

PŘÍSPĚVEK KE STANOVENÍ REOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ KERAMICKÉHO TĚSTA

VLADIMÍR LACH, ALOIS TOPOLÁNEK*

Vysoké učení technické, Stavební fakulta, Gorkého 7, 662 38 Brno
*Přerovské strojířny, n. p. 750 53 Přerov

Došlo 6. 10. 1982

Původní přístroj pro stanovení reologických vlastností plastického keramického těsta je postaven na principu kapilární reometrie. Přístroj umožňuje standardní přípravu zkušebních tělísek a provedení zkoušky plastické suroviny v rozsahu běžných provozních konzistencí při dodržení zvolené teploty. Výsledek je zaznamenáván souřadnicovým zapisovačem ve formě pseudoreogramu — je ukázán způsob jeho přepočtu na reogram a interpretace konzistenční rovnici. Dále je naznačen strukturně reologický přístup na základě Sobotkova reologického modelu plastického těsta.

ÚVOD

Stěžejní operací cihlářské výrobní linky je nepochybně vytváření, na kterém závisí i průběh navazujících technologických operací — sušení a výpalu. V převážné většině závodů se dnes jako vytvářecího stroje používá žnekového lisu, který z plastické výrobní směsi vytváří souvislé pásmo, často velmi složitého profilu.

Průběh toku suroviny lisem a formování pásma v jeho předústí a ústí závisí jednak na strojním provedení funkčních částí lisu, a jednak na vlastnostech suroviny. Má-li pracovat za optimálních podmínek, musí být jeho strojní provedení přizpůsobeno vlastnostem suroviny, které jsou dány lokalitou závodu, takže je lze korigovat jen v omezené míře.

Studium vytvářecích vlastností konkrétní suroviny spadá do oblasti fenomenologické reologie, pokud se v prvním přiblížení pominou vztahy mezi mikrostrukturou plastického těsta a jeho reologickými parametry. Úkol lze formulovat také jako stanovení konzistenční rovnice plastického keramického těsta.

Vzhledem k předpokládanému cíli je nutné, aby reologické parametry byly stanoveny ve smyslu svých fyzikálních definic, jiné údaje by nemohly být dále matematicky zpracovány.

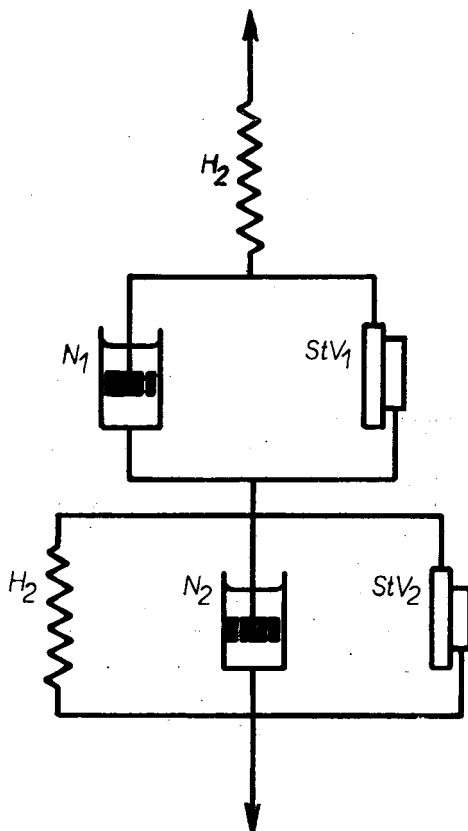
REOLOGICKÉ VLASTNOSTI KERAMICKÉHO TĚSTA

Keramické těsto je složitým třífázovým systémem, jehož pevnou fází tvoří zrna převážně silikátových minerálů různé disperzity, kapalnou fází je voda s rozpustnými elektrolyty a koloidy a vždy je přítomno určité množství vzduchu. Reologické vlastnosti komplexně vystihuje Sobotkův šestiprvkový reologický model (obr. 1).

Pružný prvek Hookův H_1 vyjadřuje pružnost spojenou s objemovými změnami a nezávislou na čase. Tato pružnost je z hlediska strukturní reologie dána především množstvím pórů v keramickém těstě, vyplněných vzduchem. Za běžných vytvářecích tlaků ji u dobře odvzdušněného těsta můžeme zanedbat.

