТПП имеет градуировку ПП<sub>68</sub>). В зависимости от назначения эти ТЭП разделяют на эталонные, образцовые и рабочие.

Платинородий-платиновые преобразователи надежно работают в нейтральной и окислительных средах, но быстро выходят из строя в восстановительной среде. К недостаткам преобразователей этого типа следует отнести малую т.э.д.с. по сравнению с т.э.д.с. других ТЭП. Диаметр термоэлектродной проволоки, применяемой для ТЭП типа ТПП, составляет 0,3 или 0,5 мм.

Платинородий (30 % родия) – платинородиевый (6 % родия) ТЭП (тип ТПР) имеет градуировку ПР 30/6<sub>68</sub>. Особенностью преобразователя данного типа является то, что он развивает очень малую т.э.д.с. (0,04 мВ при 120 °С и 0,002 мВ при 20 °С), что не требует поправки на температуру холодных спаев.

Хромель-алюмелевый преобразователь (94 % Ni + 2 % Al + + 2,5 % Mn + 1 % SiO<sub>2</sub> + 0,5 % примеси) ТЭП (тип ТХА) имеет градуировку ХА<sub>68</sub>. Эти ТЭП применяют для измерения температур до 1300 °С. Кривая зависимости т.э.д.с. для данного преобразователя близка к прямой. ТЭП типа ТХА хорошо работает в окислительных средах и сравнительно быстро разрушается в восстановительной среде.



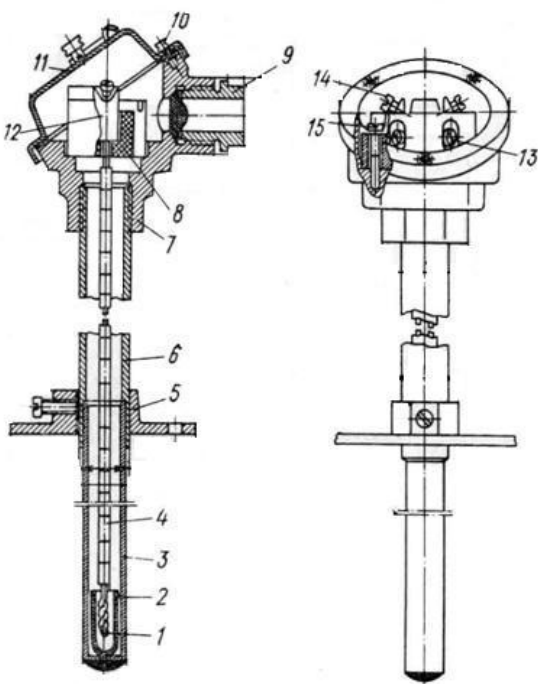
Хромель-копелевый преобразователь (56 % Cu + 44 % Ni) ТЭП (тип ТХК) имеет градуировку ХК<sub>68</sub>. Эти ТЭП развивают наибольшую т.э.д.с. из всех стандартизованных ТЭП, что позволяет изготавливать измерительные комплекты с узкой температурной шкалой, например 0–300 °С.

Стандартные ТЭП типа ТХК и ТХА изготавливают из термоэлектродной проволоки диаметром от 0,7 до 3,2 мм.

Вольфрамрениевый преобразователь (20 % рения, тип ВР-5/20) применяют для измерения температуры до 2300 °С в нейтральной и восстановительной средах, а также для измерения температуры расплавленных металлов.

Иногда применяют и нестандартизованные преобразователи. Из них наиболее широко используют медь-копелевые, железо-константановые и медь-константановые ТЭП. Нестандартизованные ТЭП после изготовления подвергают обязательной индивидуальной градуировке.

Конструктивное оформление термоэлектрических преобразователей разнообразно и зависит главным образом от условий их применения.



*Рис. 5.23. Термопара в защитной арматуре с передвижным фланцем:*

- 1 – горячий спай; 2 – фарфоровый наконечник; 3,6 – защитная трубка;*
- 4 – фарфоровые двухканальные бусы;*
- 5 – передвижной фланец; 7 – корпус головки; 8 – фарфоровая колодка;*
- 9 – штуцер для проводов; 10 – винты;*
- 11 – крышка; 12 – прокладка;*
- 12 – зажимы; 15 – винты для крепления колодки; 14 – винты для крепления проводов; 13 – винты для крепления термоэлектродов в зажимах*

На рис. 5.23 показан ТЭП типичной конструкции. Это термопара с термоэлектродами из благородных металлов, расположенными в составной защитной трубе с подвижным фланцем для ее крепления. Рабочий спай 1 термопары изолирован от трубы фарфоровым наконечником 2. Термоэлектроды изолированы бусами 4. Защитная труба состоит из рабочего 3 и нерабочего 6 участков. Передвижной фланец 5 крепится к трубе винтом. Головка термопары имеет литой корпус 7 с крышкой 11, закрепленной винтами 10. В головке винтами 15 укреплены фарфоровые колодки 8 с «плава-

ющими» зажимами 12, которые позволяют термоэлектродам удлиняться под воздействием температуры без возникновения механических напряжений, ведущих к быстрому разрушению термоэлектродов. Термоэлектроды крепятся к этим зажимам винтами 13, а соединительные провода – винтами 14. Эти провода проходят через штуцер 9 с асбестовым уплотнением.

Как правило, рабочий спай промышленных ТЭП изготавливают сваркой в пламени вольтовой дуги. ТЭП из неблагородных металлов сваривают под слоем флюса, а ТЭП из платиновой группы – без флюса. Пайку применяют только при изготовлении нестандартизованных ТЭП из очень тонкой термоэлектродной проволоки.

**Б. Радиационный пирометр** (рис. 5.24) состоит из телескопа с фокусирующей линзой, корпуса прибора, в который вмонтирован термостолбик, окуляра и милливольтметра.

С помощью окуляра 6 телескоп наводится на раскаленный объект. Линза 1 телескопа концентрирует лучи от раскаленного тела и фокусирует их на термостолбик 2, который представляет собой ряд U-образных термопар. Рабочие (горячие) спаи термопар сплющены, зачернены с одной стороны и наклеены на слюдяную пластинку. Свободные концы термопар, представляющие собой хромелевые и копелевые проводнички диаметром 0,07 мм, выведены попарно к металлическим пластинкам, укрепленным на слюдяном диске зажимом 5 корпуса прибора. Термостолбик помещен в стеклянный баллон 3, покрытый металлическим колпачком 4 с окнами для прохождения лучей.

При наводке пирометра на раскаленный объект металлический колпачок затемняет свободные концы термостолбика. Лучи, сфокусированные линзой, нагревают рабочие спаи термопар, расположенных в термостолбике, и в нем возникает электродвижущая сила, которая фиксируется милливольтметром. По шкале милливольтметра или потенциометра определяют температуру нагретого тела.

