

## DEFORMAČNÍ VLASTNOSTI GRANULÍ PRO LISOVÁNÍ TENKOSTĚNNÝCH PROFILOVANÝCH VÝROBKŮ

PAVEL VYČUDILÍK, HELENA KOŠTÁLOVÁ, JAROSLAV SOUKUP

Výzkumný ústav jemné keramiky  
360 08 Karlovy Vary-Březová

Došlo 28.5.1985

*Na původním experimentálním zařízení byly jednoosým tlakem zatěžovány granulě  $\varnothing$  0,5 mm, vybírané z granulátů, určených pro lisování výrobků užitkového porcelánu. Granule se chovají jako tuhá tělesa s malou deformací. Síla, potřebná k rozdrčení granulí, se pohybuje v rozmezí 50—800 mN a velmi závisí na podmínkách vzniku granule. Maximální deformace granulí se mění méně, její rozmezí je 15—35  $\mu$ m. Pro deformační vlastnosti granulí jsou rozhodující použité lisovací příměsi, které se koncentrují v povrchové vrstvičce granule. Zpevněním povrchové vrstvy se pollabuje vliv surovinového složení a vlhkosti na chování granulí. Pro lisování tenkostěnných profilovaných výrobků jsou žádoucí pevné granulě s velkou deformací před rozdrčením.*

### ÚVOD

Izostatické lisování umožňuje dosáhnout rovnoměrného zhutnění, a tím stejnoměrného smrštění a rozměrové přesnosti po výpalu i u rozměrných a složitých výlisků. Podmínkou úspěchu je i rovnoměrné naplnění formy lisovaným materiálem — granulátem s dobrými sypnými vlastnostmi.

Dosud bylo izostatické lisování doménou technické keramiky. Vývoj techniky však dospěl i k uplatnění v užitkové keramice a porcelánu, kde dosud převládá plastické tvarování. Tenkostěnné profilované výrobky se lisují v dvoudílné formě, která umožňuje rychlou manipulaci, vysoké výkony lisu, únik vzduchu i během lisování. Neumožňuje však klasické uspořádání izostatického lisování v „mokrém“ nebo „suché“ formě. Tlak působí pouze s jedné strany přes pružnou membránu ve tvaru výlisku. Protože jde o tenkostěnné výrobky, je výsledný efekt podobný jako při všesměrném izostatickém lisování v uzavřené formě.

Požadavky na vlastnosti granulátu jsou však vyšší než při izostatickém lisování technické keramiky a kvalita granulátu do značné míry ovlivňuje konečný výsledek.

Obvykle je role jednotlivých granulí při lisování pouze dočasná — ulehčují transport a manipulaci s granulátem, rovnoměrné naplnění formy. Žádoucích vlastností výlisku se dosáhne zhutněním při vysokých tlacích, kdy původní granulě zcela zanikají. Při „quasiizostatickém“ lisování tenkostěnných výrobků se výlisek zhutňuje při nižších tlacích. Jednotlivé granulě, třeba silně deformované, přetrvávají i ve výlisku a jejich vlastnosti ovlivňují jak průběh zhutňování, tak kvalitu výlisku.

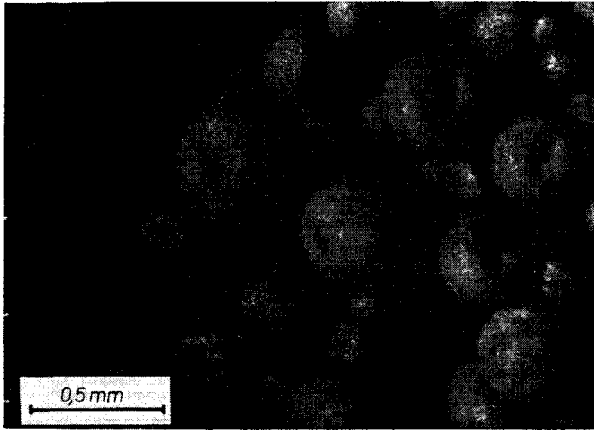
### EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

#### Charakteristika granulátu

Převažujícím způsobem výroby granulátu pro lisování je rozprašovací sušení suspenze, i když to není jediný způsob přípravy. Granulát z rozprašovací sušárny je tvořen kulovitými částicemi — granulemi — v rozmezí velikosti 0,05—1 mm.

V nejjemnějších frakcích se vyskytují i nekulové prachové částice, hrubší podíly obsahují slepence dvou i více granulí.