Prostřední člen Sobotkova modelu je složen z Newtonova viskózního prvku N_1

a paralelního *St.* Venantova plastického prvku *StV*₁, které jsou v tomto řazení někdy pokládány za základní reologický typ látky a označovány jako vláčná látka. Až po dosažení mezního napětí se vláčná látka jeví jako pevná, po jeho překročení jako viskózní kapalina. Přetváření nad mezí toku je nevratné, neboť plastická deformace je trvalá. Vzrůstá-li dále napětí, probíhá přetváření vyšší rychlostí.



Obr. 1. Reologický model Sobotkovy látky.

Třetí člen je složen ze tří paralelních prvků, pružného H_2 , viskózního N_2 a plastického StV_2 . Vyjadřuje deformaci závislou na čase, která při zatížení vzrůstá a po odlehčení opět klesá až na určitou konečnou hodnotu danou parametrem *St.* Venantova prvku. Z hlediska mikrostruktury plastického těsta můžeme existenci tohoto členu připsat restauraci vodních sfér minerálních zrn, porušených při přetváření. Pružnost H_2 odpovídá pružnosti vodního obalu a je dána afinitou molekul vody k povrchu pevné fáze. Viskozita N_2 je viskozitou vody, která však v tomto případě nemá ryze kapalný charakter, neboť molekuly vody jsou v určité vrstvě pevně vázány a mají sníženou pohyblivost. Plasticita StV_2 reprezentuje vzájemné tření minerálních zrn o sebe, jež brání ustálení rovnováhy a jež musí být při přetváření překonány.

Vypuštěním prvku SiV_2 ze Sobotkova modelu obdržíme pětivrzkový model Schofieldův—Scott Blairův, který byl původně odvozen pro moučná těsta a byl přenesen i do keramiky, kde je znám jako model Maxwellův—Švedovův—Kelvi-
nův. Ze strukturního hlediska je pro keramická těsta Sobotkův model vhodnější, neboť vyjadřuje i zbytkové vnitřní napětí ve výlisech po vytváření, dané omezenou pohyblivostí vody a mikrozrn v keramickém těstě.

STANOVENÍ REOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ

Reologické parametry látek můžeme stanovit pouze metodami reometrickými na zařízeních, kde jsou v každém místě přesně definovány a matematicky vyjádřeny podmínky toku. K dispozici máme prakticky přístroje dvou typů, kapilární a rotační reometry. V jiných oborech se v současné době dává přednost rotačním reometrům, pro keramickou surovinu však nejsou vhodné, neboť intenzivní hnětení v úzké mezeře mezi koaxiálními válci mění vlastnosti měřené suroviny. U kapilárního reometru se surovina při průchodu měrnou částí neustále obnovuje. Průměr „kapiláry“ je nutno volit několik milimetrů. Název kapilární reometrie ponecháme vzhledem k běžnému označení této metody a způsobu vyhodnocení; vlastní měřicí element budeme nazývat měrnou trubicí a přístroj průtlačným reometrem. Abychom splnili podmínky, za kterých jsou zpracovány teoretické výpočty, musíme zajistit:

1. dostatečně dlouhou měrnou trubicí,
2. eliminaci okrajových efektů,
3. zabránění skluzu látky po stěně trubice.

Vzhledem ke konkrétním podmínkám měření keramických těst je dále nutno:

4. docílit značných tečných napětí,
5. umožnit zkoušku v rozmezí teplot 20—90 °C,
6. připravit vzorek pro zkoušku bez dutin a vytěsnění vody.

Poslední tři specifické podmínky znemožňují použití některého z továrně vyráběných přístrojů; proto bylo nutno vhodné zařízení vyrobit.