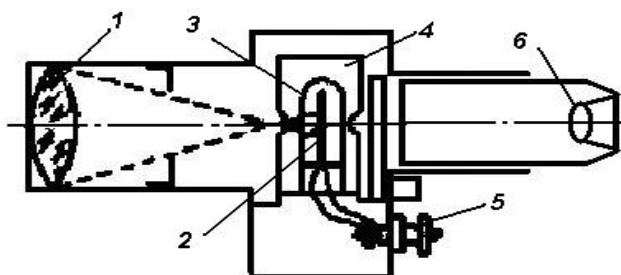


Рис. 5.24. Схема радиационного пирометра

На стационарных радиационных пирометрах типа РПС регистрация показаний осуществляется автоматически и дистанционно за счет панели взаимозаменяемости. В качестве измерительных приборов используются

показывающие, самопишущие, регистрирующие милливольтметры типа ЛГУ, МПБ, ЭРМ-47, КГ, СГ, а также механические и электронные автоматические потенциометры типа СП, ЭП-129, ЭПП-09 и др.

Компенсация температур свободных концов термостолбика производится с помощью специального шунтирующего сопротивления, установленного в приборе. Поэтому проводка от пирометра к измерительному прибору осуществляется медным проводом и никакой компенсации в месте подключения их к потенциометру не требуется.

Радиационные пирометры применяются для измерения температур от 900 до 1800 °С. Градуировка радиационного пирометра производится по излучению искусственного абсолютно черного тела.

При измерении температуры расплава расстояние от объектива телескопа до источника излучения не должно превышать 1 м, иначе часть лучистой энергии поглотится воздухом и содержащимися в нем газами, что приведет к увеличению погрешности измерения. Не следует устанавливать стекла для защиты объектива пирометра от перегрева и пыли, так как это вызывает ослабление потока лучистой энергии и приводит к погрешностям при измерениях температуры.

Уменьшение погрешности измерения обеспечивает правильная наводка пирометра на источник излучения. Правильным считается такое положение пирометра, при котором рабочие концы термостолбика находятся в поле зрения прибора.

Проверка радиационных пирометров производится с помощью модели «черного тела» или раскаленной никелевой пластины. В качестве модели «черного тела» используют керамическую или графитовую калильную пирометрическую трубку, которую нагревают электрическим током, измеряют ее температуру попеременно контрольным оптическим пирометром и проверяемым радиационным. Показания радиационного пирометра сравнивают с показаниями контрольного прибора.

Проверку радиационных пирометров осуществляют прибором, состоящим из никелевой пластины размером 200×100 мм и толщиной 0,15 мм и специального автотрансформатора с плавной регулировкой. Никелевую пластинку зажимают в держателях, которые в процессе опыта охлаждаются водой. К ним подводится переменный ток, который нагревает пластину. Температуру раскаленной никелевой пластинки измеряют одновременно или поочередно контрольным и проверяемым приборами, показания которых сравнивают. В качестве контрольного прибора можно использовать и оптический, и радиационный пирометры.

Радиационный пирометр по сравнению с оптическим является более точным, так как показания его не зависят от субъективных особенностей наблюдателя.

**В. Оптический пирометр** (рис. 5.25) состоит из объектива, лампы накаливания с вольфрамовой нитью, диафрагм, красного светофильтра, окуляра, источника питания и измерительного прибора со шкалой, градуированной в °С.

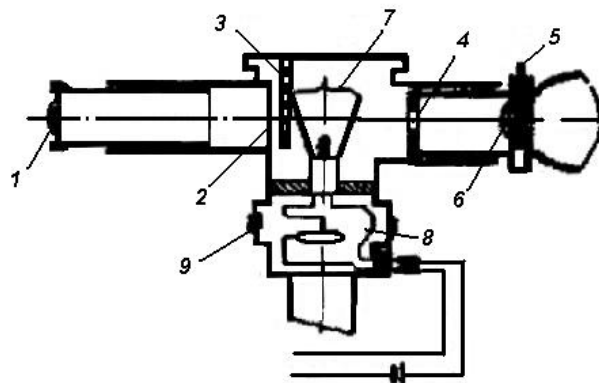


Рис. 5.25. Схема оптического пирометра

Труба объектива и диафрагма 2 вмонтированы в корпус прибора. Объектив снабжен скользящим тубусом, в котором закреплена линза 1. В процессе измерения температуры объектив пирометра наводится на раскаленное тело. Четкость полученного изображения регулируется выдвиганием тубуса, в котором смонтированы линза окуляра 6, красный фильтр 5 и выходная диафрагма 4. Эталонем яркости излучения является фотометрическая лампа накаливания 7, расположенная в корпусе прибора. Внутри лампы находится дугообразная вольфрамовая нить накаливания. Питание лампы накаливания осуществляется постоянным электрическим током через регулировочный кольцевой реостат 8, вмонтированный в корпус пирометра. Ползунок реостата механически связан с поворотным кольцом 9, которое расположено вокруг окуляра прибора. Поворотом кольца производится регулирование силы тока, потребляемого лампой, а также выключение лампы из цепи электрического тока.

Фотометрическая лампа пирометра рассчитана на измерение температур, не превышающих 1400 °С. При измерениях температур свыше 1300 °С перед лампой накаливания устанавливается ослабляющий фильтр 3-дымчатое стекло, обладающее способностью поглощать часть лучистой энергии и снижать яркость излучения. Для установления светофильтра перед лампой накаливания следует повернуть головку прибора.

Для усиления яркости излучения при измерении температур ниже 900 °С применяется красный фильтр.

В оптических пирометрах в качестве измерительного прибора используется вольтметр с двойной температурной шкалой. По нижней шкале измеряют температуры от 700 до 1400 °С, а по верхней – от 1200 до 2000 °С. Вольтметр монтируется в крышке корпуса прибора.

Промышленность выпускает оптические пирометры двух типов: ОППИР-09 и ОППИР-45. В пирометре типа ОППИР-09 источником питания является батарея из двух щелочных аккумуляторов НКН-10 емкостью 10 А·ч каждый. Нормальный зарядный ток 2,5 А, нормальный разрядный ток при 8-часовом режиме разряда 1,25 А, напряжение разряда от 1,3 до 1,0 В. В качестве электролита применяется раствор химически чистого едкого калия в дистиллированной воде. Удельный вес раствора 1,19–1,25. Заряжают аккумулятор постоянным электрическим током не более 2,5 А, напряжением около 1,9–2,0 В. Продолжительность зарядки 6 ч.

Градуировка оптических пирометров производится по излучению абсолютно черного тела.

При измерении температуры включают красный фильтр и телескоп наводят, например, на струю силикатного расплава, вытекающую из вагранки. Наблюдая через окуляр, добиваются четкого изображения нити лампы и раскаленного объекта путем передвижения тубуса объектива. Затем медленно поворачивают кольцо реостата до тех пор, пока вершина дуги раскаленной нити не исчезнет на фоне раскаленного объекта. Затем лампу накаливания выключают.

При измерении температуры оптическим пирометром получают не истинную, а монохроматическую (яркостную) температуру раскаленного тела. Для определения действительной температуры следует вводить поправку на нечерноту излучения.

Абсолютно черные тела излучают энергию волнами всех длин (имеют полный спектр) и полностью поглощают все падающее на них излучение, не пропуская и не отражая его.

Реальные тела относятся к категории оптически серых тел. Излучение серых тел подчиняется тому же закону, что и излучение черного тела, но по абсолютной величине пропорционально меньше для различных длин волн.

Зависимость между интенсивностью излучения и температурой для реальных тел различна и характеризуется коэффициентом степени черноты тела.

