

CVIČENÍ Z PŘEDMĚTU KERAMICKÉ MATERIÁLY

ÚLOHA Č. 1	2
ÚLOHA Č. 2	6
ÚLOHA Č. 3	13
ÚLOHA Č. 4	16
ÚLOHA Č. 5	19
ÚLOHA Č. 6	22
ÚLOHA Č. 7	25

POUŽITÁ LITERATURA A ZDROJE

- [1] ŠAŠEK L., aj. Laboratorní metody v oboru silikátů. Praha: SNTL/ALFA, 1981. 328 s.
- [2] <http://www.ped.muni.cz>
- [3] <http://cs.wikipedia.org>
- [4] <http://vydavatelství.vscht.cz>
- [5] <http://homel.vsb.cz>
- [6] www.briohranice.cz
- [7] <http://hrubkomery.eu>
- [8] www.nannettisrl.it
- [9] ČSN EN 993-1. *Zkušební metody pro žáruvzdorné výrobky tvarové hutné: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti.* Praha: Český normalizační institut, 1996, 10 s.
- [10] ČSN EN 993-2. *Zkušební metody pro žáruvzdorné výrobky tvarové hutné: Stanovení hustoty.* Praha: Český normalizační institut, 1996, 8 s.
- [11] ČSN 72 1074. *Stanovení optimální a pracovní vlhkosti keramických těst Pfefferkornovým přístrojem.* Praha: Vydavatelství ÚNM, 1985, 12 s.
- [12] ČSN 72 1073. *Stanovení délkových změn keramických surovin sušením a pálením.* Praha: Vydavatelství ÚNM, 1971, 6 s.

ÚLOHA Č. 1

ZPŮSOBY HODNOCENÍ MATERIÁLŮ Z HLEDISKA PÓROVITOSTI

(OH, ρ , NV, ZP, SP)

TEORETICKÝ ÚVOD [1]

Silikátové materiály můžeme podle fázového složení rozdělit na homogenní, jako je sklo, a na heterogenní, což jsou ostatní silikátové materiály.

Homogenní silikátové materiály lze charakterizovat jednoduše chemickým složením a hustotou.

Heterogenní silikátové materiály jsou však složeny z několika fází s různými vlastnostmi a samotná hustota k jejich charakterizaci nestačí. Jednou z nedílných součástí keramických, žárovzdorných i maltových materiálů jsou póry.

Póry ovlivňují mechanickou pevnost, odolnost proti náhlým změnám teploty, odolnost proti korozi a další důležité vlastnosti materiálu. Vždy záleží nejen na množství pórů, ale i na jejich velikosti a rozložení.

Základní informace o pórech v materiálu poskytuje hustota a objemová hmotnost. Dalšími důležitými ukazateli jakosti keramických výrobků a materiálů jsou kromě hustoty a objemové hmotnosti ještě nasákavost, zdánlivá a skutečná pórovitost.

Podle těchto vlastností lze určovat množství otevřených a uzavřených pórů, které podle druhu různě ovlivňují vlastnosti materiálu.

Hustota (ρ) je poměr hmotnosti suchého materiálu k jeho skutečnému objemu.

Objemová hmotnost (OH) je hmotnost vysušeného vzorku dělená jeho objemem, včetně uzavřených a otevřených pórů a dutin.

Nasákavost (NV) představuje množství otevřených pórů. Je to poměr hmotnosti vody pohlcené vzorkem k hmotnosti vysušeného vzorku.

Zdánlivá pórovitost (PZ) je poměr objemu otevřených pórů a dutin vzorku k jeho celkovému objemu včetně všech pórů a dutin.

Skutečná pórovitost (PS) je poměr objemu otevřených i uzavřených pórů a dutin vzorku k jeho celkovému objemu včetně všech pórů a dutin.

CÍL CVIČENÍ

- 1) Stanovení objemové hmotnosti výpočtem (geometrická OH)
- 2) Stanovení objemové hmotnosti metodou vážení vzorku nasyceného v kapalině a na vzduchu
- 3) Stanovení hustoty pyknometrickou metodou (viz obr.1)
- 4) Výpočet nasákavosti, zdánlivé pórovitosti, skutečné pórovitosti

PRACOVNÍ POSTUP

1) Stanovení geometrické objemové hmotnosti

- ✓ Vysušený vzorek zvážit a změřit jeho rozměry (m_1 a V_c)
- ✓ Výpočet OH podle vztahu (1)

$$OH_g = \frac{m_1}{V_c} \quad (1)$$

kde OH_g je geometrická objemová hmotnost, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$);

m_1 hmotnost suchého vzorku, v (g);

V_c celkový objem vzorku, v (cm^3).

Metoda se používá pro tvarové nebo zrnité materiály, u kterých lze stanovit objem. Pokud nelze u vzorku vypočítat objem, je nutné použít metodu vážení vzorku nasyceného v kapalině. Metoda je vhodná také pro izolační materiály.

2) Stanovení objemové hmotnosti metodou vážení nasyceného vzorku

- ✓ Vysušený vzorek zvážit na předvážkách (m_1)
- ✓ Vzorek 1 hodinu sytit varem v sytící kapalině
- ✓ Vzorek nechat v sytící kapalině vychladnout na okolní teplotu
- ✓ Změřit teplotu použité sytící kapaliny a určit její hustotu
- ✓ Nasycený vzorek zvážit na hydrostatických vahách ve vodě (m_2)
- ✓ Nasycený vzorek zvážit na hydrostatických vahách na vzduchu (m_3)
- ✓ Výpočet OH podle vztahu (2)

$$OH = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_{liq} \quad (2)$$

kde OH je objemová hmotnost, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$);

m_1 hmotnost suchého vzorku, v (g);

m_2 hmotnost vzorku nasyceného kapalinou váženého ve vodě, v (g);

m_3 hmotnost vzorku nasyceného kapalinou váženého na vzduchu, v (g);

ρ_{liq} hustota kapaliny použité pro hydrostatické vážení, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$).

3) Stanovení hustoty pyknometrickou metodou

- ✓ Zvážit vyčištěný, suchý, prázdný pyknometr se zátkou
- ✓ Pyknometr naplnit cca do jedné třetiny vysušeným zkušebním materiálem a zvážit
- ✓ Rozdíl hmotností je počáteční hmotnost zkušebního materiálu (m_1)
- ✓ Pyknometr se opatrně zcela doplní kapalinou a zváží se (m_2)
- ✓ Prázdný, vyčištěný pyknometr se zcela doplní použitou kapalinou a zváží se (m_3)
- ✓ Změřit teplotu použité kapaliny a určit její hustotu
- ✓ Výpočet ρ podle vztahu (3)

$$\rho = \frac{m_1}{m_3 + m_1 - m_2} \cdot \rho_{\text{liq}} \quad (3)$$

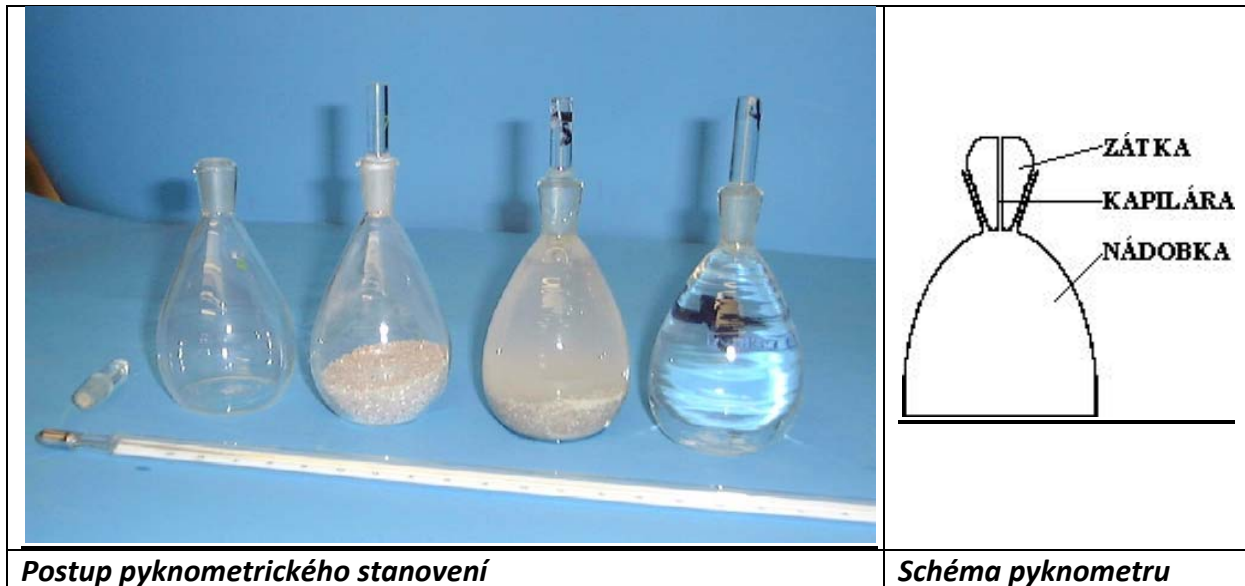
kde ρ je hustota, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$);

m_1 hmotnost suchého vzorku, v (g);

m_2 hmotnost pyknometru se vzorkem a s kapalinou, v (g);

m_3 hmotnost pyknometru s kapalinou, v (g);

ρ_{liq} hustota kapaliny použité pro hydrostatické vážení, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$).