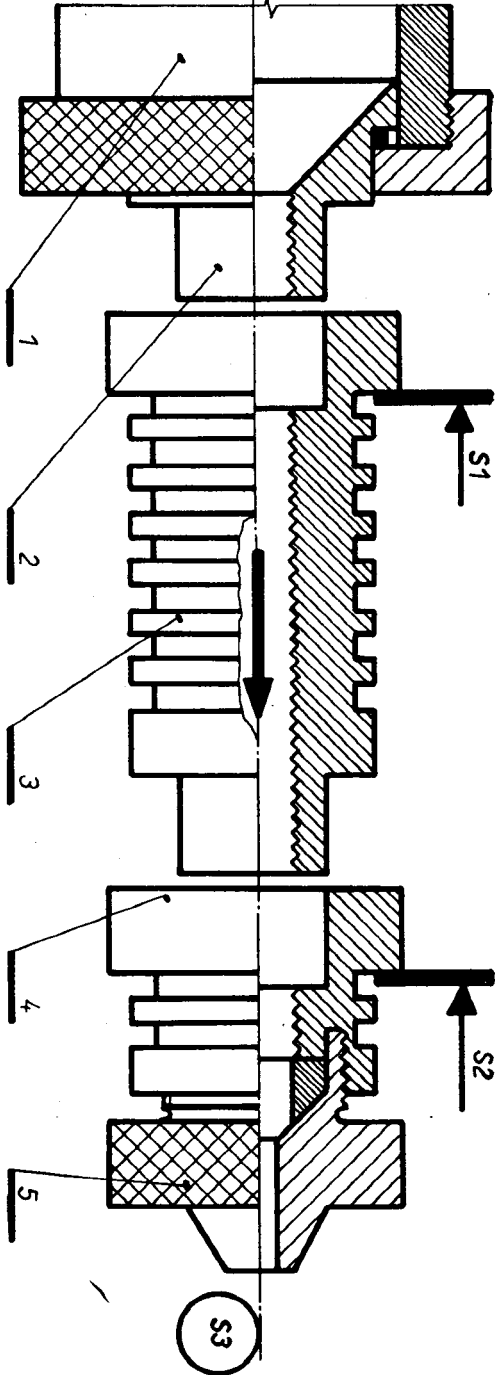
Princip průtlačného reometru je na obr. 2. Zkušební tělísko se vloží do surovinného válce 1 s hydraulicky poháněným pístem a uzavře matiči s redukční vložkou 2, opatřenou zevnitř závitem stejného provedení, jako následující trubice. Měrná trubice 3 je nasunuta volně na osazeném konci redukční vložky a přidržována silovým snímačem S1. Koncová trubice 4 je uložena stejným způsobem. Na jejím konci je našroubováno vyměnitelné ústí 5, za kterým je umístěn snímač rychlosti pásma S3. Snímač síly S2 není při této zkoušce využit.

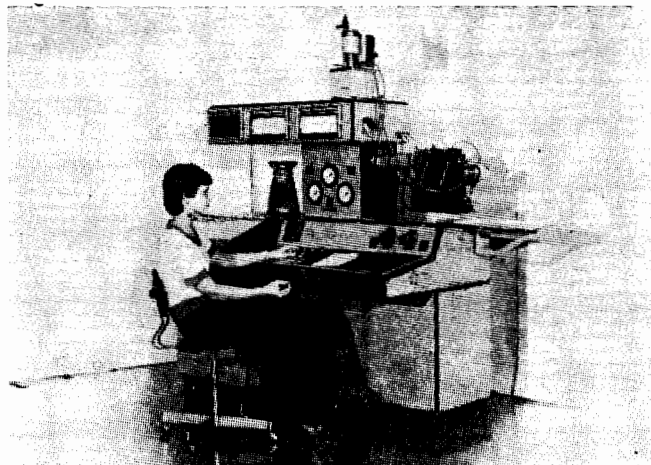
Všechny části jsou dvouplášťové a propojeny hadicemi, takže je lze temperovat vnějším okruhem termostatu na zvolené teplotě, ústí je přitom utěsněno zátkou s kontrolním teploměrem. Průtlačný reometr je podrobně popsán v [4], celkový pohled na přístroj je na obr. 3 a pohled na samostatný reometr je na obr. 4, kde je v otevřené poloze.

Vlastním měřicím elementem je měrná trubice, která je pro snížení skluzu po stěně opatřena zevnitř závitěm. Koncové efekty na vstupu a výstupu trubice jsou odstraněny trubicemi 2 a 4. Seškrcení průměru pomocí ústí způsobuje vznik hydrostatického tlaku, který napomáhá zatlačení měřené látky do závitů v trubicích.