Коэффициентом степени черноты тела  $\varepsilon$  называется отношение интенсивности излучения серого тела  $E_T^c$  к интенсивности излучения черного тела  $E_T^ч$ . Степень черного тела при монохроматическом излучении  $\varepsilon_\lambda$  выражается отношением интенсивности излучения реального тела при определенной длине волны  $\lambda$  к интенсивности излучения абсолютно черного тела при той же длине волны.

Сравнение интенсивностей излучения принято производить в области длины волны  $\lambda = 0,65\mu$  (красный свет).

Поправку на нечерноту излучения при определении истинной температуры объекта практически наиболее удобно находить по графику, данному на рис. 5.26.

На горизонтальной оси графика находится точка А, соответствующая  $t_{\text{изм}}$ . Из точки А восстанавливается перпендикуляр до пересечения с кривой (точка Б), отвечающей степени черноты измеряемого тела. Из точки Б проводят линию, параллельную горизонтальной оси, до пересечения с вертикальной осью в точке В. На оси ординат графика отложены величины поправок  $\Delta t$  на нечерноту тела. Величину  $\Delta t$  прибавляют к величине измеренной температуры.

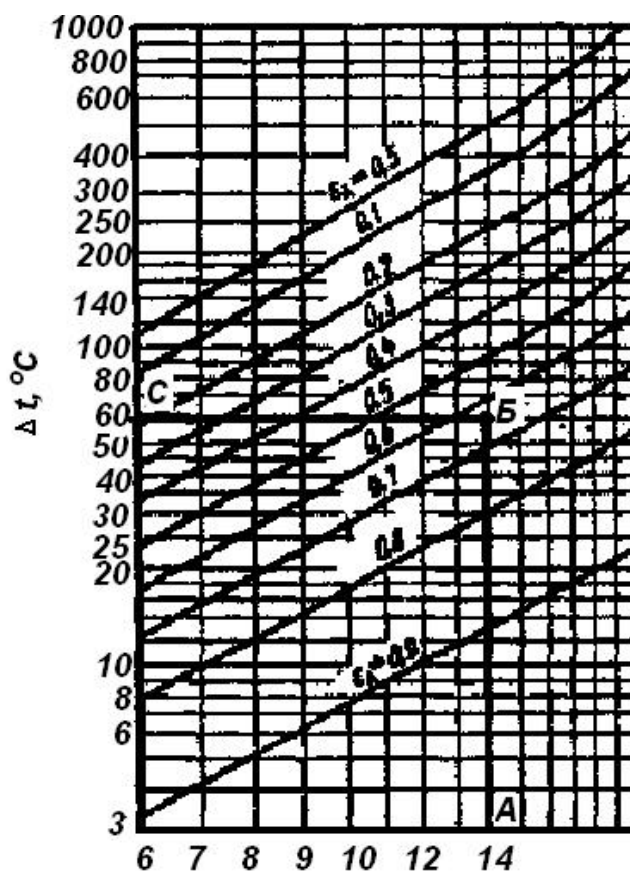


Рис. 5.26. График для определения поправок к температурам, измеренным оптическим пирометром

**Пример.** При измерении температуры расплава оптическим пирометром  $t_{\text{изм}} = 1400$  °С. Так как глаз наблюдателя воспринимает через светофильтр интенсивность излучения тела при волне  $\lambda = 0,65\mu$ , то положительная поправка  $\Delta t$  по графику (см. рис. 5.28) будет равна 60°. Истинная температура расплава равняется

$$T_{\text{изм}} + \Delta t = 1400 + 60 = 1460 \text{ °С.}$$

#### 5.4.5.3. Стандартная методика определения спекаемости глин (ГОСТ 5499-69)

Для определения температуры спекания и интервала спекшегося состояния глин из средней пробы испытуемой глины, затворенной водой и тщательно промятой до состояния нормального теста, изготавливают 25–30 плиток размером 60×30×15 мм. Для формования применяют деревянные формы-рамки, в которые набивают массу. Плитки сушат до содержания остаточной влажности порядка 3–5 %. Испытуемые образцы обжигают при температурах 900, 950, 1000, 1050 °С и т. д. до тех пор, пока после обжига не будут обнаружены признаки пережога (деформация образцов, вспучивание, сильное остеклование и т. д.).

При каждой температуре обжигают не менее трех образцов. Образцы, которые уже были обожжены при какой-то другой температуре, обжигать нельзя. Образцы, как правило, обжигают в силитовых печах или в керосиновом горне. В процессе обжига температуру повышают со скоростью 2° в 1 мин и при конечной температуре выдерживают их в течение 30 мин. Охлаждение естественное, продолжительностью не менее 10 ч. На обожженных образцах определяют водопоглощение, кажущуюся пористость и плотность, линейные размеры. При расчете линейной усадки первоначальной длиной считают расстояние между метками на сухом образце, предварительно нанесенными штангенциркулем на свежееотформованном образце. По полученным данным строят графики зависимости определяемых величин от температуры.

Температуру, при которой водопоглощение достигает величины ниже 5 % для красножгущихся глин и ниже 2 % для беложгущихся, принимают за температуру спекания. Температуру, при которой водопоглощение и линейные размеры образцов начинают возрастать, принимают за температуру пережога. Спекающимися глинами являются такие, которые дают не менее чем в двух температурных точках с интервалом 50° черепок с водопоглощением не более 5 %. Если глины при спекании дают черепок с водопоглощением менее 1 % и кажущейся плотностью ниже 2,2 г/см<sup>3</sup> не менее чем в двух температурных точках с интервалом 50°, то такие глины называют полностью спекающимися.

Неспекающиеся глины, обожженные при нескольких значениях повышающихся температур с интервалом 50°, не дают черепок с водопоглощением ниже 5 % в двух температурных точках без признаков пережога.

Определение спекаемости глин с применением для обжига керосинового горна имеет ряд особенностей, которые следует учитывать. В связи с неравномерностью распределения температуры в рабочем пространстве печи необходимо точное измерение ее в местах установления образцов. В процессе обжига необходимо контролировать режим повышения температуры, газовую среду и тягу.

Необходимость контроля газовой среды в печи объясняется тем, что среда оказывает большое влияние на температуру плавления железистых примесей и, следовательно, на спекание материала. Так, например, при производстве многих спекшихся изделий, а также различных глиняных материалов и изделий, обжиг до 1000 °С следует вести в окислительном пламени, чтобы избежать отложения углерода в образцах при низких температурах и полностью выжечь из них (до закрытия пор) органические примеси. Выше 1000 °С обжиг желателно проводить на нейтральном или слабовосстановительном пламени. При таком пламени обеспечивается более равномерное распределение температуры в печи и улучшается спекание материала.

Использование печей с силитовыми нагревателями дает возможность более точно регулировать режим обжига и в большинстве случаев добиться равномерного распределения температуры по объему рабочего пространства и обеспечить достаточно высокую температуру обжига до 1400–1450 °С. После обжига каждый образец следует тщательно осмотреть, отмечая при этом: местонахождение образцов в печи; цвет и равномерность его распределения по черепку; трещины; изменение формы вследствие различной усадки, что может происходить из-за неравномерного распределения температуры в печи; деформацию или оплавление образцов, связанные с пережогом.