Částice granulátu pro lisování nejsou dokonalé kuličky. Většina granulí obsahuje dutinu, spojenou s povrchem. V tomto místě je granulule obvykle zploštělá. Vnější povrch granulí je hladký, téměř sklovitý (obr. 1). Zásadní rozdíl granulátu proti jiným sypkým látkám je v tom, že i jednotlivé granulule mají složení odpovídající výchozí vsázce a na granululi můžeme pohlížet jako na geometrické těleso, jehož vlastnosti mohou charakterizovat i celý granulát.



Obr. 1. Snímek granulí v granulátu pro lisování.

Obvykle se granulát charakterizuje vlastnostmi celého souboru granulí jakožto kontinua. Jsou to v první řadě vnější, popisné vlastnosti — granulometrie, sypná a setřesná hmotnost, sypný úhel apod., kterými se charakterizují všechny sypké látky [1, 2]. U granulátu pro lisování k tomu přistupuje hodnocení průběhu zhutňování — vliv tlaku na objemovou hmotnost, rozdělení pórovitosti, mechanickou pevnost [3, 4, 5].

Na základě těchto měření se posuzuje vliv různých faktorů na kvalitu granulátu, předvídá se kvalita výlisků. Při lisování výrobků užitkového porcelánu dochází k tomu, že malé či neznatelné rozdíly v měřených vlastnostech nejsou v souladu s výsledky při lisování. V takových případech jsou běžné metody hodnocení granulátu nedostatečné. Soubor zkušebních metod je třeba dále rozšiřovat a hodnocení deformačních vlastností jednotlivých granulí je jednou z možností.

### Zatěžování jednotlivých granulí

Hlavní obtíž při měření jednotlivých granulí je jejich malý geometrický rozměr, tím i malé hodnoty deformace a síly, obtížná manipulace. V praxi připadá v úvahu pouze jednoosé namáhání granulí v tlaku — drcení.

V literatuře nalezneme málo údajů o měření deformačních vlastností tak malých těles, jako jsou granulule. Nejcitlivější měření popisuje Linkson, který na zkonstruovaném zařízení [6] zatěžoval měkké granulule o průměru několika mm silami v desetinách  $N$ . Pro granulát z rozprašovací sušárny je takový rozsah ještě příliš hrubý.

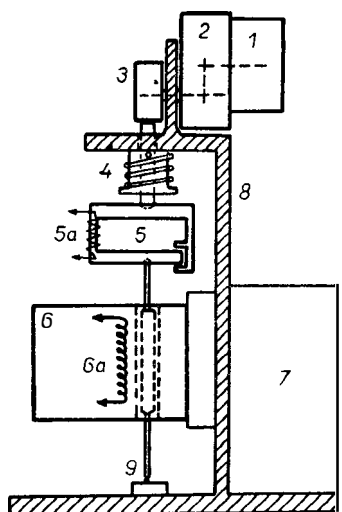
Pro nejjednodušší měření lze použít přesnější poloautomatické váhy, které přímo ukazují zátěž. Částice se zatěžuje malým pístkem proti misce vah. Přitom se sleduje stupnice vah a pod mikroskopem zaznamenaná okamžik rozdrčení granule. Definovanějšího postupu lze dosáhnout, jestliže pístek spráhneme s mikrometrickým šroubem, upevněným na samostatném stojanu. Takováto měření mohou poskytnout základní údaje o rozsahu měření, ale jsou příliš zatížena experimentální chybou. Problematické je zejména určení okamžiku rozdrčení. Přitom Linkson upozorňuje, že naměřené hodnoty závisí i na rychlosti zatěžování.

Ke spolehlivějšímu měření je nutno použít zařízení s definovanými podmínkami zatěžování a spojitým snímáním zatížení i deformace. Pro tyto požadavky bylo vyvinuto vlastní zařízení.

### Měřicí zařízení

V použitém uspořádání se granule deformuje definovanou rychlostí a měří se vyvolaná síla. Závislost zatížení — deformace se zaznamenává souřadnicovým zapisovačem BAK 4T (Aritma AT Praha). Celkové uspořádání měřicího zařízení je znázorněno na obr. 2. Zdrojem pohybu je synchronní motorek SMR 300-100 s převodovkou B 406 (ZPA Nový Bor). Výstupní hřídel se otáčí 1 ot/5 min, tj. 1,2 deg/s. Převod z rotačního na posuvný pohyb je realizován výstředníkem na výstupní hřídeli. Výstředník tlačí na píst, upevněný na pružině. Časový průběh dráhy pístu je sinusoida s amplitudou rovnou výstřednosti. Při výstřednosti 0,5 mm je rychlost pístu v lineární části sinusoidy 10  $\mu\text{m/s}$ . Z toho plyne doba zatěžování v jednotkách s, jestliže deformace měrných granulí je v desítkách  $\mu\text{m}$ .