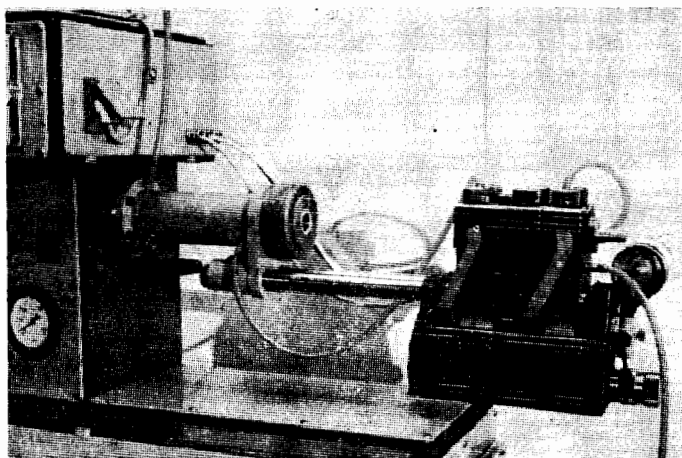
Síla, kterou je trubice unášena ve směru toku, je snímána a registrována přímo v jednotkách tečného napětí působícího na její vnitřní povrch za průchodu těsta.

Obr. 2. Schéma príslušného reometru.





Obr. 3. Průřlačný reometr, celkový pohled.



Obr. 4. Průřlačný reometr v otevřené poloze.

Přepočet je proveden ze vztahu

$$\tau_s = \frac{\Delta p R}{2l}, \quad (1)$$

kde τ_s je tzv. konzistenční proměnná. Současně snímáme rychlost pásma za ústím, ze které vypočteme objemový průtok a druhou konzistenční proměnnou

$$D_s = \frac{4\dot{V}}{\pi R^3}, \quad (2)$$

kteřou pro danou trubici a ústí můžeme přímo registrovat proti τ_s . Záznam $D_s = D_s(\tau_s)$ zakreslený na souřadnicovém zapisovači nazýváme pseudoreogram

Konzistenční proměnná τ_s má význam smykového napětí u stěny trubice a je přístrojem snímána přímo, kdežto druhá konzistenční proměnná D_s , která má význam smykové deformace u stěny, by měla odpovídatí hodnotu pouze u newtonské kapaliny. U jiných látek není však rychlostní profil toku v průřezu trubice parabolický, takže v blízkosti stěn je ve skutečnosti jiná deformační rychlost. U látek s mezí toku, kde v okolí středu osy trubice dochází k tzv. pístovému toku, jsou deformační rychlosti u stěny ve skutečnosti značně vyšší při stejném objemovém průtoku, než u látek newtonských.

Má-li být získán skutečný reogram, je nutno korigovat hodnoty konzistenční proměnné D_s na skutečnou hodnotu deformační rychlosti u stěny, což můžeme provést podle Matzner—Rabinowiczowy rovnice [2], [3]:

$$\left(-\frac{dv_x}{dr}\right)_s = \frac{3}{4} D_s + \frac{1}{4} \tau_s \frac{dD_s}{d\tau_s}, \quad (3)$$

kde výraz na levé straně rovnice je skutečná hodnota smykové deformační rychlosti u stěny.

Hodnotu diferenciálu na pravé straně rovnice stanovíme graficky jako směrnici pseudoreogramu, pokud není zakřiven, nebo jako průběh směrnic v několika bodech zakřiveného pseudoreogramu. Získaný reogram lze pak interpretovat konzistenční rovnicí [2].

Jde-li pouze o srovnání změn vlastností téže suroviny, např. se změnou teploty nebo obsahem vody, je pseudoreogram dostatečně názorný a není nutno přepočít provádět.

EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE

Ukázka pseudoreogramu výrobní směsi z cihelny Hrachovec je na obr. 5. Je překreslena podle záznamu ze souřadnicového zapisovače BAK 4T. Pseudoreogram 1, 2, 3 je značně konkávní — jde o málo plastickou surovinu — vypočteme proto alespoň tři hodnoty skutečných smykových rychlostí deformace u stěny, kterými proložíme reogram.

Body 1, 2 a 3 pseudoreogramu proložíme tečny (nejsou zakresleny) a vedeme s nimi rovnoběžky v počátku s_1 , s_2 a s_3 . Směrnice s_1 je vedena bodem 1 při $D_s = 25 \text{ s}^{-1}$ a $\tau_s = 214\,000 \text{ Pa}$ má hodnotu