Особенно следует уделять внимание описанию внешнего вида испытуемых образцов, так как это позволяет судить о целом ряде свойств используемого сырья и его пригодности для различных отраслей керамической промышленности. Так, например, для фарфорофаянсовой промышленности требуются глины, черепок которых получается белого или очень близкого к белому цвету без мушек. Для производства лицевого кирпича, плиток для полов и гончарного товара черепок после обжига должен иметь равномерную, приятную для глаза окраску. Для огнеупорных изделий окраска черепка не существенна, изделия могут иметь неравномерную окраску и мушки, а в некоторых случаях даже небольшие выплавки. Деформация обычно связана с большим значением усадки; она является одним из признаков, свидетельствующих о целесообразности отощения глины.

## **5.5. Контроль основных свойств стекла**

### **5.5.1. Общие сведения**

Стеклом называют все аморфные тела, полученные переохлаждением расплава в результате увеличения его вязкости при определенной скорости охлаждения. Способность расплава переходить в кристаллическое или стекловидное (аморфное) состояние зависит главным образом



от химической природы вещества и условий охлаждения. Скорость охлаждения может меняться от весьма малых значений (десятые доли градуса в минуту) до  $10^6$  К/с. Переохлажденный расплав переходит в твердое стекло при вязкости больше, чем  $10^{12}$  Па·с. Вязкость расплавов типичных стеклообразующих веществ на 6–9 порядков больше вязкости типичных кристаллизующихся веществ.

Причину высокой вязкости объясняют взаимодействием между атомами расплавленного вещества. При прочих равных условиях, чем меньше силы взаимодействия, тем меньше вязкость.

Отвердевание охлаждаемого расплава и обратный процесс плавления стекла происходит в определенном для каждого вещества интервале температур постепенно и непрерывно (рис. 5.27). Но определенной температуры затвердевания или плавления стекла не имеют. При охлаждении расплав сначала переходит из жидкого состояния в пластичное (температура  $T_f$ ) затем в твердое стеклообразное ( $T_g$ ). При температуре  $T_f$  (*flussig* – текучий, нем.) текучий расплав приобретает пластические свойства. А при охлаждении до температуры  $T_g$  (*glassforming* – стеклообразующий, нем.) стекло из пластического состояния переходит в твердое аморфное состояние.

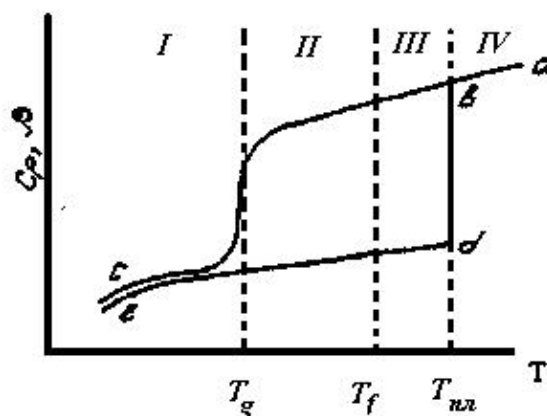


Рис. 5.27. Температурная зависимость свойств: abc – при стекловании расплава; abde – при кристаллизации расплава; I – стеклообразное состояние; II – упруго-вязкое состояние; III – переохлажденная жидкость; IV – расплав

Общей особенностью структуры стекла является ближний порядок в расположении частиц и, как следствие, изотропность свойств. В ненапряженном состоянии свойство стекла не зависит от направления, по которому оно измеряется. Структура стекол, охлажденных с разной скоростью, может быть различной, несмотря на одинаковый химический состав, так как все структурные параметры и большинство свойств стекла имеют статистический характер и зависят от той конфигурации частиц, которая оказалась замороженной при температуре  $T_g$ .

В основу классификации стеклоизделий положены следующие три главных признака:

- область применения или назначение стеклоизделия,
- характер их поверхности,
- род обработки стеклоизделия.

В зависимости от назначения все стекла делятся на три большие группы:

- 1) техническое стекло;
- 2) строительное стекло;
- 3) бытовое стекло.

Каждая группа стекол подразделяется на виды изделий. В группу технического стекла входит лабораторное и оптическое стекло, светотехническое и электротехническое, приборное, защитное, трубное и звукоизоляционное, стекловолокна, стеклоткани, стеклопластики.

К строительному стеклу относятся различные виды листового стекла, оконное и витринное, армированное, узорчатое, архитектурное и скульптурное, стеклоблоки, пеностекло.

Хозяйственная и сортовая посуда составляют группу бытового стекла. Сюда же относится стекло для очков, бытовые зеркала и украшения. Для обработки поверхности стекол применяются различные способы: тепловая и механическая полировка, покрытие поверхности органическими или кремне-органическими пленками, металлизация.

В состав стекол входят оксиды различных элементов, которые в зависимости от их природы и влияния на свойства делятся на кислотные оксиды и оксиды щелочных и щелочноземельных металлов. Кислотные оксиды  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  и т. п. придают стеклу основные качественные признаки и определяют особенности структуры данного класса стекол. Оксиды щелочных  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  и других щелочноземельных металлов  $\text{MgO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{CaO}$  регулируют или модифицируют свойства данного класса стекол. Оксиды по-разному влияют на свойства стекол. Кислотное (за исключением  $\text{B}_2\text{O}_3$ ) повышают вязкость расплава и увеличивают химическую и термическую устойчивость изделий, а оксиды щелочных и щелочноземельных металлов понижают вязкость расплава и химическую устойчивость изделий, одновременно снижается температура варки стекла.

Все стекла в зависимости от химического состава и содержания стеклообразующего оксида делятся на группы: силикатные, содержащие  $\text{SiO}_2$ ; алюмосиликатные, содержащие  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; алюмоборосиликатные ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ) и т. п. Классификация и химический состав стекол приведена в табл. 5.13.

### 5.5.2. Физико-химические свойства стекол

К физико-химическим свойствам стекла (в твердом состоянии) относятся механические, термические, оптические, электрические и химические.

Некоторые свойства стекла могут быть приближенно оценены по методу аддитивности по общей формуле

$$P = \frac{a_1 \cdot p_1 + a_2 \cdot p_2 + \dots + a_n \cdot p_n}{100},$$

где  $P$  – искомое свойство стекла (плотность, предел прочности при растяжении, показатель преломления и т. п.);

$a$  – содержание оксидов, вес.%;

$p$  – коэффициент аддитивности.

Коэффициенты аддитивности приведены в табл. 5.14. Метод разработан Аппеном, Шотгом и Винкельманом.