Obr. 1 Pyknometrické stanovení hustoty

4) Výpočet NV, PZ, PS

- ✓ Z experimentálně naměřených hodnot podle níže uvedených vztahů (4), (5), (6) výpočet nasákavosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti

$$NV = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad (4)$$

$$PZ = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 \quad (5)$$

$$PS = \frac{\rho - \rho_{\text{OH}}}{\rho} \cdot 100 \quad (6)$$

kde NV je nasákavost, PZ zdánlivá pórovitost, PS skutečná pórovitost, v (%);

m_1 hmotnost suchého vzorku, v (g);

m_2 hmotnost vzorku nasyceného kapalinou váženého ve vodě, v (g);

m_3 hmotnost vzorku nasyceného kapalinou váženého na vzduchu, v (g).

Tabulka 1 - Hustota vody jako funkce teploty při teplotách 15 °C až 30 °C

Teplota [°C]	Hustota [g/cm ³]
15	0,9991
16	0,9989
17	0,9988
18	0,9986
19	0,9984
20	0,9982
21	0,9980
22	0,9978
23	0,9975
24	0,9973
25	0,9970
26	0,9968
27	0,9965
28	0,9962
29	0,9959
30	0,9956

Hustoty dalších kvapalín při 20 °C

petrolej	:	790	kg.m ⁻³
xylén (o-dimetylbenzén):	:	881,2	kg.m ⁻³
chinolín	:	1092,9	kg.m ⁻³
etylalkohol	:	789,2	kg.m ⁻³
toluén	:	867,0	kg.m ⁻³

ÚLOHA Č. 2

STANOVENÍ VELIKOSTI ČÁSTIC – síťový rozbor

TEORETICKÝ ÚVOD

Suroviny a materiály, se kterými se setkáváme při procesech a operacích v technologii silikátů jsou částicové a zrnité soustavy. Zrnatosti těchto disperzních soustav lze popsat zrnitostní skladbou materiálu, kterou určujeme pomocí metod pro stanovení rozdělení velikostí zrn nebo určováním měrného povrchu. Zrnatost materiálu je jedním z rozhodujících parametrů, který ovlivňuje jeho technologické vlastnosti. Zrnatost ovlivňuje především vlastnosti konečných výrobků (především při výrobě keramických a žárovzdorných výrobků), zrnatost také rozhoduje o kvalitě produktů, k nimž patří například cement, vápno nebo sádra. Metody, jimiž lze stanovit rozdělení velikostí částic řadíme do následujících skupin:

- a) Síťové rozbor
- b) Sedimentační rozbor
- c) Počítače částic
- d) Třídíče

Při rozboru materiálu se širokým intervalem velikostí částic často používáme více než jednu měřicí metodu. Často kombinujeme například síťový rozbor a sedimentační rozbor propadu pod posledním sítem.

Silikátové suroviny jako produkty drcení a mletí jsou polydisperzní systémy, které obsahují zrna a částice různých velikostí. Celé rozpětí velikostí zrn dělíme na jednotlivé intervaly, které označujeme jako frakce. Množství zrn v jednotlivých intervalech vyjadřujeme hmotností nebo jejich počtem. Hmotnosti zrn m_i v jednotlivých frakcích se přepočítávají na procentuální podíly p_i , které se přisuzují průměrné velikosti intervalu.

Nejjednodušší a nejrychlejší metodou pro určení velikostí částic hrubších a práškových materiálů s částicemi v rozsahu velikostí od 40 μm do 6 až 8 mm je síťový rozbor. Síta pro síťové rozbor jsou vyráběny v sadách, které tvoří geometrickou posloupnost velikostí ok. Síťovou řadu vždy volíme podle hrubosti materiálu tak, aby nejhrubším sítem propadl všechny materiál.

Výsledky síťového rozboru mohou být zatíženy chybami, které jsou způsobeny například aglomerací částic, anizometrií částic, nedostatečnou dobou prosévání. Pro odstranění těchto chyb používáme buď nucený pohyb částic na povrchu síta, nebo k prosévání použijeme proud vzduchu nebo proséváme za mokra.

Objem vzorku volíme vzhledem k průměru sít, obvykle odpovídá navážce 100 až 200 g. Zrna zachycená v některých okách sít se ze sít uvolňují a přidávají se k nadsítnému podílu. Celková hmotnost všech frakcí se nemá od navážky lišit o více než 1 až 2 %.

Vyhodnocení síťového rozboru provádíme na základě: tabulky, sloupcového diagramu a histogramu, součtových křivek a pomocí grafů Záveského a Špačka a RRSB.

Sloupcový diagram – graf znázorňující závislost $p_i=f(d_i)$

Pokud by byly intervaly stejné, vyjadřoval by graf plochou jednotlivých obdélníků zastoupení zrnitostních podílů v soustavě.

Histogram – graf znázorňující závislost $h_i=f(d_i)$

Plochy obdélníků jsou úměrné relativnímu zastoupení určité velikosti frakce v celkovém množství vzorku. Maxima spojuje frekvenční křivka a její nejvyšší bod je modus, tj. nejpočetněji zastoupené zrno.

Součtové křivky – znázorňují závislost R , $D=f(d_i)$

Průnik křivek se nazývá medián a představuje prostřední hodnotu, tj. stejný počet zrn je větších i menších.

CÍL CVIČENÍ

- 1) Stanovení zrnitostní skladby** daného materiálu pomocí síťového rozboru
- 2) Vyhodnocení výsledků** pomocí tabulky – určení hmotnostních podílů p_i , výšky histogramu h_i , určení nadsítných R a podsítných D podílů
- 3) Sestrojení sloupcového digramu a histogramu** a znázornění frekvenční křivky a modusu
- 4) Sestrojení součtových křivek** a znázornění mediánu
- 5) Vyhodnocení výsledků podsítného podílu** ze vztahu **Záveského a Špačka** a pomocí grafu – určení exponentu zrnitosti α
- 6) Vyhodnocení výsledků nadsítného podílu** ze vztahu **RRSB** a pomocí grafu - určení exponentu zrnitosti n

PRACOVNÍ POSTUP

1) Stanovení zrnitostní skladby

- ✓ U dodaného vzorku provést kvartování
- ✓ Připravit navážku m_0 ($100g \pm 0,1g$)
- ✓ Sestavit síťovou řadu 0,063 – 0,125 – 0,25 – 0,5 – 1 – 2 – 4 mm
- ✓ Doba síťování 10 minut
- ✓ Vizuálně se určí největší zrno v materiálu d_{max} (max. 6 mm)
- ✓ Zvážit podíly nadsítného a podsítného (zrna uvízlá v sítěch se přidávají k nadsítnému podílu, hmotnost frakcí se nesmí od navážky lišit více než o 1-2% !)