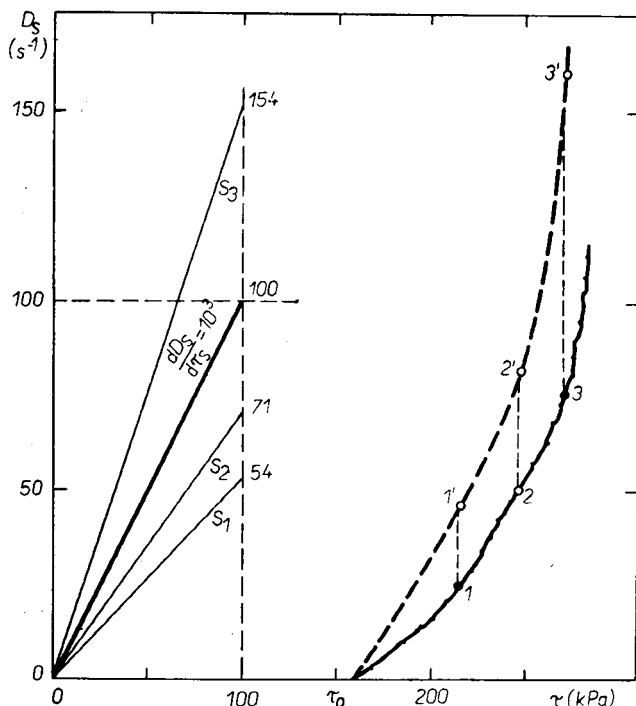
$$\frac{dD_s}{d\tau_s} = \frac{54}{100\,000} = 0,54 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}^{-1} \text{ s}^{-1},$$

a podobně vypočteme další hodnoty v tabulce:

bod	$\frac{D_s}{\text{s}^{-1}}$	$\frac{\tau_s}{\text{Pa}}$	$\frac{dD_s/d\tau_s}{\text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}}$
1	25	214 000	$0,54 \cdot 10^{-3}$
2	50	246 000	$0,71 \cdot 10^{-3}$
3	75	270 000	$1,54 \cdot 10^{-3}$

Dosazením do rovnice (3) obdržíme pro bod 1:

$$\left(-\frac{dv_x}{dr}\right)_s = \frac{3}{4} \cdot 25 + \frac{1}{4} \cdot 214\,000 \cdot 0,54 \cdot 10^{-3} = 47,64 \text{ s}^{-1}$$



Obr. 5. Přepočet pseudoreogramu na reogram.

pro bod 2 obdržíme asi 81 s^{-1} a pro bod 3 asi 160 s^{-1} , což jsou skutečné deformační rychlosti u stěny při tečných napětích uvedených v tabulce. Počáteční tečné napětí odečteme po prodloužení pseudoreogramu $\tau_0 = 160 \text{ kPa}$. Tímto postupem se bod 1 přesune do 1', bod 2 do 2' a bod 3 do 3'. Body 1', 2' a 3' proložíme křivku, tzv. reogram.

Interpretaci reogramu tokovou rovnicí provedeme obecně v exponenciálním tvaru podle Bulkleyova—Herschelova vztahu

$$\tau - \tau_0 < \mu_p \cdot D^n, \quad (4)$$

po jehož logaritmování

$$\ln(\tau - \tau_0) = \ln \mu_p + n \ln D$$

dosadíme hodnoty z tabulky pro bod 1 a 3:

$$\ln(214\,000 - 160\,000) = \ln \mu_p + n \ln 47,64 \text{ s}^{-1}$$

$$\ln(270\,000 - 160\,000) = \ln \mu_p + n \ln 160,2 \text{ s}^{-1}.$$

Řešením dvou rovnic a dvou neznámých vypočteme

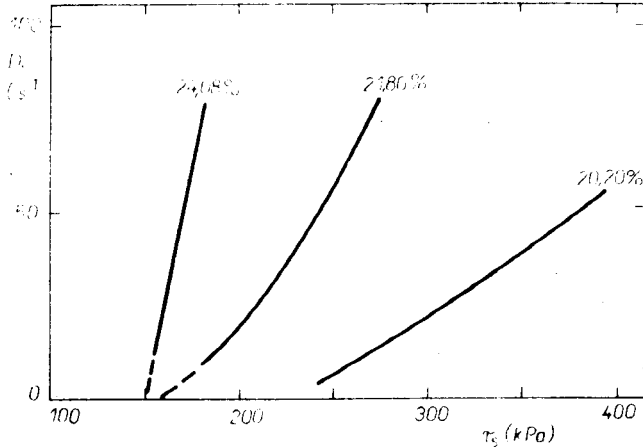
$$n = 0,59 \quad \text{a} \quad \mu_p = 5\,597 \text{ Pa} \cdot \text{s}.$$