Таблица 5.14

*Коэффициенты аддитивности оксидов*

Оксиды	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Предел прочности при растяжении, кН/м <sup>2</sup>	Предел прочности при сжатии, кН/м <sup>2</sup>	Модуль упругости, кН/м <sup>2</sup>	Удельная теплоемкость, Дж/кг·К	Коэффициент теплопроводности, Вт/м·К	КТР	Показатель преломления
SiO <sub>2</sub>	2240	882,9	12066,3	588600	712,30	8,7152	0,27	1,475
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2900	637,65	8829,0	784800	879,9	15,1259	0,03	1,46
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2750	490,5	9810,0	981000	817,05	10,6845	1,67	1,49
MgO	3250	98,1	10791	1863900	1026,55	13,3661	0,03	1,77
CaO	4300	1962	1962	1471500	628,5	11,6063	1,67	1,77
BaO	7200	490,5	6376,5	735750	272,35	3,1425	1,0	1,69
ZnO	5940	1471,5	5886,0	981000	439,95	6,9554	0,6	1,68
PbO	10300	245,25	4708,8	706320	226,26	5,3213	1,0	1,79
Na <sub>2</sub> O	3200	196,2	6101,2	519930	1068,45	12,7795	3,33	1,59
K <sub>2</sub> O	3200	98,10	490,5	421830	649,45	6,7822	2,83	1,55

Группа стекла	Наименование стекла	Химический состав стекла в окислах, вес. %														
		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	BaO	ZnO	PbO	ZrO <sub>2</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Техническое	Оптическое: крон К флинтФ	71,0	-	-	-	-	10,1	-	-	18,6	-	-	-	-	0,3	-
		47,0	-	-	-	-	-	-	-	6,35	-	-	46,4	-	0,25	-
	Светотехническое светорассеивающее	72,5	4,5	-	-	-	5,0	-	16,0	2,0	-	-	-	-	-	-
		71,9	-	-	-	-	5,5	3,5	16,1	1,0	2,0	-	-	-	-	-
	Электроизоляционное	75,0	0,5	0,05	-	-	8,5	0,15	15,0	-	-	-	-	-	-	-
		74,0	3,0	-	-	3,0	6,0	4,0	10,0	-	-	-	-	-	-	-
	Медицинское ампульное	72,5	4,0	-	-	6,0	7,0	-	9,0	1,5	-	-	-	-	-	-
		80,2	-	2,4	-	11,6	0,3	0,1	4,1	1,0	-	-	-	-	0,25	-
	Многоциркониевое	Трубное:	61,0	-	1,5	-	-	5,0	-	11,0	2,5	-	-	19,0	-	-
			66,5	11,0	-	-	6,0	8,0	-	6,5	2,0	-	-	-	-	-
73,5		4,5	-	-	12,5	0,5	-	5,5	-	3,5	-	-	-	-	-	
63,5		15,5	-	-	-	13,0	4,0	2,0	-	-	-	-	-	-	2,0	
Строительное	Оконное:	70-72	1,5-2,0	-	-	-	7,5-8,0	3,0-3,5	15,0-15,5	-	-	-	-	-	-	-
		72-73	1,0-1,5	-	-	-	8,5-9,5	2,5-3,5	13,5-14,0	-	-	-	-	-	-	-
	Витринное полированное	72,0	1,45	0,05	-	-	12,6	1,0	12,5	-	-	-	-	-	-	-
		72,5	0,9	0,1	-	-	9,25	3,0	13,5	-	-	-	-	-	-	-
Бытовое	Армированное н узорчатое	74,3	0,98	0,07	-	-	5,61	3,6	14,53	0,93	-	-	-	-	-	
		72,5-73,0	1,5-3,0	-	-	-	6,0-6,5	3,0-3,5	15-16	-	-	-	-	-	-	
	Посудное (сорговое):	68,5	3,5	1,5	-	-	6,8	4,0	14,1	-	-	-	-	-	1,3	
		75,3	0,5	0,05	-	-	7,75	0,5	15,6	-	-	-	-	-	-	
Бытовое выдувное ручной выработки	выдувное механизир. выработки	74,5	0,5	<0,08	-	-	6,5	2,0	15,0	1,0	<0,5	-	37,4	-	-	
		51,8	-	0,04	-	-	-	-	0,7	10,2	-	-	-	-	-	
		78,0	0,5	-	-	-	6,8	-	1,4	13,3	-	-	-	-	-	
Бытовое бесвинцовый хрусталь		78,0	0,5	-	-	-	6,8	-	1,4	13,3	-	-	-	-	-	

### 5.5.2.1. Определение плотности стекла

Плотность стекла рассчитывают по отношению

$$\rho = \frac{m}{V},$$

где  $\rho$  – плотность, кг/м<sup>3</sup>;

$m$  – масса образца, кг;

$V$  – объем, м<sup>3</sup>.

Плотность стекла зависит от химического состава и температуры. Определение производят методом гидростатического взвешивания, изложенным в разделе 3.2, или пикнометрическим (там же) и рассчитывают приближенное значение, используя коэффициенты аддитивности, по формуле:

$$\rho = \frac{100}{\frac{a_1}{\rho_1} + \frac{a_2}{\rho_2} + \dots + \frac{a_n}{\rho_n}},$$

где  $a_1, a_2 \dots a_n$  – содержание оксидов в стекле, %;

$\rho_1, \rho_2 \dots \rho_n$  – коэффициенты аддитивности плотности.

Плотность стекла в зависимости от состава изменяется от 2200 до 6000 кг/м<sup>3</sup>. Для строительного стекла она примерно равна 2500 кг/м<sup>3</sup>, для стекол, содержащих окиси бария, свинца и висмута – 8000 кг/м<sup>3</sup>. С повышением температуры плотность стекла понижается.

### 5.5.2.2. Контроль механических свойств стекла

Механические свойства стекла. К механическим свойствам стекла относят предел прочности при растяжении, сжатии и изгибе, твердость, упругость и хрупкость.

Предел прочности при растяжении определяется минимальным напряжением, вызывающим разрыв образца. Испытание на прочность проводят на разрывных машинах. Разрывное усилие  $F$  относят к сечению стержня в месте разрыва и определяют по формуле

$$P_p = F/S.$$

Предел прочности при разрыве промышленных (отожженных) образцов стекла по сравнению с другими материалами, является очень низким и в зависимости от состава стекла составляет 4–10 кг/мм<sup>2</sup> (40–100 Мн/м<sup>2</sup>).

Предел прочности стекла при разрыве зависит от его тепловой обработки; так, для закаленного стекла он в 3-4 раза больше, чем для

отожженного. С уменьшением длины и сечения образца этот предел прочности возрастает. Например, для стеклянных нитей диаметром 0,1 – 0,03 мм он равен 500–100 Мн/м<sup>2</sup>. Для нитей технического стекловолокна при диаметре менее 8–10 мкм он достигает 5000 Мн/м<sup>2</sup>.

Предел прочности при сжатии определяется наименьшей нагрузкой, которая вызывает разрушение стеклянного образца (кубика) на гидравлических прессах и вычисляется по формуле

$$P_{\text{сж}} = F/S,$$

где  $F$  – сжимающее усилие в момент разрушения образца, н;

$S$  – площадь поперечного сечения образца, м<sup>2</sup>.

Предел прочности стекла при сжатии составляет от 500 до 1500 Мн/м<sup>2</sup>, т. е. выше такового при растяжении в 10–15 раз.

Методика определения прочности при сжатии изложена в разделе 4.3.

Предел прочности при изгибе определяется величиной нагрузки, которую необходимо приложить, чтобы разрушить образец стекла при поперечном изгибе.

Методика испытания стекла на прочность при изгибе предусматривает определение прочности поверхности образца при симметричном изгибе, а также прочности обработанного края при изгибе. Прочность стекла при изгибе близка к прочности его при растяжении и составляет 30–100 Мн/м<sup>2</sup>.

Методику испытания образца методом трехточечного изгиба смотри в разделе 4.5.

Твердость представляет собой сопротивление поверхности стекла проникновению в него при вдавливании другого более твердого тела.

Твердость или прочность поверхности характеризует износоустойчивость стекла и служит важной характеристикой. Твердость стекла определяют методом царапания (шкала Мооса), методом микротвердости и др. Метод царапания является приближенным, сравнительным; величина твердости стекол по этому методу составляет 5–7 единиц. Наиболее распространен метод определения микротвердости на приборе ПМТ-3 по величине диагонали отпечатка алмазной пирамидки (см. раздел 4.6).