2) Vyhodnocení výsledků pomocí tabulky

- ✓ Výpočet hmotnostních podílů p_i
- ✓ Výpočet délky intervalu s_i
- ✓ Výpočet výšky histogramu h_i
- ✓ Výpočet nadsítných podílů R
- ✓ Výpočet podsítných podílů D
- ✓ Výsledky uvést do následující tabulky 1

pozn.:

$$\Sigma p_i = 1,00$$

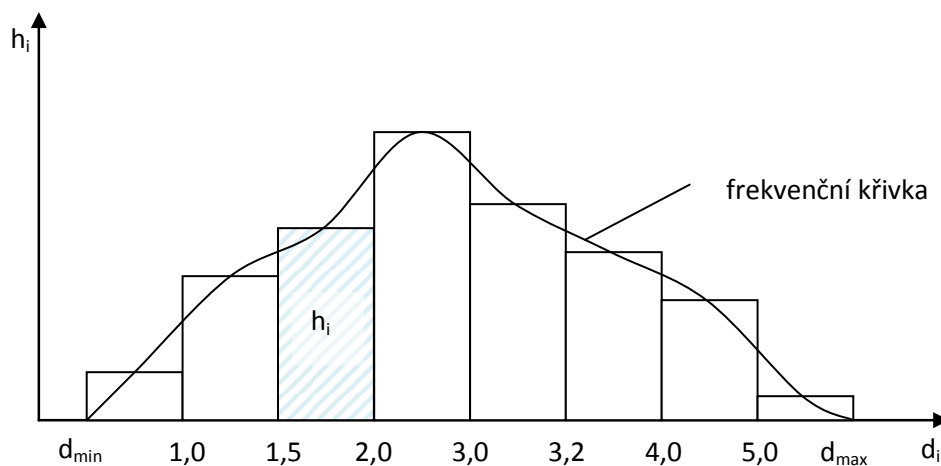
kumulativní hodnoty: nadsítné: $m_1, m_1+m_2, m_1+m_2+m_3$, atd.; podsítné: $m_0, m_0-m_1, m_0-m_1-m_2$, atd.

Tabulka 1 Vyhodnocení zrnitostní skladby pomocí tabulky.

i	zrnitostní frakce	velikost síta	hmotnostní frakce	podíl z hmotnosti m_0	délka intervalu	výška histogramu	nadsítné	podsítné
	d_i [mm]	[mm]	m_i [g]	p_i	s_i [mm]	h_i	R [g]	D [g]
				$p_i = \frac{m_i}{m_0}$	$s_i = d_i - d_{i-1}$	$h_i = \frac{p_i}{s_i}$		
1	4 - d_{\max}	4	$m_1 =$		$d_{\max} - d_4$		p_1	$1 - p_1$
2	2 - 4	2			$d_4 - d_2$		$p_1 + p_2$	$1 - p_1 + p_2$

3) Sestrojení sloupcového digramu a histogramu

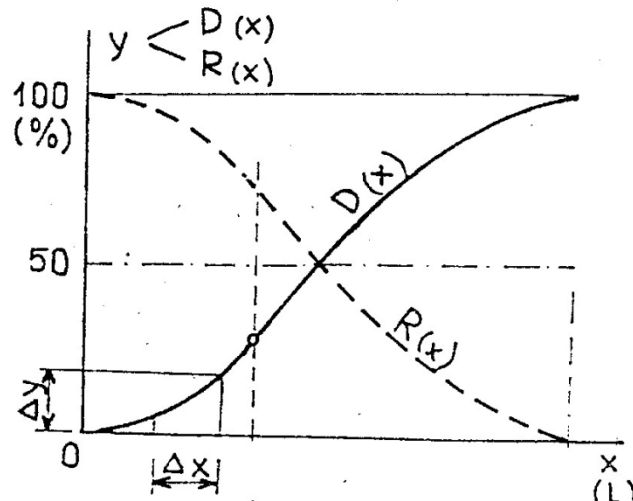
- ✓ Sestrojit graf znázorňující závislosti $p_i=f(d_i)$ a $h_i=f(d_i)$
- ✓ V grafu znázornit frekvenční křivku, která má svůj počátek v bodě d_{\min} . a konec v bodě d_{\max} . a jejíž maximum znázorňuje nejčteněji zastoupené zrno (modus), viz obr. 1
- ✓ Frekvenční křivka prochází maximem ploch obdélníků, tyto plochy jsou úměrné relativnímu zastoupení určité velikosti frakce v celkovém množství vzorku
- ✓ Podle průběhu frekvenční křivky určit modus



Obr. 1 Ukázka histogramu – nejčteněji zastoupené zrno je ve frakci 2,0 – 3,0 mm.

4) Sestrojení součtových křivek

- ✓ Sestrojit graf znázorňující závislosti $R, D=f(d_i)$
- ✓ Z průniku obou křivek určit, kdy je v materiálu stejný počet větších i menších zrn (medián), viz obr. 2



Obr. 2 Součtové křivky – průnik křivek nadsítného a podsítného podílu s označením mediánu.

5) Vyhodnocení výsledků ze vztahu Záveského a Špačka

Hodnocení podsítného podílu vychází ze vztahu Záveského-Špačka, rovnice 1:

$$D = \left(\frac{d}{d_0}\right)^\alpha \cdot 100 \quad (1)$$

kde D je podsítný podíl, v (%);

d libovolná velikost zrna, v (mm);

d_0 teoreticky max. zrno, v (mm);

α exponent zrnitosti, (-).

Pomocí tohoto vztahu umíme určit pro jakoukoliv velikost zrna podsítné podíly.

Pokud je $\alpha = 0,5$ jde o směs s nejmenší možnou pórovitostí, zrna neoptimálněji vyplňují prostor

$\alpha > 0,5$ takto se nastavují ostřiva

$\alpha < 0,5$ takto se nastavují plniva

Postup:

- ✓ Vynesete se závislost d na podsítném podílu D , body leží na přímce, která je reálnou zrnitostní křivkou
- ✓ Průsečík přímky s vodorovným horním okrajem grafu (přímkou x_0) je naše teoretické maximální zrno $x_0 = d_0$
- ✓ Rovnoběžka s přímkou vycházející ze 100 % D , prochází na straně druhé osy exponentu α a lze tady odečíst příslušný exponent zrnitosti α

6) Vyhodnocení výsledků ze vztahu RRSB

Hodnocení nadsítného podílu vychází ze vztahu RRSB, rovnice 2:

$$R = 100 \cdot e^{-\left(\frac{d}{d'}\right)^n} \quad (2)$$

kde R je nadsítný podíl, v (%);

d velikost zrna, v (mm);

d' velikost zrna odpovídající zbytku 36,8%, v (mm);

n exponent zrnitosti, většinou dosahuje hodnot 0,7 – 1,4, (-).

Protože $n = \operatorname{tg} \alpha$, můžeme tak z hodnoty α opět určit typ materiálu. Konstanta n charakterizuje rozměrnost zrnitosti materiálu a je dána vztahem:

$$n = \operatorname{tg} \alpha = \frac{R}{D}$$

Čím více je jemného materiálu (a méně hrubého), tím větší bude n.

Pokud $n < 1$ převládají větší zrna

Pro $n = \infty$ by šlo o monodisperzní částice a přímka nadsítného by byla svislá

Pro $n = 1$ je rozložení zrn různé velikosti rovnoměrné

Postup:

- ✓ Vynese se závislost d na nadsítném podílu R, body leží na přímce, která je reálnou zrnitostní křivkou a její počátek je ve 100 % R
- ✓ Rovnoběžka vycházející z pólu protíná osu n v bodě odpovídajícím zbytku 36,8 % nadsítného podílu
- ✓ Odečte se charakteristická velikost zrna d' odpovídající tomuto zbytku

Pro grafické hodnocení zrnitosti se použijí předlohy pro závislosti Záveský-Špaček a závislosti RRSB, které jsou přiloženy na následujících stránkách.

