

Inovace předmětu „Vlastnosti keramických materiálů“ příprava praktických cvičení“

Laboratorní úlohy

1. MĚŘENÍ GRANULOMETRICKÉ SKLADBY ADREASENOVOU PIPETOU
2. BLAINOVA METODA A PYKNOMETRY V PRAXI
3. KOROZNÍ ODOLNOST KERAMICKÉHO STŘEPU
4. STANOVENÍ DOBY TUHNUTÍ MATERIÁLU (VICAT)
5. ZKOUŠENÍ STÉKAVOSTI GLAZUR
6. STANOVENÍ TVARU ZRN – TVAROVÝ INDEX

Vypracovala: Hana Ovčačiková, Miroslava Klárová

1. GRANULOMETRIE – ANDREASENOVA METODA

TÉMA

Sedimentační analýza je určena pro velikost částic menších než 60, resp. 40 μm . V praxi se takto stanovují podíly, které projdou sítím 63 μm .

Sedimentační metody jsou nepřímou založeny na pádové rychlosti částic v kapalném nebo plynném prostředí, v gravitačním nebo odstředivém poli. Nejběžnější sedimentační metodou je Andreasenova metoda, vycházející ze Stokesova zákona. Pro měření musejí být dodrženy následující podmínky:

- Částice musejí být v prostředí dokonale dispergovány
- Disperze musí být stabilní bez shlukování, koagulace materiálu
- V měřeném systému nesmí docházet ke konvektivnímu toku, který může být výsledkem například teplotního gradientu

Z výše uvedeného vyplývá, že během měření se s měřicím válcem nesmí hýbat, teplota okolí i měřeného systému musí být konstantní, a měřený materiál nesmí reagovat s tekutinou, do které je vnesen.

Stokesův zákon určuje rychlost částice (v) padající z určité výšky (h), v jistém prostředí o hustotě (ρ_l) a viskozitě (η). Pro výpočet se předpokládá zjednodušení v podobě kulovité částice o průměru (d) a hustotě (ρ_s). V tom případě má Stokesův vztah pro výpočet průměru částice tento tvar:

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

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

t je sedimentační čas, (s).

ÚKOL

- 1) Vypočítat sedimentační časy vybraných zrnitostních podílů zkoušeného materiálu
- 2) Určit zrnitostní skladbu zkoušeného materiálu Andreasenovou metodou
- 3) Vypočítat jednotlivé zrnitostní podíly.

POSTUP

1) Výpočet sedimentačních časů

- Pro vybranou hodnotu průměrné částice d (m) a výšky h (m) se vypočte sedimentační čas t (s), který se převede do formátu h:mm:ss. (vybrané průměry částic a výšky jsou již uvedeny v tabulce níže). Vypočtené časy se zanesou do tabulky a také rozmezí velikosti 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 | $\frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100$ | |
| 0,194 | $20 \cdot 10^{-6}$ | | | m_2 | | |
| 0,191 | $10 \cdot 10^{-6}$ | | | m_3 | | |
| 0,188 | $5 \cdot 10^{-6}$ | | | m_4 | | |
| 0,185 | $2 \cdot 10^{-6}$ | | | m_5 | $\frac{m_5 - m_4}{m_0} \cdot 100$ | |

2) Určení zrnitostní skladby

- Navážít vzorek kolem 10 g na dvě desetinná místa
- Vnést vzorek v suspenzi do odměrného válce
- Doplnit odměrný válec destilovanou vodou do výšky h_0
- Promíchat a ihned (čas t_0) odebrat 1. podíl (základní odběr) a vypustit do zvážené porcelánové misky
- Odebraný podíl vysušit do konstantní hmotnosti (m_0)
- Další odběry následují v čase $t_1, t_2, \text{atd.}$

3) Výpočet jednotlivých zrnitostních podílů

- Základní odběr v čase t_0 obsahuje částice všech velikostí, hmotnost základního odběru je m_0
- Odběr v čase t_1 bude podobně m_1
- Rozdíl mezi $m_0 - m_1$ 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

$$p = \frac{m_0 - m_1}{m_0}$$

- Obdobně hmotnostní podíl m_2 odebraný v čase t_2 už neobsahuje částice větší než d_2 , tedy podíl velikosti částic se vypočte podle vztahu

$$p = \frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

2. KOROZNÍ ODOLNOST KERAMICKÉHO STŘEPU

TÉMA

Keramické materiály jsou často použity při vysokoteplotních aplikacích jako ochrana jiných materiálů nebo pro zajištění specifických podmínek. Korozí je jeden z limitních faktorů, které snižují životnost keramických materiálů, a která je obvykle intenzivnější s rostoucí teplotou. K poškození keramiky dochází zejména díky působení plynů, kapalin, tavenin. Typicky bývá korozním médiem roztavený kov, sklovina, struska, apod.