Значение микротвердости стекол колеблется в пределах от 400–1000 кг/мм<sup>2</sup> или 4000 – 10000 Мн/м<sup>2</sup>; так, микротвердость кварцевого стекла составляет 12000 Мн/м<sup>2</sup>, а оконного – 6000 Мн/м<sup>2</sup>. По данным Аппена, микротвердость стекла повышается при содержании в нем оксидов лития, бериллия, магния и понижается при введении оксидов натрия, калия, свинца.

Упругостью, или упругой деформацией, стекла называют такую деформацию, которая полностью исчезает после прекращения действия

силы. Удлинение штабика стекла длиной  $l$  и поперечным сечением  $S$ , которое вызывается растягивающей силой  $F$ , равно

$$\Delta l = \frac{F \cdot l}{E \cdot S},$$

где  $E$  – модуль упругости.

Модуль упругости характеризует упругие свойства стекла. Стекло имеет высокий модуль упругости, так как в нем при больших напряжениях отмечаются малые деформации. Значение модуля упругости стекла колеблется в пределах 4500–10000 кг/мм<sup>2</sup> или 45000–100000 Мн/м<sup>2</sup> и более, листового стекла – 6500–7200 Мн/м<sup>2</sup>. Модуль упругости стекла определяют измерением стрелы прогиба образца, лежащего на двух опорах.

Хрупкость стекла служит основным признаком материала. Показатель хрупкости  $n_x$  выражается отношением прочности его при сжатии  $P_{сж}$  к величине работы при ударном разрушении  $A_{уд}$ , т. е.

$$n_x = \frac{P_{сж}}{A_{уд}},$$

где  $n_x$  для различных стекол составляет 10–50.

Прочность стекла на удар, так же как на растяжение и изгиб, низкая, в то время как прочность его при сжатии и микротвердость, напротив, высокие и сравнимы с показателями для кристаллических силикатных материалов.

Техническая прочность стекла при растяжении и изгибе в 100 и более раз ниже теоретической. Полагают, что снижение технической прочности стекла вызывается неоднородностями, разного рода дефектами, особенно на поверхности, которые и образуют механически ослабленные участки. Подвергая поверхность стекла термической и химической обработке, можно значительно повысить прочность стеклоизделий.

### 5.5.2.3. Контроль технических свойств стекол

Теплоемкость различных стекол при обычных температурах колеблется в пределах 400–1000 Дж/кг·град; для строительных стекол она близка к 850 Дж/кг·град. Теплоемкость стекла зависит от состава и температуры; щелочные оксиды и окид цинка понижают, а оксид бария и свинца повышают ее. Теплоемкость хрупкого стекла с повышением температуры изменяется мало и только в интервале размягчения она резко возрастает. Теплопроводность стекла определяют по уравнению

$$Q = \lambda \cdot \tau \cdot S \cdot \frac{\Delta t}{\Delta l},$$

где  $Q$  – количество тепла, проходящего за время  $\tau$  через площадь  $S$  в направлении градиента температуры  $\frac{\Delta t}{\Delta l}$ , взятого нормально к поверхности;

$\lambda$  – коэффициент теплопроводности, Вт/м·град.

Коэффициент теплопроводности для разных стекол находится в пределах 0,7–1,3 Вт/м·град, причем она возрастает с повышением температуры и зависит от состава стекла; наибольшую теплопроводность имеет кварцевое стекло. Для обычных силикатных стекол характерна очень низкая теплопроводность; она примерно в 250–400 раз ниже, чем у металлов, и по сравнению с ними и стекло является как бы теплоизолятором; эта особенность стекла отрицательно сказывается на его термостойкости.

Термическое расширение – увеличение объема или длины образца материала при нагревании. Средним коэффициентом линейного теплового расширения (ТКЛР) называется отношение изменение длины образца к заданному интервалу изменения температуры.

$$\alpha = \frac{l - l_0}{l_0 \cdot (t - t_0)}, \text{ град}^{-1}$$

где  $l$  – длина образца при температуре  $t$ , м;

$l_0$  – длина образца при температуре  $t_0$ , м.

Коэффициент объемного расширения твердых тел при наличии анизотропии расширения кристаллические тела  $\beta = \alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3$ . Для изотропных тел, к которым относятся стекла  $\beta = 3 \cdot \alpha$ .  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  – коэффициенты линейного расширения в трех направлениях.

Коэффициент термического расширения одна из важнейших характеристик стекла. От него зависит термостойкость изделий. Знание точной величины ТКЛР имеет также большое значение при подборе глазурей для керамических изделий, для выбора состава электротехнического стекла, для получения прочного спая стекла с металлом и т. п.

Значение коэффициента термического расширения зависит от состава стекла и изменяется в широких пределах: минимально для кварцевого стекла (около  $5,5 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>), ТКЛР боросиликатных стекол  $5,4 - 5,8 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>, свинцовых  $\sim 9,5 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>, щелочно-известковых до  $15,6 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>. Кислотные оксиды SiO<sub>2</sub>, BO<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> обуславливают понижение ТКЛР, а щелочные Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Li<sub>2</sub>O – повышение его, оксиды щелочноземельных металлов занимают промежуточное положение и по снижающему действию на коэффициент расширения могут быть расположены в ряд:





Значение  $\Delta l$  определяют на дилатометре (рис. 5.28). Образцы *1* испытуемого стекла в виде палочек (длиной  $\sim 50$  и диаметром 3–4 мм) устанавливают в кварцевую трубку *2*, а сверху на образец опускают до упора кварцевый стержень *5*, на верхний конец которого опирается измерительный стержень индикатора *4*. Эту систему помещают в электрическую печь *3*. Температуру в печи измеряют термопарой, а удлинение образца отсчитывают по шкале индикатора *4*.

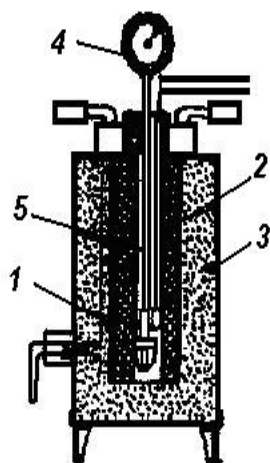


Рис. 5.28. Схема кварцевого вертикального дилатометра

По полученным данным строят кривую удлинения образца при изменении температуры (рис. 5.29). По кривой определяют коэффициент термического расширения, а также температуру стеклования  $t_g$  и температуру размягчения  $t_f$ .