Závislost Záveský Špaček:

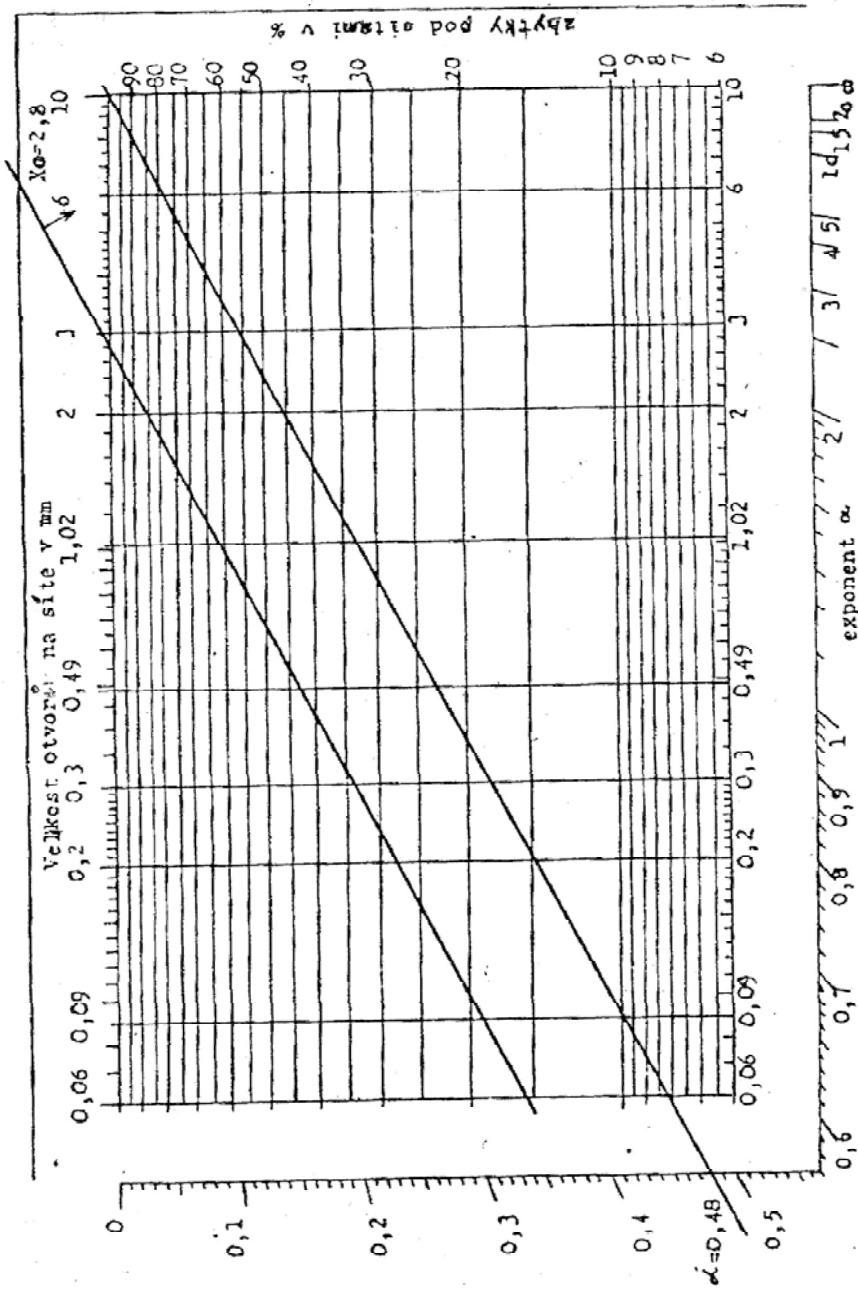
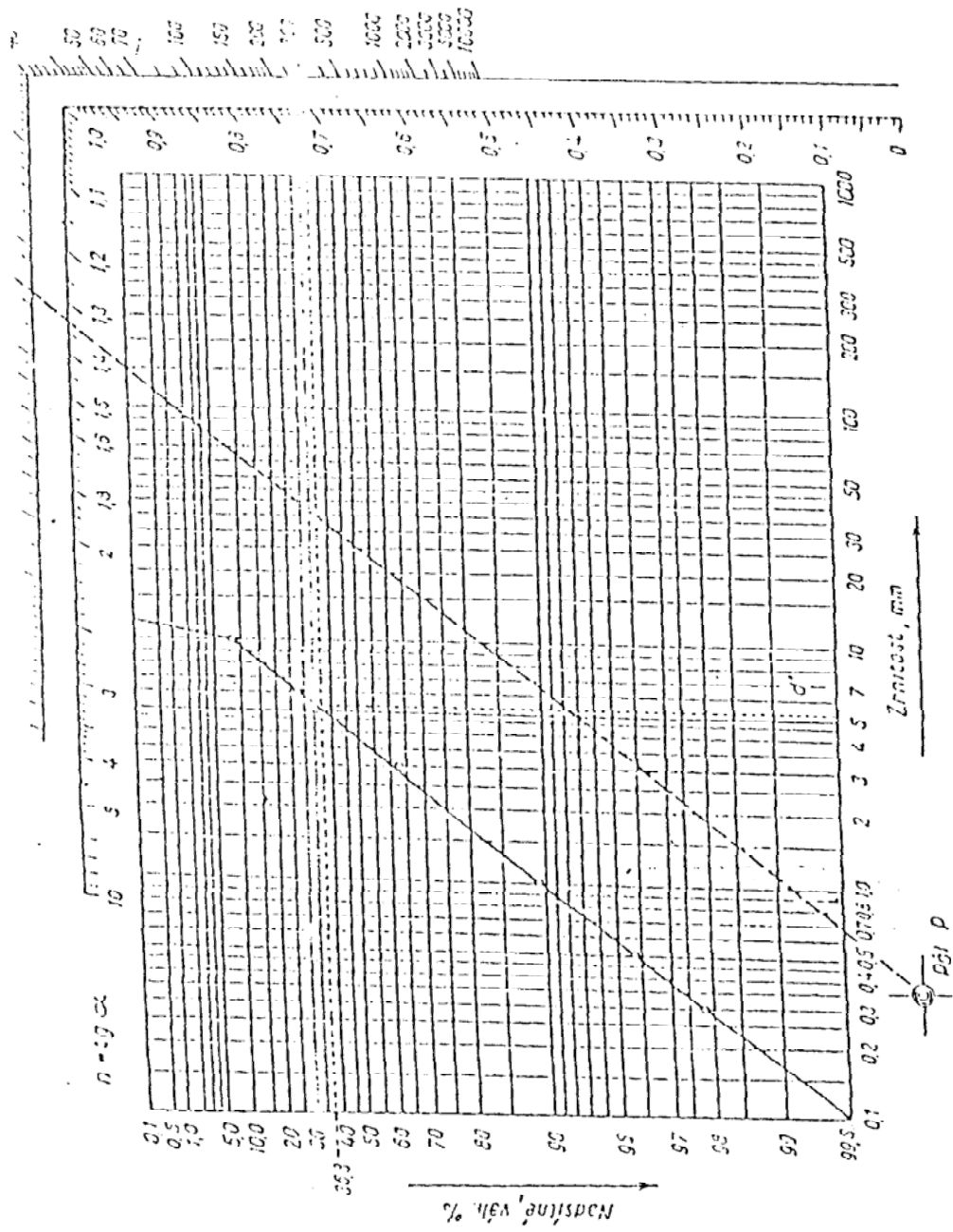


Diagram RRSB:



ÚLOHA Č. 3

STANOVENÍ VELIKOSTI ČÁSTIC - sedimentační analýza (Andreasenova metoda)

TEORETICKÝ ÚVOD

Suroviny a materiály, se kterými se setkáváme při procesech a operacích v technologii silikátů jsou částicové a zrnité soustavy. Zrnitosti těchto disperzních soustav lze popsat zrnitostní skladbou materiálu, kterou určujeme pomocí metod pro stanovení rozdělení velikostí zrn nebo určování měrného povrchu. Zrnitost materiálu je jedním z rozhodujících parametrů, který ovlivňuje jeho technologické vlastnosti. Zrnitost ovlivňuje především vlastnosti konečných výrobků keramických a žárovzdorných, zrnitost ale také rozhoduje o kvalitě produktů, k nimž patří například cement, vápno nebo sádra.

Metody, jimiž lze stanovit rozdělení velikostí částic rozdělujeme do následujících skupin:

- e) Sítové rozbory
- f) Sedimentační rozbory
- g) Počítače částic
- h) Třídíče

Při rozboru materiálu se širokým intervalem velikostí částic často používáme více než jednu měřicí metodu. Často kombinujeme například sítový rozbor a sedimentační rozbor propadu pod posledním sítím (sítový rozbor viz úloha č.2).

Sedimentační metody se používají pro určování velikostí částic u materiálu s částicemi pod 60 resp. pod 40 μm . To znamená, že obvykle používají ke stanovení velikostí částic propadlých pod nejmenším sítím, kterým je obvykle síto s oky 0,063 mm.

Sedimentační metody určují velikost částic nepřímo z pádové rychlosti v kapalném nebo plynném prostředí, v gravitačním nebo odstředivém poli. Nejrozšířenější metodou určování velikosti částic zrnitých (práškových) materiálů je Andreasenova metoda.