ÚKOL

- 1) **Výroba zkušebních těles pro korozní zkoušky**
- 2) **Korozní zkouška**
- 3) **Vyhodnocení korozní zkoušky**

POSTUP

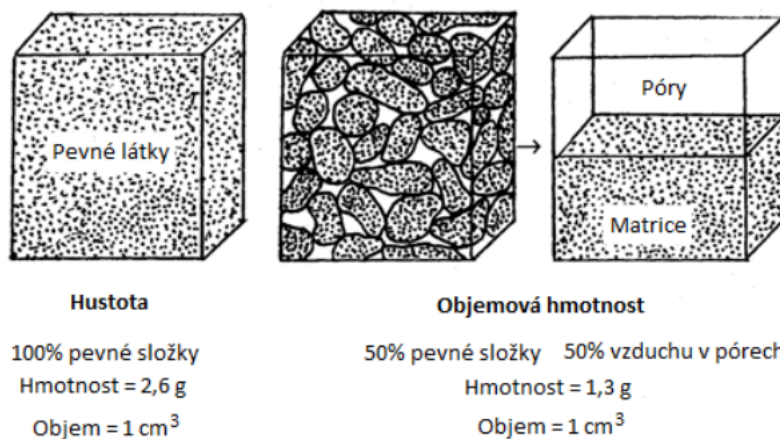
- 1) **Výroba zkušebních těles**
 - Podle dané receptury namíchat a zavibrovat žárobeton, uložit do vlhkého uložení
 - Zkušební tělesa po 24 hodinách ve vlhkém uložení odformovat a tepelně zpracovat podle normovaného postupu ČSN EN 1402-5
 - Zkušební tělesa po tepelném zpracování nafotit, změřit, zvážit
- 2) **Korozní zkouška**
 - Zvolit korozní médium a připravit zkušební těleso na korozní zkoušku
 - Zvolit režim tepelné expozice – simulace konkrétních provozních podmínek
 - Provést interakci zkušebního tělesa a korozního média
- 3) **Vyhodnocení korozní zkoušky**
 - Vizuálně určit druh koroze, ke kterému během tepelné expozice došlo

3. MĚRNÝ POVRCH A HUSTOTA V PRAXI

TÉMA

Hustota a měrný povrch patří mezi základní charakteristiky materiálů. Keramické materiály jsou specifické heterogenní strukturou, která obsahuje nejen pevnou látku, ale také póry. Póry ovlivňují především mechanické vlastnosti materiálu, nasákavost, korozní odolnost, izolační vlastnosti a další. Hustota je proto nedostačující parametr a je užitečnější stanovení objemové hmotnosti.

Hustota je tedy veličina, která říká, jak těžká je pevná látka o daném objemu, protože například u skla nebo kovů pevná složka látky zaujímá 100 % objemu. V případě keramických materiálů však bude hmotnost látky zaujímající daný objem menší, protože kromě pevné složky látky jsou v daném objemu obsaženy také póry.



Hustota materiálu je veličina potřebná pro stanovení dalších vlastností, jako je například měrný povrch materiálu. Povrch materiálu přichází do styku s jinými materiály nebo prostředím a proto je znalost jeho velikosti důležitá hlavně v případě, že se počítá s interakcí materiálu při jeho aplikaci. Vzhledem k tomu, že keramické materiály obsahují póry, povrch takového materiálu není ideálně hladký nebo minimálně neodpovídá přesně změřené ploše, kterou by bylo možné změřit u skla nebo kovů, protože obsahuje póry. Póry, a především ty otevřené, jsou promítnuty do velikosti povrchu materiálu a je nutné s nimi počítat. Proto se zavádí veličina měrný/specifický povrch.

V případě keramických materiálů je měrný povrch zajímavý také v případě, že je materiál práškový a velikostí částic lze ovlivnit například reaktivitu materiálu nebo jeho schopnost slinování.