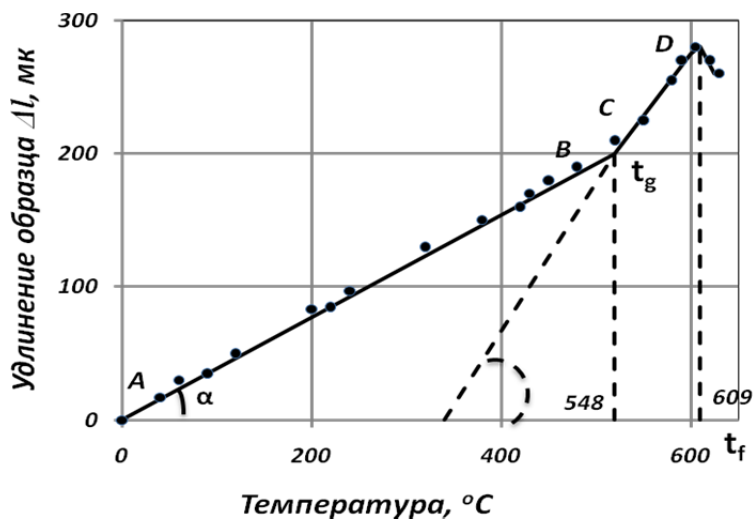


Рис. 5.29. Кривая термического расширения стекла

Средний коэффициент термического линейного расширения  $\alpha_{\text{ср}}$ , является тангенсом угла наклона прямой АВ. За температуру стеклования принимают точку пересечения прямолинейных участков кривых АВ

и СД. Температура начала размягчения стекла соответствует наиболее высокой точке на кривой.

В любом интервале температур средний коэффициент линейного расширения может быть рассчитан по формуле:

$$\alpha_{t_1-t_0} = \frac{\Delta l}{(t_1 - t_0) \cdot l_0} + \alpha_{t_1-t_0}^{\text{КВ}},$$

где  $\Delta l$  – удлинение образца при изменении температур от  $t_0$  до  $t_1$ ,

$\alpha_{t_1-t_0}^{\text{КВ}}$  – значение коэффициента теплового расширения кварцевого стекла в интервале температур от  $t_0$  до  $t_1$ .

Применение поправки на ТКЛР кварцевого стекла диктуется особенностями конструкции кварцевого dilatометра.

Таблица 5.15

*Температурный коэффициент линейного расширения кварцевого стекла*

Интервал температур, °С	$\alpha \cdot 10^7$ , град <sup>-1</sup>	Интервал температур, °С	$\alpha \cdot 10^7$ , град <sup>-1</sup>
100–200	6,3	20–100	5,3
200–300	6,1	20–200	5,9
300–400	5,6	20–300	5,9
400–500	5,0	20–400	5,8
500–600	4,9	20–500	5,7
600–700	3,8	20–600	5,5
700–800	3,0	20–700	5,3

#### 5.5.2.4. Химическая стойкость стекла

Способность стекла противостоять разрушающему действию различных реагентов называется химической устойчивостью. Химическая устойчивость стекла зависит от природы реагента. При взаимодействии воды с поверхностью стекла протекают процессы гидратации, при этом слабосвязанные ионы щелочных металлов могут переходить в раствор, а на поверхности стекла в результате этого образуется защитная пленка геля кремневой кислоты, которая препятствует дальнейшей диффузии воды вглубь стекла.

Химическая устойчивость стекла зависит от природы реагента. Силикатные стекла более устойчивы к кислотам (за исключением фтороводородной и фосфорной), чем к щелочам. Методы определения химической устойчивости стекла делятся на две группы: испытания выщелачиваемости поверхностей образцов или готовых изделий, которые производятся в соответствии с ГОСТом, и испытание проб стекла в виде порошка. Количественной характеристикой химической устойчивости

обычно является величина потерь массы стекла при обработке в стандартных условиях или количество перешедших при этом в раствор щелочей. Если химическую устойчивость стекла определяют порошковым методом Института стекла, то для сравнения химической устойчивости различных стекол их делят по количеству выщелаченной  $\text{Na}_2\text{O}$  (мг) на гидролитические классы: I – не изменяемые водой 0–0,11; II – устойчивые 0,11–0,20; III – твердые аппаратные 0,20–0,87; IV – мягкие аппаратные 0,87–2,0; V – плохие  $>2$ . Большинство бытовых и строительных стекол относятся к III классу, водомерное, термо – и химически стойкие стекла – к I и II классам. С повышением температуры реагента химическая стойкость стекла понижается, а при автоклавной обработке обычные стекла почти полностью разрушаются.

Химическая устойчивость стекла зависит от его состава. Кислотные оксиды ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ) ее увеличивают, щелочные ( $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ), наоборот, резко снижают.

#### *Определение химической устойчивости методом порошка*

Для определения химической устойчивости стекла навеска 100 г дробится в фарфоровой ступке и просеивается через сито № 09 и № 05. В соответствии с ГОСТ 10134-62 для определения берут ту часть порошка, которая прошла через сито № 08 и задержалась на сите № 05, массой около 5–6 г. Порошок сортируют, удаляя плоские и остроугольные зерна. Затем порошок ссыпают с наклонной деревянной плоскости, осторожно постукивая о верхний край. Этой операцией достигается равенство поверхности зерен, т. к. округлые зерна скатываются, а угловатые преимущественно задерживаются на поверхности дощечки. Для освобождения порошка от тонкой пыли, его промывают этиловым спиртом или эфиром и высушивают.

На аналитических весах отвешивают 2 г полученного таким образом порошка, помещают в термостойкую плоскодонную колбу, заливают горячей (около 100 °С) дистиллированной водой в количестве 50 мл и выдерживают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 1 часа. Раствор титруют в горячем виде 0,01 н  $\text{HCl}$  с индикатором метиловым красным. Результаты испытаний выражают в виде объема кислоты, пошедшей на титрование 1 г порошка стекла, или в мг извлеченного  $\text{Na}_2\text{O}$  из 1 г стекла. Результаты определения заносят в табл. 5.16.

Таблица 5.16

Дата определения	№ образца	Количество 0,01 н $\text{HCl}$ , израсходованного на титрование, мл	Количество выщелаченной $\text{Na}_2\text{O}$ , мг	Гидролитический класс стекла

## Список литературы

1. Бутт Ю.М., Тимашев В.В. Практикум по химической технологии вяжущих материалов. – М.: Высшая школа, 1973. – 499 с.
2. Практикум по технологии керамики и огнеупоров / под ред. Полу-бояринова Д.Н. и Попильского Р.Я. – М.: Из-во лит-ры по стр-ву 1972. – 351 с.
3. Лукин Е.С., Андрианов Н.Т. Технический анализ и контроль произ-водства керамики. – М.: Стройиздат, 1986. – 272 с.
4. Стрелов К.К., Кашеев И.Д. Технический контроль производства огнеупоров. – М.: Металлургия, 1986. – 236 с.
5. Книгина Г.И., Вершинина Э.Н. Лабораторные работы по техноло-гии строительной керамики и легких пористых заполнителей. – М: Высшая школа, 1972. – 199 с.
6. Книгина Г.И., Вершинина Э.Н., Тацки Л.Н. Лабораторные работы по технологии строительной керамики в искусственных пористых заполнителей. – М.: Высшая школа, 1977. – 208 с.
7. Тимашев В.В., Леонов И.И. Технический анализ и контроль произ-водства вяжущих материалов и асбестоцемента. – М.: Стройиздат, 1984. – 288 с.
8. Павлушкин Н.М., Сентюрин Г.Г., Ходаковская Р.Я. Практикум по технологии стекла и ситаллов. – М.: Изд-во лит-ры по стр-ву, 1970. – 509 с.
9. Дудеров И.Г., Матвеев Г.М., Суханова В.Б. Общая технология си-ликатов. – М.Стройиздат, 1987. – 560 с.
10. Общая технология силикатов / под ред. Пащенко А.А. – Киев: Ви-ща школа. Головное из-во, 1983. – 408 с.
11. Волженский А.В., Буров Ю.С., Колокольников В.С. Минеральные вяжущие вещества. – М.: Сройиздат, 1979. – 476 с.
12. Волженский А.В. Минеральные вяжущие вещества: учебник для вузов. – 4-е изд., перераб. и доп. – М.: Стройиздат, 1986. – 464 с.
13. Августиник А.И. Керамика. – Л: Стройиздат. 1975. – 590с.
14. Химическая технология керамики и огнеупоров / под общ. ред. По-лубояринова Д.Н. – М.: Изд-во лит-ры по стр-ву, 1972. – 551 с.
15. Химическая технология стекла и ситаллов / под ред. Павлушкина Н.М. – М.: Стройиздат, 1983. – 432 с.
16. Рыбьев И.А. и др. Общий курс строительных материалов. – М.: Высшая школа, 1987. – 584 с.
17. Шкатов Е.Ф., Шувалов В.В. Основы автоматизации технологиче-ских процессов химических производств. – М.: Химия, 1988. – 304 с.