Podmínky měření:

- a) Částice materiálu musí být v prostředí dokonale dispergovány
- b) Disperze musí být stálá, nesmí docházet ke shlukování, aglomeraci, koagulaci materiálu
- c) V měřené soustavě nesmí být konvektivní proudění, vzniklé například teplotním gradientem

Během měření se proto nesmí pohybovat válcem, teplota musí být konstantní, kapalina nesmí se vzorky reagovat (proto pro cement volíme např. chinolin, petrolej).

Stokesův zákon určuje rychlost pádu částice z výšky h v prostředí o určité hustotě ρ_l a viskozitě η . Pro možnost výpočtu se předpokládá, že částice mají kulovitý tvar o průměru d a hustotu ρ_s . Potom pro průměr kulového zrna platí Stokesův vztah:

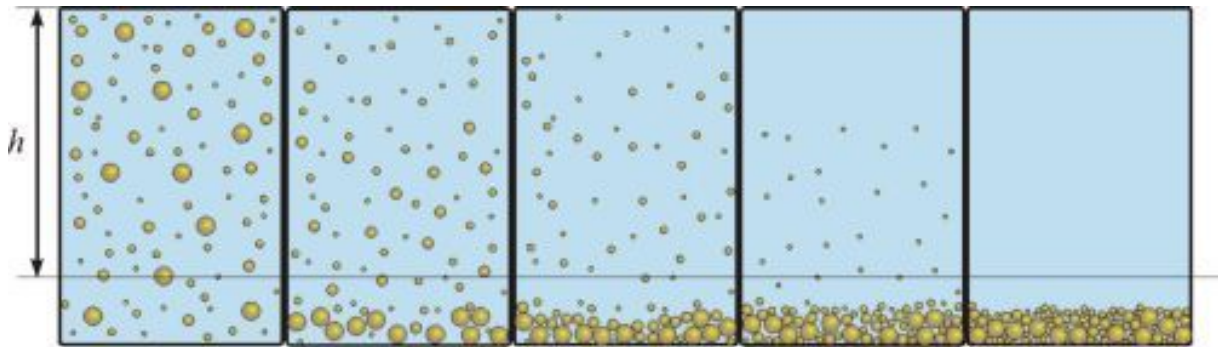
$$d = \sqrt{\frac{18 \cdot \eta}{g \cdot (\rho_s - \rho_l)} \cdot v} \quad v = \frac{h}{t} \quad t = \frac{h}{d^2} \cdot \frac{18 \cdot \eta}{g \cdot (\rho_s - \rho_l)} = \frac{h}{d^2} \cdot k \quad k = 1,08 \cdot 10^{-6}$$

kde v je sedimentační rychlost, v ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$);

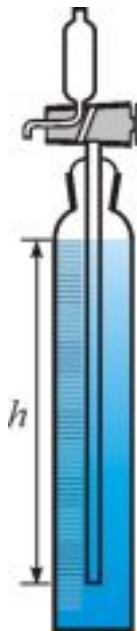
t doba sedimentace, v (s).

CÍL CVIČENÍ

- 5) Výpočet sedimentačních časů pro zvolené velikosti částic zkoušeného materiálu
- 6) Stanovení rozdělení velikostí částic zkoušeného materiálu Andreasenovou metodou (viz obr. 1 a 2)
- 7) Výpočet podílu jednotlivých frakcí ve zkoušeném materiálu



Obr. 1 Sedimentování zkoušeného materiálu [4].



Obr. 2 Andreasenova pipeta [4].

PRACOVNÍ POSTUP

5) Výpočet sedimentačních časů

- ✓ Pro zvolené hodnoty průměru částic d a výšky h se vypočte doba sedimentace t (s), která se převede na hodiny a minuty (zvolené d a h jsou uvedeny v následující tabulce), vypočtené časy se zapíší do tabulky; doplní se také intervaly velikostí částic

h	d	t	t	m hmotnost odběru	p podíl frakce	interval velikosti částic
[m]	[m]	[s]	[h:mm:ss]	[g]	[%]	
0,200	základní odběr			m_0	100	$d_0 \sim d_n$
0,197	$30 \cdot 10^{-6}$			m_1	$\frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100$	$d_1 > 30 \mu\text{m}$
0,194	$20 \cdot 10^{-6}$			m_2	$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100$	
0,191	$10 \cdot 10^{-6}$			m_3	$\frac{m_2 - m_3}{m_0} \cdot 100$	
0,188	$5 \cdot 10^{-6}$			m_4	$\frac{m_3 - m_4}{m_0} \cdot 100$	
0,185	$2 \cdot 10^{-6}$			m_5	$\frac{m_4 - m_5}{m_0} \cdot 100$	

6) Stanovení rozdělení velikostí částic

- ✓ Navážit vzorek asi 10 g na 2 desetinná místa
- ✓ Vnést vzorek v suspenzi do odměrného válce
- ✓ Doplnit odměrný válec destilovanou vodou po značku h_0
- ✓ Promíchat, začít měřit čas a zároveň ihned (tedy v čase t_0) odebrat 1. podíl (provést základní odběr), který se vypustí do zvážené misky
- ✓ Odebraný podíl se vysuší do konstantní hmotnosti
- ✓ Následuje další odběr v čase t_1, t_2 atd.

7) Výpočet podílu jednotlivých frakcí

- ✓ Základní odběr v čase t_0 obsahuje částice všech velikostí, hmotnost odběru je m_0
- ✓ Při odběru v čase t_1 bude hmotnost odběru m_1 ; rozdíl $m_0 - m_1$ určuje podíl částic v rozmezí od $d_0 = 40 \mu\text{m}$ do $d_1 = 30 \mu\text{m}$, které už sedimentovaly i z nejvyšší výšky h_1 , tedy už v suspenzi nejsou
- ✓ Zastoupení částic o rozměrech d_0 až d_1 je v celém vzorku podíl p (viz rovnice 1)

$$p = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \quad (1)$$

- ✓ Obdobně hmotnostní podíl m_2 odebraný v čase t_2 už neobsahuje částice větší než d_2 , tedy podíl částic velikosti d_1, d_2 je p (viz rovnice 2)

$$p = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \quad (2)$$

ÚLOHA Č. 4

STANOVENÍ MĚRNÉHO PORCHU PRÁŠKOVÝCH LÁTEK **(Blainova metoda propustnosti vzduchu)**

TEORETICKÝ ÚVOD

Zrnitost keramických materiálů jako disperzních soustav lze popsat zrnitostní skladbou, kterou lze určit některou z metod stanovení velikosti částic (sítový rozbor, sedimentační analýza, viz úloha 2 a 3) nebo jej lze vyjádřit jedinou charakteristikou, jako je přímo určitelný měrný povrch. Zrnitost soustavy patří k rozhodujícím parametrům, které ovlivňují technologické vlastnosti keramických soustav.

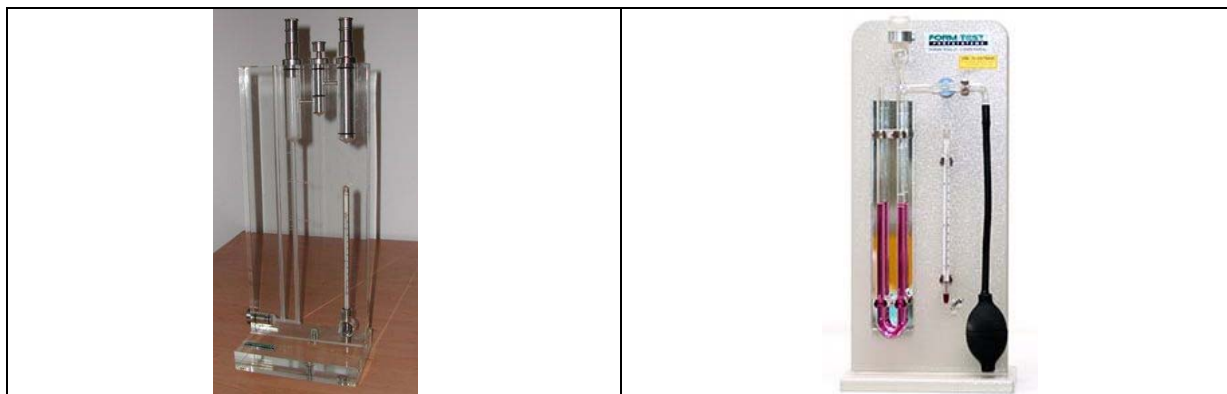
Měrný povrch je celkový otevřený povrch prášku nebo porézní látky, vyjadřuje se v plošné jednotce vztahené na jednotku hmotnosti. Měrný povrch je vlastností pevných látek, která charakterizuje materiál a má přímý vztah k naadsorbovanému množství na povrchu materiálu. Je vhodné rozlišovat mezi vnitřním a vnějším povrchem. Pro stanovení celkového povrchu materiálu (tedy jak vnitřního tak vnějšího) se používá obvykle adsorpční metody BET. Celkový povrch je zpravidla o několik řádů vyšší než vnější povrch, přesto se však v praxi používá především jednodušších metod určení vnějšího povrchu.