ÚKOL

- 4) Stanovení hustoty vzorku pyknometrickou metodou
- 5) Výpočet navážky vzorku pro stanovení měrného povrchu
- 6) Změření času prostupu vzduchu vzorkem Blainovým přístrojem

7) Výpočet měrného povrchu

POSTUP

4) Stanovení hustoty pyknometrickou metodou

- Zvážit čistý, prázdný, suchý pyknometr se zátkou (vážení provádět vždy se zátkou!)
- Naplnit pyknometr do 1/3 zkušebním vzorkem
- Z rozdílu hmotnosti prázdného pyknometru a pyknometru se vzorkem vypočítat hmotnost vzorku – m_1
- Doplnit pyknometr opatrně destilovanou vodou tak, aby přebytečná voda přetekla kapilárou v zátce ven – voda nesmí obsahovat vzorek, v pyknometru nesmí zůstat uzavřené bubliny, osušit pyknometr, zvážit pyknometr – m_2
- Pyknometr vymýt, naplnit destilovanou vodou tak, že přebytečná voda přeteče kapilárou, osušit pyknometr, zvážit pyknometr – m_3
- Změřit teplotu destilované vody a určit její hustotu – ρ_{liq}
- Vypočítat hustotu vzorku – ρ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

$$\rho = \frac{m_1}{m_3 + m_1 - m_2} \cdot \rho_{liq}$$

5) Výpočet navážky vzorku pro stanovení měrného povrchu

- Ze stanovené hustoty vzorku ρ , známého objemu komůrky přístroje V a pórovitosti vzorkového lože e pro měření Blainovým přístrojem vypočítat navážku vzorku m (g)

$$m = \rho \cdot V \cdot e$$

6) Změření času prostupu vzduchu vzorkem Blainovým přístrojem

- Plnění komůrky Blainova přístroje vzorkem – perforovaný disk/kotouček, filtrační papír, vzorek, filtrační papír, pístem komůrky opatrně vše stlačit až k okraji komůrky, píst povytáhnout, pootočit o 90 ° a stlačit ještě jednou
- Komůrku jak je, vložit do Blainova přístroje a vyjmout píst z komůrky – vzduch bude nyní procházet pouze vytvořeným vzorkovým ložem
- V manometrické trubici přístroje vytvořit podtlak a změřit čas poklesu kapaliny mezi určenými ryskami
- Měření provést pro standard a pro zkoušený vzorek vždy dvakrát

7) Výpočet měrného povrchu

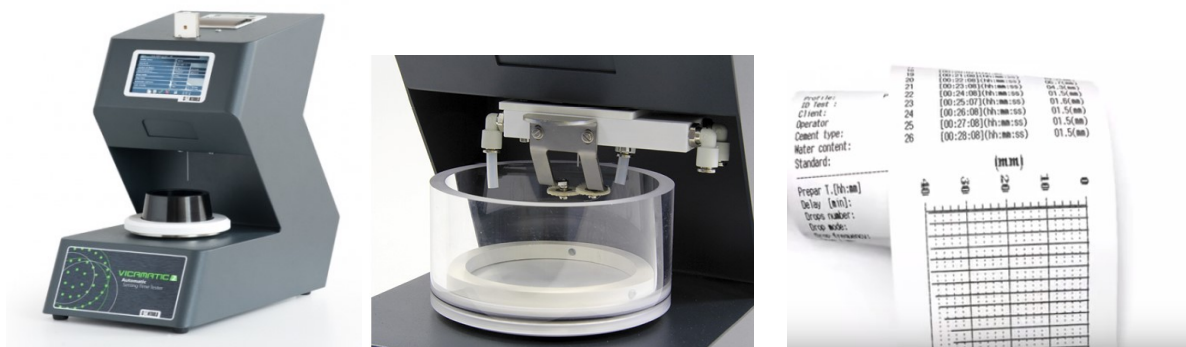
- Z naměřených časů pro standard t_0 vypočítat průměr, totéž provést pro časy zkoušeného vzorku t_1
- Vypočítat měrný povrch zkoušeného vzorku S ($\text{cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$)
- Hodnoty ρ_0 , t_0 a S_0 označují standard

$$S = \frac{\rho}{\rho_0} \cdot \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{t_0}} \cdot S_0$$

4. STANOVENÍ DOBY TUHNUTÍ MATERIÁLŮ (VICAT)

TÉMA

Doba tuhnutí (počátku tuhnutí, konce tuhnutí) se stanovuje pro cement a jiné materiály ve formě kaše např. jiným materiálem může být pro strusková hmota. Pro stanovení doby tuhnutí cementu platí norma ČSN EN 196-3 Metody zkoušení cementu – část 3: Stanovení dob tuhnutí a objemové stálosti. K měření tuhnutí a objemové stálosti se používá Vicatův přístroj. Ten může být a) mechanicky b) plně automatizovaný. V tomto cvičení použijeme Vicatův přístroj plně automatizovaný, viz obrázek. Na tomto přístroji lze provádět zkoušky dle předem nadefinovaných norem (EN 196-3, EN 480-2, ASTM C191, AASHTO T131), kdy požadovanou normu stačí jen do přístroje zadat. Testovací procedura může také být uživatelem upravena a uložena dle jeho definovaných požadavků. Výsledkem je záznam z měření.