Dosazením do rovnice (4) získáme konstituční rovnici

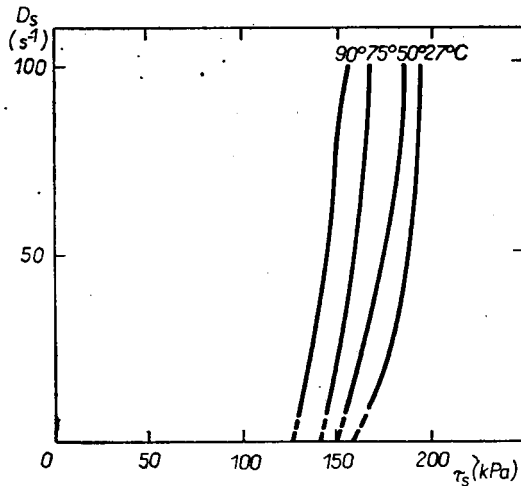
$$\tau - 160\,000 = 5\,597 \cdot D^{0,59}.$$

Z provozního hlediska je nutno sledovat změnu vlastností suroviny s obsahem vody a teplotou. Změna obsahu vody způsobuje posunutí počátečního napětí a současně mění sklon reogramu i jeho zakřivení. Ukázka takové zkoušky je na obr. 6, kde je znázorněn vliv obsahu vody u relativně málo plastické suroviny na surovině z lokality Prosenice (žlutý jíl). Je zřejmé, že asi 4 % vlhkosti způsobují velmi výraznou změnu reologických vlastností.

Méně výrazně se projevují změny teploty. Posun počátečního napětí je menší a průběh reogramu zůstává přibližně paralelní. V keramickém těstě se mění především viskozita vody, které je obvykle asi čtvrtina až pětina, kdežto pevné částice jsou indiferentní. Zároveň se mění poměr ve vodních obalech mikrozn



Obr. 6. Změna vlastností keramického těsta s obsahem vody. Surovina z lokality Prosenice při 23 °C.



Obr. 7. Změna vlastností keramického těsta s teplotou. Surovina z lokality Štítý při 20,19 % obsahu vody.

jílových minerálů. Nedokonale rozpojená surovina po zahřátí a vychladnutí je více plastická, tj. reogram má strmější průběh. Ukázka reometrické zkoušky prováděné při různých teplotách je na obr. 7 se surovinou z lokality Štítý.

Pojem plastičnosti keramického těsta je různými autory v našem oboru definován rozličně se zřejmou snahou, aby definice byla v souladu s běžným praktickým chápáním tohoto pojmu. Na druhé straně existuje reologická definice plastické a ideálně plastické látky. Vzniká otázka, je-li obojí použití termínu plastičnosti v souladu, nebo je-li náhodné, bez hlubší souvislosti. Zkouškami se surovinou různého druhu byla nalezena shoda mezi oběma pojmy — suroviny pokládáné za plastické mají reogram přímkový se strmým průběhem, blízkým ideálně plastické látce. Suroviny označované jako málo plastické mají reogram silně zakřiven, změna vlastností s obsahem vody je výraznější a při vyšších přetvářecích rychlostech se objevuje někdy přechod ke konvexnímu tvaru reogramu, tzv. dilatance.

ZÁVĚR

Experimentální práce byly dosud zaměřeny převážně do oblasti cihlářských surovin, zejména k bezprostřední možnosti uplatnění výsledků při výpočtech provozních parametrů šnekových lisů, které jsou dnes v tomto oboru nejběžněji používány. V oblasti jemné keramiky je samotné provedení zkoušky méně náročné, neboť surovina neobsahuje hrubá zrna ostřiva a vytváření probíhá při normálních teplotách. Matematické zpracování podměnek vytváření je však obtížné.

Popsaný přístroj se osvědčil při běžných provozních konzistenčních těsta i se zřetelem k reprodukovatelnosti výsledků. Při pečlivé práci a zejména přípravě vzorku bylo dosahováno relativní chyby pod 5 %. Absolutní hodnoty údajů nelze spolehlivě posoudit, neboť nelze provést srovnatelné zkoušky na jiném, přesnějším zařízení. Tato okolnost není nikterak na závadu, bude-li např. pro provozní aplikaci použita v této oblasti častá metoda dimenzionální analýzy.

Naznačený strukturně reologický přístup představuje samostatný problém, který by objasnil souvislosti mezi mikroskopickými a makroskopickými jevy, přispěl k poznání mikrostruktury keramického těsta a jejího vztahu k jeho vnějším vlastnostem, jeho aplikace by si však vyžádala mnohem rozsáhlejší a komplexnější práce.