Jednou z metod pro stanovení vnějšího povrchu práškových látek je Blainova metoda založená na propustnosti plynu porézní vrstvou stlačené práškové látky. Tato metoda je jednou z nejjednodušších a nejvíce používaných metod a normovaná se u nás používá pro posuzování jemností cementu. Je vhodná k měření povrchů v rozsahu 150 až $900 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$.

Princip Blainovy metody spočívá ve stanovení rychlosti průchodu vzduchu vzorkem s danou pórovitostí a rozměrem. Čím je vzorek jemnější, tím déle trvá, než se hladina v manometrické trubici ustálí, vzorek klade větší odpor. To znamená, že měrný povrch vzorku s jemností roste a tím klesá jeho propustnost.

CÍL CVIČENÍ

- 7) Pyknometrické stanovení hustoty standardu a zkušební vzorku
- 8) Výpočet navážky pro stanovení měrného povrchu
- 9) Stanovení měrného povrchu Blainovou metodou (viz obr. 1)
- 10) Výpočet měrného povrchu



Obr. 1 Zařízení pro stanovení měrného povrchu Blainovou metodou [5,6].

PRACOVNÍ POSTUP

1) Pyknometrické stanovení hustoty standardu a zkušebního vzorku

- ✓ Zvážit vyčištěný, suchý, prázdný pyknometr se zátkou
- ✓ Pyknometr naplnit cca do jedné třetiny vysušeným zkušebním materiálem a zvážit
- ✓ Rozdíl hmotností je počáteční hmotnost zkušebního materiálu (m_1)
- ✓ Pyknometr se opatrně zcela doplní kapalinou a zváží se (m_2)
- ✓ Prázdný, vyčištěný pyknometr se zcela naplní použitou kapalinou a zváží se (m_3)
- ✓ Změřit teplotu použité kapaliny a určit její hustotu
- ✓ Výpočet ρ podle vztahu (1)

$$\rho = \frac{m_1}{m_3 + m_1 - m_2} \cdot \rho_{\text{liq}} \quad (1)$$

kde ρ je hustota, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$);

m_1 hmotnost suchého vzorku, v (g);

m_2 hmotnost pyknometru se vzorkem a s kapalinou, v (g);

m_3 hmotnost pyknometru s kapalinou, v (g);

ρ_{liq} hustota kapaliny použité pro hydrostatické vážení, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$).

2) Výpočet navážky

- ✓ Pro stanovení měrného povrchu vzorku je třeba vypočítat navážku standardu a vzorku podle vztahu (2)

$$m = e \cdot \rho \cdot V \quad (2)$$

kde m je navážka vzorku, v (g);

e pórovitost vytvořeného lože, $e = 0,500$;

ρ hustota vzorku, která byla zjištěna pyknometricky, v ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$);

V objem prostoru komůrky, $V = 1,818 \text{ cm}^3$.

- ✓ Vypočtené množství standardu a vzorku se naváží vždy dvakrát pro m_1 a dvakrát pro m_2 na analytických vahách

3) Stanovení měrného povrchu vzorků Blainovou metodou

- ✓ Do komůrky Blainova přístroje se postupně vloží:
děrovaný kotouček,
skleněnou tyčinkou se na něj vyrovná (tak aby přilehl na kotouček) filtrační papír,
vsype se navážka vzorku,
poklepáním na stěny komůrky se vyrovná vzorek rovnoměrně na filtračním papíru,
na vzorek se přiloží další filtrační papír
a následně se vsune do komůrky píst

- ✓ Píst se opatrně silně stlačí dolů, na vznikající lože, až se spodní strana hlavy pístu dotkne komůrky, poté se píst pomalu nadzdvihne o několik mm, pootočí se o 90° a stlačení se zopakuje
- ✓ Lože je po vyjmutí pístu připraveno na zkoušku propustnosti dle Blaina
- ✓ Stanovení spočívá v měření času (na stopkách), za který poklesne meniskus kapaliny v manometrické trubici mezi dvěma značkami; pro jednotlivé vzorky od každého materiálu se čas měří zvlášť

4) Výpočet měrného povrchu

- ✓ Pro každý materiál, byl čas propustnosti měřen dvakrát; pro výpočet se použije průměrná hodnota těchto dvou časů pro každý materiál
- ✓ Výpočet měrného povrchu vzorku se provede podle vztahu (3)

$$S = \frac{\rho}{\rho_0} \cdot \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{t_0}} \cdot S_0 \quad (3)$$

kde S je měrný povrch vzorku, v ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$);

ρ hustota vzorku, v ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$);

ρ_0 hustota standardu, v ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$);

t čas poklesu menisku v manometrické trubici při měření vzorku, v (s);

t_0 čas poklesu menisku v manometrické trubici při měření standardu, v (s);

S_0 měrný povrch standardu, v ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$).

ÚLOHA Č.5

REOLOGIE LICÍCH SUSPENZÍ – Měření viskozity rotačním viskozimetrem

TEORETICKÝ ÚVOD

Reologické chování keramických suspenzí je důležité především pro proces tvarování, kdy se uplatňují deformační a tokové vlastnosti. Základní reologické veličiny jako jsou viskozita, mez toku a modul pružnosti slouží především k charakterizování keramických surovin, dokonalosti jejich úpravy a vhodnosti vytvářecích směsí jejich vzájemným porovnáváním.

Reologické chování suspenzí vyjadřujeme pomocí funkce $D(\tau)$, kde τ je tečné napětí (Pa) a D je rychlostí gradient (s^{-1}). Ideálně viskózní materiál se nazývá Newtonův a tato funkce je u něj lineární. Potom například dynamickou viskozitu η vypočteme jako $\tan \alpha$, podle vztahu (1).

$$\eta = \tan \alpha = \frac{\tau}{D} \quad (1)$$

Reálné materiály však mívají nelineární závislost $D(\tau)$ a mohou se dělit na časově nezávislé, kdy mají stejný průběh jak směrem zvyšující se rychlosti deformace, tak i při snižování rychlosti deformace, a na časově závislé, které vykazují na deformačních křivkách hysterezní smyčku. Ideální materiály s časově nezávislým průběhem funkce $D=f(\tau)$ jsou:

- Newtonovská
- Pseudoplastická
- Dilatantní
- Binghamovská
- Pseudoplastická s mezním smykovým napětím
- Dilatantní s mezním smykovým napětím

Materiály s časově závislým průběhem funkce $D=f(\tau)$ jsou:

- Kladně tixotropní
- Kladně reopektní
- Záporně tixotropní
- Záporně reopektní

Z průběhu deformačních křivek lze usuzovat na strukturu a chování materiálů. U časově nezávislých materiálů jako dilatantní materiál označujeme takový, u kterého se projevuje růst zdánlivé viskozity s růstem rychlostního gradientu. Plastický materiál je takový, kde naopak s růstem rychlostního gradientu viskozita klesá. U časově závislých materiálů je to složitější v tom, že při růstu a poklesu rychlostního gradientu se na deformačních křivkách vytváří hysterezní smyčka. Tixotropní materiál vykazuje s růstem rychlostního gradientu pokles viskozity a s poklesem rychlostního gradientu viskozita roste. Jestliže při konstantním D odpovídá stoupající větvi větší τ než klesající větvi, označujeme takový materiál za kladně tixotropní, a během míchání se bude jeho viskozita snižovat. Záporně tixotropní materiál je takový, kdy na stoupající větvi je τ nižší než na klesající větvi, a u takového materiálu se bude jeho viskozita při míchání zvyšovat.