Obr. 1 a) Vicatův přístroj b) záchyt pro vodní lázeň, c) záznam z Vicatova přístroje

ÚKOL

- 1) Připravte cementovou kaši, popřípadě jinou hmotu
- 2) Nastudujte postup měření, dle návodu případně dle internetového odkazu
- 3) Stanovte dobu tuhnutí

POSTUP

1) Příprava cementové kaše

- Navažte 500 g cementu s přesností ± 1 g. Množství destilované vody je (obvykle v intervalu 23% až 30% z hmotnosti cementu). Do míchací nádoby se nejprve vlije voda a do ní opatrně vsype cement, aby nedošlo ke ztrátám. Doba, po kterou se vsypává cement do vody, musí být delší než 5 s, ale nesmí překročit 10 s. Poté se zvedne míchací nádoba do pracovní polohy a zařízení se uvede do chodu. Zaznamená se „nulový čas“ s přesností jedné minuty. Míchání se provádí nízkou rychlostí po dobu 90 s, pak se míchání na 30 s zastaví a setřese kaše ulpělá na

stěnách nádoby. Domíchání se provede opět nízkou rychlostí otáček metly po dobu dalších 90 s. Celková doba míchání je 3 minut.

2) Postup měření

- Součástí Vicatova přístroje je prstenec tvaru komolého kužele z tvrzené pryže, který se naplní cementovou kaší a povrch se bez zhuštění zarovná. Naplněný Vicatův prstenec je umístěn v záchytné nádrži na vodu.
- Nasaďte jehlu a instalujte čisticí zařízení.
- Záchytnou nádrž na vodu naplňte vodou tak, aby byl povrch cementové kaše alespoň 5 mm pod vodou. Celá sestava je ponořena do vodní lázně o teplotě $20 \pm 1^\circ\text{C}$.
- Následně přístroj zapněte!!! a vložte USB disk.
- Na hlavním menu (set run) vyberte požadovanou zkoušku, napište, o jakou normu se jedná např. „EN 196-3“, dále zadejte a vždy potvrďte zelenou šipkou → počet vpichů → rozmístění vpichů → frekvence vpichů → nastavení režimu → nastavení doby výdrže (norma EN 196-3 = 30 sec.). Po nastavení všech požadovaných údajů spusťte měření přístroje.

Začátek tuhnutí – Vicatova jehla je 1 mm nad dnem. Jehla vertikálně pronikne do kaše, kde zůstane po dobu nastavené výdrže. Poté dojde k vysunutí a zápisu hodnoty naměřené hloubky vpichu. Doba, která uplyne mezi nulovým časem a časem, ve kterém je vzdálenost mezi jehlou a základní deskou (6 ± 3) mm, je počáteční doba tuhnutí cementu.

Konec tuhnutí – jehla je méně než 1 mm pod povrch kaše. Koncem tuhnutí se rozumí doba, která uplynula od vsypání cementu do míchačky (nulového času) po okamžik, kdy jehla pronikla do zatvrdlé cementové kaše do hloubky 0,5 mm.

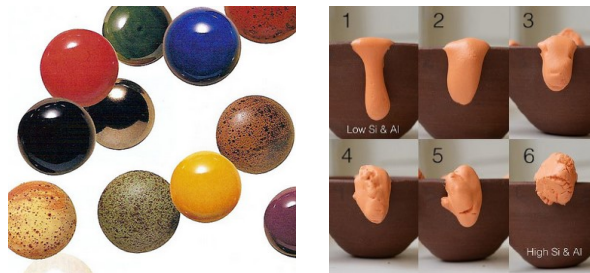
Doba od přípravy kaše do konce tuhnutí – doba tuhnutí. Počátek tuhnutí je minimálně 45 až 60 minut obvykle ale trvá 3 až 5 hodin. Doba tuhnutí cementu je maximálně 12 hodin a bývá 4 až 6 hodin. S rostoucím obsahem vody se tuhnutí prodlužuje a se zvýšením teploty se doba zkracuje.