18. Строительная керамика. Справочник / под ред. Рохваргера Е.Л. – М.: Стройиздат, 1976. – 495 с.
19. Справочник по производству строительной керамики. Том I / под ред. Юшкевича М.О. – М.: Изд-во лит-ры по стр-ву, 1961. – 463 с.
20. Справочник по производству гипса и гипсовых изделий / под ред. Зубарева К.А. – М.: Изд-во лит-ры по стр-ву, 1963. – 336 с.
21. Стрелов К.К., Булер П.И. Силикаты и тугоплавкие оксиды в жидком и стеклообразном состояниях. – Свердловск, 1987. – 78 с.

## Оглавление

<b>Предисловие .....</b>	<b>3</b>
<b>1. Отбор средних проб сырья, полуфабрикатов и готовых изделий.....</b>	<b>4</b>
1.1. Отбор средних проб кусковых и сыпучих материалов.....	4
1.2. Отбор проб суспензий .....	10
1.3. Отбор средних проб готовых изделий.....	11
1.4. Сокращение проб сырьевых материалов.....	12
<b>2. Дисперсионный анализ силикатных материалов .....</b>	<b>14</b>
2.1. Зерновой (гранулометрический) состав, дисперсность и способы их выражения .....	15
2.2. Ситовой анализ сырьевых материалов .....	18
2.3. Седиментационный анализ .....	23
2.4. Особенности дисперсионного анализа глинистых материалов .....	34
2.4.1. Определение гранулометрического состава глин по методу Б.И. Рутковского .....	35
2.4.2. Определение грансостава глин пипеточным методом .....	40
2.5. Определение размера частиц порошка оптическим методом .....	42
2.6. Графическое выражение результатов дисперсионного анализа .....	44
2.7. Определение удельной поверхности дисперсных материалов .....	46
2.7.1. Определение удельной поверхности по воздухопроницаемости слоя материала .....	47
2.7.2. Адсорбционные методы определения удельной поверхности .....	56
<b>3. Методы определения пористой структуры силикатных материалов и изделий на их основе.....</b>	<b>62</b>
3.1. Виды плотности, пористости и связь между ними.....	63
3.2. Определение истинной плотности .....	67
3.3. Определение кажущейся плотности, открытой, общей (истинной), закрытой пористости и водопоглощения .....	72
<b>4. Определение прочностных свойств силикатных материалов и изделий.....</b>	<b>75</b>
4.1. Напряженное состояние и прочность материалов .....	75
4.2. Прессы для испытания материалов.....	79
4.3. Прочность на сжатие .....	86
4.4. Прочность при растяжении.....	90
4.5. Предел прочности при изгибе .....	93
4.6. Твердость и микротвердость .....	96
<b>5. Контроль строительно-технических свойств вяжущих материалов... </b>	<b>101</b>
5.1. Определение некоторых технологических свойств цемента .....	101
5.1.1. Отбор проб и общие требования при испытаниях .....	101
5.1.2. Определение удельной поверхности цемента по методу воздухопроницаемости .....	102
5.1.3. Определение тонкости помола цемента ситовым методом .....	102

5.1.4. Определение нормальной густоты и сроков схватывания цементного теста .....	103
5.1.5. Определение равномерности изменения объема цемента .....	106
5.1.6. Определение предела прочности при изгибе и сжатии образцов-балочек, изготовленных из цементных растворов .....	109
5.2. Физико-химические испытания гипсовых вяжущих .....	113
5.2.1. Определение тонкости помола гипсового вяжущего .....	114
5.2.2. Определение удельной поверхности гипсового вяжущего .....	114
5.2.3. Определение нормальной густоты, (стандартной консистенции) гипсового теста .....	115
5.2.4. Определение сроков схватывания гипсового теста .....	116
5.2.5. Определение предела прочности гипсового вяжущего .....	117
5.3. Испытание строительной извести .....	120
5.3.1. Отбор средней пробы и подготовка ее для испытания .....	120
5.3.2. Определение тонкости помола .....	121
5.3.3. Определение времени и температуры гашения воздушной извести .....	122
5.3.4. Определение влажности гидратной извести .....	123
5.3.5. Определение содержания непогасившихся зерен .....	124
5.3.6. Определение выхода известкового теста .....	124
5.3.7. Определение объемной массы известкового теста .....	124
5.4. Физико-механические исследования глинистого сырья .....	125
5.4.1. Макроскопическое описание глинистого сырья .....	126
5.4.2. Водозатворяемость глинистых материалов .....	128
5.4.3. Пластичность глин .....	132
5.4.4. Исследование сушильных свойств глинистого сырья .....	137
5.4.4.1. Определение чувствительности глин к сушке .....	137
5.4.4.2. Определение воздушной усадки .....	140
5.4.5. Спекаемость глин и керамических масс (температура и интервал спекания) .....	142
5.4.5.1. Лабораторные печи для термообработки и высокотемпературных испытаний силикатных материалов .....	144
5.4.5.2. Контроль температуры в технологиях силикатных материалов .....	150
5.4.5.3. Стандартная методика определения спекаемости глин (ГОСТ 5499-69) .....	159
5.5. Контроль основных свойств стекла .....	160
5.5.1. Общие сведения .....	160
5.5.2. Физико-химические свойства стекол .....	163
5.5.2.1. Определение плотности стекла .....	165
5.5.2.2. Контроль механических свойств стекла .....	165
5.5.2.3. Контроль технических свойств стекол .....	167
5.5.2.4. Химическая стойкость стекла .....	170
<b>Список литературы .....</b>	<b>172</b>

Учебное издание

ВАКАЛОВА Татьяна Викторовна  
ХАБАС Тамара Андреевна  
РЕВВА Инна Борисовна


**ПРАКТИКУМ  
ПО ОСНОВАМ ТЕХНОЛОГИИ  
ТУГОПЛАВКИХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ  
И СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Учебное пособие

Корректурa *Е.Л. Тен*  
Компьютерная верстка *Д.В. Сотникова*  
Дизайн обложки *Т.А. Фатеева*

Подписано к печати 25.11.2013. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».  
Печать XEROX. Усл. печ. л. 10,24. Уч.-изд. л. 9,26.  
Заказ 1317-13. Тираж 100 экз.

---

ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30  
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, [www.tpu.ru](http://www.tpu.ru)