Viskozitu jílových suspenzí měříme na různých typech viskozimetrů: pádový (Stokesův, Höpplerův), průtokový (Kohlův) nebo rotační (válec-válec, kužel-deska, atd.). Při

měření na rotačním viskozimetru se sleduje odpor, který klade suspenze vzájemnému pohybu dvou ploch.

CÍL CVIČENÍ

- 1) Příprava kaolínové suspenze**
- 2) Stanovení dynamické viskozity η (viz obr. 1) a grafické znázornění závislosti viskozity na otáčkách viskozimetru**
- 3) Identifikace měřené suspenze (materiál tixotropní, reopektní, apod.) a popis účinku ztekucovadla**



Obr. 1 Rotační viskozimetr Expert [7].

PRACOVNÍ POSTUP

1) Příprava kaolínové suspenze

- ✓ Navážit 290 g kaolínu
- ✓ Odměřit 440 ml vody
- ✓ Objem suspenze pro měření cca 600 ml
- ✓ Přídavek ztekucovadla 0,2 ml (2 kapky)

2) Stanovení dynamické viskozity η

- ✓ Nejprve se pro měření použije neztekucená kaolínová suspenze, pro druhé měření se tato suspenze ztekutí vodním sklem
- ✓ Po zapnutí přístroje se provede jeho autotestování
- ✓ Poté se v hlavním menu viskozimetru podle pokynů vyučujícího nastaví jazyk a jednotky pro měření
- ✓ Dále je nutné nastavit typ vřetena, který bude použit pro měření a rychlost jeho otáčení
- ✓ Samotné stanovení spočívá v proměření dynamické viskozity kaolínové suspenze při různých rychlostech otáčení vřetene (viz předdefinovaná řada rychlostí 0,3 – 100 rpm) s různými vřeteny (R2 – R7)
- ✓ Měření je možné považovat za správné a platné tehdy, pokud viskozimetr udělá pět otáček vřetene a vytížení vřetene leží v rozmezí 15 – 100 %, nejvhodnější hodnoty jsou 50 – 90 %
- ✓ Použitá nádoba má mít větší průměr než 83 mm, vhodná je kádinka 600 ml; suspenze musí být bez bublin, homogenní; stálost hloubky ponoru vřetene určují rysky na vřeteni

3) Grafické znázornění závislosti viskozity na otáčkách a identifikace měřené suspenze

- ✓ Naměřené hodnoty dynamické viskozity se graficky znázorní v závislosti na otáčkách vřetene
- ✓ Podle tvaru sestrojené závislosti se zhodnotí reologické chování měřené suspenze
- ✓ V závěru se popíše a zdůvodní účinek ztekucovadla

ÚLOHA Č. 6

REOLOGIE KERAMICKÝCH TĚST

(Stanovení optimální vlhkosti těsta Pfefferkornovým přístrojem)

TEORETICKÝ ÚVOD

Reologické chování keramických těst lze popsat různými metodami, přičemž každá z metod bude materiál charakterizovat specifickým způsobem. Volbu metody nebo její kombinaci s několika dalšími přizpůsobujeme tomu, jakým technologickým postupem má být těsto vytvářeno. Jednou ze základních vlastností důležitých pro tváření je vlhkost keramického těsta.

Pro stanovení optimální a pracovní vlhkosti těsta se používá Pfefferkornův přístroj. Podstatou zkoušky je zjistit deformaci válečku ze zkoumaného těsta (s různou vlhkostí) na tomto přístroji. Ze závislosti deformace na vlhkosti se určí optimální vlhkost W_{opt} , resp. pracovní vlhkost W_p .

CÍL CVIČENÍ

- 1) Příprava dvou plastických těst s různou vlhkostí a příprava válečků
- 2) Určení deformačních poměrů těst na Pfefferkornově přístroji (viz obr. 1)
- 3) Vyhodnocení vlhkosti těst
- 4) Výpočet a grafické znázornění optimální vlhkosti



Obr. 1 Pfefferkornův přístroj s formou na válečky [8].

PRACOVNÍ POSTUP

1) Příprava plastických těst a válečků

- ✓ Z 500 g vzorku zeminy se připraví 2 plastická těsta s různou vlhkostí postupným přidáváním vody a současným ručním zpracováním
- ✓ Těsta se nechají uležet ve vlhkém prostředí asi 24 hodin
- ✓ Z každého těsta se připraví 3 zkušební válečky ručním zatloukáním do kovové formy, válečky musí být stejnorodé a bez vzduchových bublin
- ✓ Při přípravě válečků se z každého těsta odebere vzorek pro stanovení vlhkosti – na vysušené a předem zvážené hodinové sklíčko nebo Petriho misku se naváží vzorek části těsta o hmotnosti asi 10 g
- ✓ Vzorky pro stanovení vlhkosti se suší do konstantní hmotnosti v sušárně při teplotě 110 °C a poté se opět zváží
- ✓ Minimální doba sušení je 30 minut

2) Určení deformačních poměrů těst

- ✓ Pfefferkornův přístroj se vyrovná do vodorovné polohy a při spuštěné deformační desce se nastaví nula na pohyblivé stupnici a spodní ryska na noniové stupnici
- ✓ Deformační deska se vysune do horní polohy a zaaretuje se
- ✓ Změří se výška válečku s přesností 0,1 mm a postaví se na střed základové desky přístroje
- ✓ Uvolní se aretace a deformační deska se nechá volným pádem spadnout na váleček, který zdeformuje
- ✓ Opět se změří výška válečku
- ✓ Deformační poměry těst d_1 a d_2 jsou poměry aritmetických průměrů výšek tří zkušebních válečků po deformaci a před deformací vypočtené podle vzorce (1).

$$d_i = \frac{h_1}{h_0} \quad (1)$$

kde d_i je deformační poměr, (-);

h_1 aritmetický průměr výšek 3 válečků po deformaci, v (mm);

h_0 aritmetický průměr výšek 3 válečků před deformací, v (mm).

- ✓ Podmínkou správnosti měření je, že deformační poměry budou ležet v oblasti mezi hodnotami 0,20 – 0,80

3) Vyhodnocení vlhkosti těst

- ✓ U vzorků odebraných z obou těst se stanoví vlhkost těsta W v % podle vztahu (2)

$$w_i = \frac{m_v - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad (2)$$

kde w_i je vlhkost těsta, v (%);

m_v hmotnost vlhkého vzorku, v (g);

m_s hmotnost suchého vzorku, v (g).

5) Výpočet optimální a pracovní vlhkosti

- ✓ Z vlhkostí těst a deformačních poměrů se vypočte optimální vlhkost W_{opt} v procentech podle vzorce (5)

$$W_{opt} = w_1 + \frac{w_2 - w_1}{d_2 - d_1} \cdot (d - d_1) \quad (5)$$

kde W_{opt} je optimální vlhkost těsta, v (%);

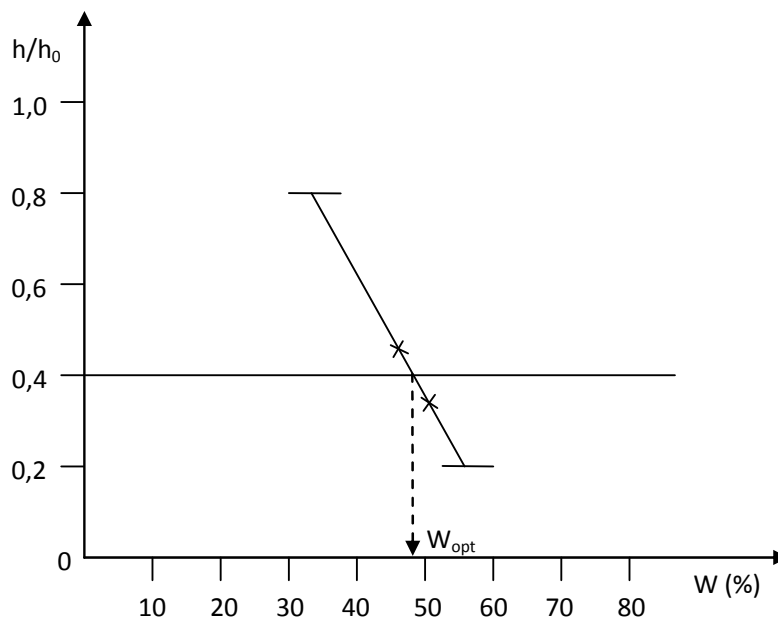
w_1, w_2 vlhkost zkoušených těst, v (%);

d_1, d_2 deformační poměr těst při vlhkostech w_1 a w_2 , (-);

d deformační poměr konstantní hodnoty 0,40 charakterizující ukazatel optimální vlhkosti keramických těst, nebo deformační poměr konstantní hodnoty 0,60 charakterizující optimální vlhkost cihlářských těst, (-).