Doporučené video: https://www.youtube.com/watch?v=ojqCEWwo_pk

5. ZKOUŠENÍ STÉKAVOSTI GLAZUR

TÉMA

Povrch keramických výrobků je ve většině případů pokryt glazurou (obr. 1). Glazury mají vzhled i jméno příbuzné se sklem (Glass-sklo). Je to skelná vrstva, která je spojena s keramickým střepekem a dělá jej nepropustným, chemicky odolnějším, pevnějším a vizuálně atraktivnějším. Glazury jsou děleny podle různých hledisek (podle obsahu olova, podle barvy, teploty a prostředí výpalu, efektu, surovin aj.)



Obr. 1 a) glazura 2) stékavost ovlivněna přísadkou Si a Al

Glazura nemá přesný bod tání – při zahřívání měkne (klesá její viskozita). Viskozita je jednou z nejdůležitějších vlastností glazur, neboť má rozhodující význam pro jejich chování při aplikaci na keramický výrobek a určuje jejich použitelnost v konkrétním případě. Viskozita charakterizuje vnitřní tření a je tedy mírou tekutosti kapalin. Roztavené glazury můžeme považovat v podstatě za newtonské kapaliny. Platí pro ně Newtonův zákon viskozity – dynamická viskozita kapalin nezávisí na gradientu rychlosti. Dynamickou viskozitu vypočteme ze vztahu:

$$\tau = \eta \frac{dv}{dy}, \quad (\text{Pa}\cdot\text{s})$$

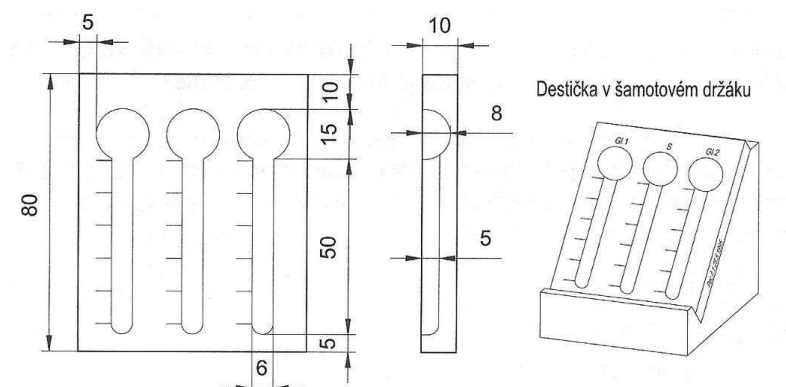
Kde τ ..je tečné napětí, dv/dy ... gradient rychlosti, η ...dynamická viskozita

$$v = \frac{\eta}{\rho}, \quad (\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$$

Kde v .. je kinematičká viskozita, ρ ...hustota, η ...dynamická viskozita

Viskozita glazury v roztaveném stavu závisí na jejím chemickém složení, u glazury daného chemického složení pak především na teplotě. Glazura při zahřívání měkne, její viskozita klesá. Glazura nemá přesný bod tání, ale měkne postupně v určitém rozmezí teplot. Hodnoty viskozity se pohybují v rozmezí několika řádů. Transformační bod je teplota, při níž glazura přechází ze stavu pevného do stavu elastického a viskózního a naopak. V této době nastává pnutí v glazuře. Proto ohřívání a ochlazování výrobků musí probíhat v oblasti transformační teploty pomalu. Záměrně se připravují i stékavé glazury jsou snadno tavitelné, jejich vypalovací teplota je nižší, než na kterou se skutečně vypalují. Při vyšší teplotě výpalu se sníží viskozita a glazura stéká ze svislých stěn výrobku. Tyto glazury se nanášejí v hrubší vrstvě na horní okraj výrobku. Stékavé glazury se získají snížením obsahu

Al_2O_3 a SiO_2 nebo zvýšením obsahu taviv, hlavně PbO a alkálií, vnesením nebo zvýšením obsahu B_2O_3 , případně přidáním měkčí frity.