Symbols

D	— deformační rychlost (rychlost přetváření) (s^{-1})
D_s, τ_s	— konzistenční proměnné (s^{-1}, Pa)
r	— poloměr trubice (m)
l, R	— délka, poloměr měrné trubice (m)
Δp	— hydrostatický tlak (Pa)
v	— rychlost toku ($m \cdot s^{-1}$)
\dot{V}	— objemový průtok ($m^3 \cdot s^{-1}$)
μ	— koeficient dynamické viskozity, viskozita ($Pa \cdot s$)
τ	— tečné napětí (Pa)
τ_0	— počáteční tečné napětí, mez toku (Pa)

Literatura

- [1] Sobotka Z.: *Reologie hmot a konstrukci*. Academia, Praha 1981.
 [2] Ulbrecht J., Mitschka P.: *Chemické inženýrství newtonských kapalin*. Nakladatelství ČSAV, Praha 1965.

[3] Mitschka P.: Osobní sdělení.

[4] Topolánek A.: Reologie keramických těst ve vytvářecím procesu. Kandidátská disertační práce, Brno 1981.

К ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИЧЕСКОГО ТЕСТА

Владимир Лах, Алоис Топола́нек*

Политехнический институт, 662 38 Брно

**Прже́ровский машиностроительный завод, пр. 750 53 Прже́ров*

Для определения реологических свойств керамического теста конструировали прибор — пресс-реометр, построенный на принципе капиллярной реометрии. Результаты измерения описываются с помощью уравнения консистенции или в графическом виде посредством реограммы. На основании ряда испытаний сырья можно заключать, что наблюдения имеют более широкое действие.

Знание реометрических параметров имеет значение для общего рассмотрения свойств керамического сырья, для знания микроструктуры пластического тела и увеличивает возможности их классификации. Структурно реологический подход, основывающийся на модели пластического тела Сobotки только намечается, его дальнейшая разработка требует более глубокого и полного рассмотрения.

С практической точки зрения результаты можно использовать для определения технологических условий обработки теста в керамике, напр. в кирпичном производстве, к которому относилась большая часть до сих пор проводимых экспериментальных работ, направленных напр. на расчет производственных параметров наиболее часто используемых формовочных машин — червячных прессов.

Рис. 1. Реологическая модель вещества Сobotки.

Рис. 2. Схема пресс-реометра.

Рис. 3. Пресс-реометр, общий вид.

Рис. 4. Пресс-реометр в открытом положении.

Рис. 5. Пересчет псевдореограммы на реограмму.

Рис. 6. Изменение свойств керамического теста, содержащего воду. Сырье из местонахождения Просенице при температуре 23 °С.

Рис. 7. Изменение свойств керамического теста в зависимости от температуры. Сырье из местонахождения Штиты при 20,19 % содержания воды.

A CONTRIBUTION ON THE DETERMINATION OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CERAMIC PASTES

Vladimír Lach, Alois Topolánek*

Technical University, 602 38 Brno

**Přerovské strojířny, N. C., 250 53 Přerov*

A new apparatus — extrusion rheometer — based on the principle of capillary rheometry, has been developed for determining the rheological properties of ceramic pastes. The results of the determination are interpreted by means of a consistency equation or graphically in the form of a rheogram. Investigations carried out on a series of raw materials allowed to reach some conclusions of more general nature.

Knowledge of rheometric parameters has its significance in the evaluation of ceramic raw materials, in the study of the microstructure of plastic pastes and in the classification of ceramic raw materials. The structural rheological approach based on Sobotka's model of the plastic paste is discussed briefly only since its further development would require much more extensive and complex study.

The application possibilities of the method include the determination of technological conditions for shaping, for instance in brickmaking, for which this work has so far been mostly carried out, particularly with the aim to calculate the performance parameters of auger extrusion.

Fig. 1. Sobotkas rheological model.

Fig. 2. Schematic diagram of the extrusion rheometer.

Fig. 3. Overall view of the extrusion rheometer.

Fig. 4. View of the open rheometer.

Fig. 5. Conversion of a pseudorheogram to a rheogram.

Fig. 6. The properties of a ceramic paste and its water content. Raw material from the Prosenice locality, temperature 23 °C.

Fig. 7. Properties of a ceramic paste and its temperature. Raw material from the Štítý locality with 20.19 % water content.