6) Grafické určení W_{opt}

- ✓ Do grafu závislosti $d=f(W)$ se vyznačí vypočtené hodnoty deformačních poměrů a příslušných vlhkostí (viz obr. 2)
- ✓ Vynesené body se propojí v úsečku, která bude u keramických těst pozvolnější
- ✓ Zakreslí se rovnoběžka s osou x procházející bodem 0,4/0,6 na ose y
- ✓ V bodě, kde se rovnoběžka dotkne úsečky, spustí se kolmice, která označí optimální vlhkost W_{opt} na ose x pro dané těsto a odečte se



Obr. 2 Ukázka grafického určení optimální vlhkosti.

ÚLOHA Č. 7

STANOVENÍ DÉLKOVÝCH ZMĚN KERAMICKÝCH SUROVIN SUŠENÍM

(Bigotova křivka)

TEORETICKÝ ÚVOD

Délkové změny sušením a pálením jsou změny lineárních rozměrů zkoušeného tělíska, které vyplývají ze změn textury nebo modifikační či chemické přeměny přítomných složek účinkem přiváděného tepla. Jsou doprovázeny zvýšením nebo snížením objemové hmotnosti. Rozeznávají se kladné a záporné změny a vyjadřují se v procentech původních rozměrů.

Smrštění je záporná délková změna a rozlišuje se smrštěním: sušením, pálením a celkové. Nárůst je kladná délková změna.

Sušení je proces, kdy dochází k odstraňování mechanicky a fyzikálně vázané vody vypařováním, zpravidla zahříváním. Částice se přibližují, nastává úbytek hmotnosti a smršťování. Od určitého okamžiku, kdy se už částice dotýkají v bodech nebo plochách, voda vyplňuje jen mezery mezi nimi, posuzujeme už jen úbytek hmotnosti, protože ke smršťování téměř nedochází. Absolutní vlhkost vzorku, při které končí smršťování (úbytek hmotnosti ještě pokračuje) označujeme jako kritickou vlhkost W_{kr} . Hodnotu kritické vlhkosti určujeme z Bigotovy křivky, pomocí které je možno sledovat průběh sušení. Je tvořena závislostí hodnot vlhkosti vzorků W na jejich relativní délkové změně (smrštění) S_s .

Průběh sušení lze sledovat také jako závislost rychlosti sušení na čase, z které plyne rozdělení průběhu sušení do tří údobí. V prvním údobí dochází k prohřevu materiálu, ve druhém dochází při konstantní rychlosti sušení k odpařování vody z povrchu materiálu, které je doprovázeno smrštěním materiálu a které končí po dosažení kritického bodu, a ve třetím je klesající rychlost sušení a končí dosažením rovnovážné vlhkosti.

Citlivost k sušení je náchylnost k tvorbě trhlinek a jiných deformací vlivem sušení. Vyjadřuje se poměrem rozdílu mezi obsahem vody vytvářecí a obsahem vody kritické k obsahu vody kritické.

CÍL CVIČENÍ

- 1) Příprava zkušebních tělísek
- 2) Stanovení vlhkosti a smrštění vzorků
- 3) Sestrojení Bigotovy křivky (viz obr. 1)
- 4) Určení bezpečné a nebezpečné oblasti sušení, W_{kr} , S_c a k_c

PRACOVNÍ POSTUP

1) Příprava zkušebních tělísek

- ✓ Z plastického těsta o určité vlhkosti vytvarujeme 5 kusů cihliček tak, aby na každé cihličce šly vyznačit nožem diagonální rysky normované velikosti (5 cm) obvykle ve směru úhlopříček a každou cihličku zvážíme
- ✓ Zkušební cihličky se při vytváření ani manipulaci s nimi nesmí deformovat

2) Stanovení vlhkosti a smrštění vzorků

- ✓ Cihličky sušíme nejprve volně na vzduchu 2 – 8 hodin, po dosažení kožovitého stavu, se suší bez přikrytí za občasného obracení na protilehlou plochu 24 – 48 hodin, až se přestanou smršťovat; během volného sušení (provést alespoň 6x) je třeba vždy změřit úhlopříčky a zvážit každý vzorek
- ✓ Dosoušejí se v sušárně asi 12 hodin při teplotě 110 °C do konstantní hmotnosti, tj. rozdíl dvou po 30 minutách následujících váženích nesmí být větší než 0,2 g
- ✓ Po každém měření se ze zjištěných hodnot vypočte vlhkost w podle vztahu (1)

$$w = \frac{m_v - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad (1)$$

kde w je vlhkost pracovního těsta, v (%);

m_v hmotnost vlhkého vzorku (po vytvoření a dále během sušení), v (g);

m_s hmotnost vysušeného vzorku (poslední naměřená hodnota), v (g).

- ✓ Po každém měření se ze zjištěných hodnot vypočte relativní délková změna, smrštění (S_s) podle vztahu (2)

$$S_s = \frac{l_v - l_s}{l_v} \cdot 100 \quad (2)$$

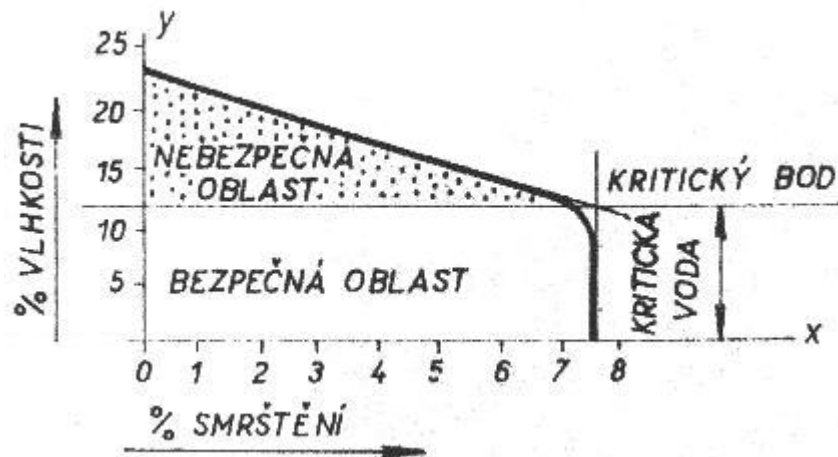
kde S_s je smrštění, v (%);

l_v aritmetický průměr délky úseček naměřených na úhlopříčkách vlhkého vzorku (první naměřená hodnota), v (mm);

l_s aritmetický průměr délky úseček naměřených na úhlopříčkách suchého vzorku (hodnoty naměřené během sušení, kromě první), v (mm).

3) Sestrojení Bigotovy křivky

- ✓ Bigotova křivka je závislostí vlhkosti a smrštění vzorků



Obr. 1 Bigotova křivka [1].

4) Určení bezpečné a nebezpečné oblasti sušení, W_{kr} , S_c a k_c

- ✓ Na základě vypočtených hodnot w a S_s se sestrojí Bigotova křivka, která je závislostí vlhkosti na smrštění a z ní se určí:
 - bezpečná a nebezpečná oblast sušení
 - kritická vlhkost W_{kr}
 - celkové smrštění S_c
 - koeficient citlivosti materiálu k sušení k_c
- ✓ Určení koeficientu citlivosti materiálu k sušení k_c se provede podle vztahu (3)

$$k_c = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \quad (3)$$

kde k_c je koeficient citlivosti materiálu k sušení, (-);

W_1 obsah vody při vytvoření zkušebního tělíska, v (%);

W_2 obsah kritické vody, v (%).

- ✓ Daný materiál je potom možno zařadit do některé z následujících skupin
 - $k_c < 1,2$ materiál je málo citlivý k sušení
 - $k_c = 1,2 - 1,7$ materiál je středně citlivý k sušení
 - $k_c > 1,7$ materiál je velmi citlivý k sušení