Obr. 2 Žlábkový viskozimetr

V provozu se u glazur neměří viskozita, ale stékavost, a to pomocí žlábkového viskozimetru. Jedná se o hranol, jeho jedna stěna svírá s podstavou úhel 45° . Popřípadě destička, která se v peci ukládá na podstavec se sklonem 45° . V této stěně jsou dva nebo více žlábků, které začínají prohlubní pro umístění vzorku glazury. Z glazurované směsi vytvoříme tabletu nebo kuličku, která se přilepí do prohlubně na horním konci žlábků. Podstavec se vzorky vypálíme na požadovanou teplotu. Stékavost testované glazury se porovnává se standardní glazurou, umístěnou v dalším žlábků. Odečítá se podíl dílků, kam glazury stekly. Při zkoušce se musí připravit obě kuličky nebo tablety tak, aby měly stejnou hmotnost. Hodnocení je relativní, udává se stékavost v centimetrech na úhlový stupeň sklonu.

ÚKOL

- 1) Odvažte přesně suroviny pro přípravu glazur
- 2) Vylisujte tabletu, popřípadě kuličku dle návodu
- 3) Stanovte vypalovací křivku a vyhodnoťte stékavost připravených glazur

POSTUP

3) Příprava glazur

- Odvažte jednotlivé suroviny a vylisujte tabletu. Vložte do žlábkového viskozimetru a umístěte do elektrické odporové pece. Nastavte doporučenou teplotu výpalu. Po vychladnutí pece vyhodnoťte průběh stékavosti.
- Další možností testování glazur je aplikace glazur na keramické prstence, testovací destičky, kde se sleduje rovněž stékavost glazur. V tomto případě se glazura připravuje standardním způsobem, kde se smíchá s vodou, přecedí se a aplikuje na přežahnutý střepek.

Tabulka 1. Receptury pro glazury

| Glazura | Receptura |
|---------|--|
| G1 | křemičitan olovnatý (Ferro 3498) 60%, pegmatit 9% plavená křída 11% plastický kaolín 20% |
| G2 | oxid manganatý 70%, červený hliněný prášek 30%, oxid mědi 10% |
| G3 | komerční glazura, dle vlastního výběru |



Obr. 3 Příprava glazur z prášků

6. STANOVENÍ TVARU ZRN – TVAROVÝ INDEX

TÉMA

ČSN EN 933-4 Stanovení tvaru zrn – Tvarový index. Jednotlivá zrna ve vzorku hrubého kameniva jsou roztríděována na základě poměru jejich délky k tloušťce, obvykle pomocí dvoučelistového posuvného měřidla. Tvarový index se vypočítá jako hmotnostní podíl zrn, jejichž poměr rozměrů $L/E > 3$ a vyjádří se jako procento k celkové hmotnosti zkoušených zrn.



ÚKOL

- 1) Připravte si různé druhy kameniva a vysušte jej
- 2) Změřte kamenivo a definujte K/NE
- 3) Vypočtete SI

Postup

- Vzorky kameniva se vysuší při teplotě $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.
- Pro danou zkoušku se roztřídí vysušená zrna kameniva dostatečným protřepáním mezi síty min. 4 mm až max. 63 mm.
- Nachystá se zkušební navážka úzké frakce tzv. zmenšováním vzorků dle EN 932-2 (je připraveno 50 zrn z 1 frakce hrubého kameniva)
- Zvažte všechna zrna najednou M1.
- Posoudí se délka L a tloušťka E každého zrna obvykle pomocí dvoučelistového posuvného měřítka a oddělí se zrna, která mají rozměrový součinitel $L/E > 3$ (zrna nekubická).
- Zvažte skupinu zrn nekubického formátu M2.
- Pro studijní účely budou měřeny a zaznamenávány délky L a tloušťky E a zároveň počítány a zaznamenávány poměry těchto rozměrů do tabulky č. 2

Příprava zkušební navážky

Tabulka 1 Hmotnost zkušební navážky

| Horní velikost zrna D [mm] | Hmotnost zkušební navážky (nejmenší) [kg] |
|----------------------------|---|
| 63 | 16 |
| 45 | 1 |
| 32 | 8 |
| 6 | 0,1 |

Tabulka 2 Charakterizace vzorků

| Číslo vzorku Frakce d/D | Délka L (mm) | Tloušťka E (mm) | Poměr | Zařazení K/NEK |
|-------------------------|--------------|-----------------|-------|----------------|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |

Výpočet a vyjádření výsledků

Tvarový index SI se vypočítá podle vztahu: $SI = (M1/M2) * 100$

kde: M1 je hmotnost zkušební navážky [g]

M2 je hmotnost nekubických zrn [g]

Výsledek se zaokrouhlí na celé číslo