Deformace se snímá indukčním vysílačem MSI 01 (ZPA Nová Paka), který poskytuje při výchylce  $\pm 4$  mm signál  $\pm 1$  V. Ke zvýšení přesnosti měření byla zvýšena citlivost detekční části za cenu zmenšení rozsahu linearity snímače.



●br. 2. Schéma zařízení pro zatěžování jednotlivých granulí

- 1 — synchronní motorek; 2 — převodovka; 3 — výstředník; 4 — zatěžovací píst s pružinou;  
5 — tenzometrický snímač; 5a — výstupní signál síly; 6 — indukční vysílač; 6a — výstupní  
signál deformace; 7 — elektrické obvody; 8 — rám přístroje; 9 — měřená granule.

Vyvozovaná síla se měří zkonstruovaným tenzometrickým snímačem s rozsahem do 1 N. Zatěžovací píst, silový snímač a snímač deformace jsou uspořádány sériově. Měřená granule leží na tuhé podložce a je zatížena přímo jádrem indukčního vysílače. Díky tomuto uspořádání se na záznamu neuplatní vlastní deformace silového snímače.

### Měřené vzorky

Drťící síla granule roste s druhou mocninou jejího průměru. Abychom dosáhli větší přesnosti, je žádoucí pro měření použít co největší částice. Čím jsou granule větší, tím lépe lze s nimi manipulovat, což v těchto rozměrech není tak zanedbatelná otázka. Hlavní podíly měřených granulátů jsou v rozmezí 0,1–0,5 mm. Větších granulí je malé množství a jejich reprezentativnost pro granulát může být sporná. Jako kompromis byl zvolen průměr granule 0,5 mm, dosažitelný u většiny granulátů.

Pro manipulaci s granulemi se osvědčila tenká PE trubička s injekční jehlou na konci. Lehkým přísátím se granule přichytí ke hrotu, po přenesení na místo měření se uvolní podtlak. Je nutno použít injekční jehlu se světlostí o málo menší než průměr granule, je vhodné zbrousit hrot na menší úhel. Granule vhodné velikosti se vybírají pod mikroskopem s děleným okulárem při malém zvětšení.

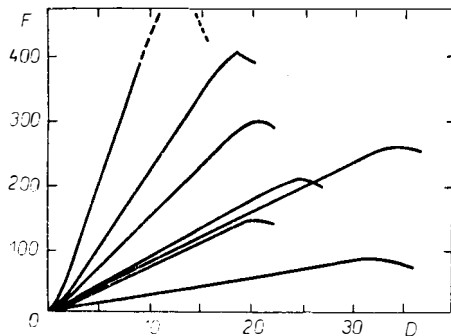
K měření byly použity provozní granuláty pro lisování užitečného porcelánu, vyrobené ve fontánové rozprašovací sušárně s tryskami průměru 2,0 mm. Ve výchozí vsázce bylo 50% plastické složky, tvořené směsí kaolínu. Do vsázky byly rovněž přidávány lisovací příměsi — látky, upravující vlastnosti granulátu pro lisování. Rozprašovaná suspenze se 34–36 % vody byla ztekucena do minima viskozity — pod 200 mPas.

### VÝSLEDKY

#### Průběh závislosti zatížení — deformace

Typické průběhy deformační závislosti, naměřené na granulích  $\varnothing$  0,5 mm, jsou na obr. 3.

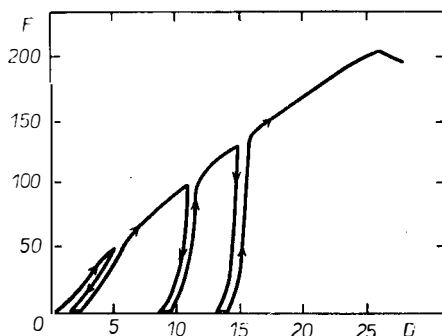
Po počátečním náběhu přechází závislost do přibližně lineárního úseku, před dosažením maxima se strmost zmenšuje. V maximu vzniká v granulích trhlinka rovnoběžně se směrem zatěžování. Při dalším zatěžování se trhlinka rozevírá a síla klesá. Vlastní zlom na křivce je spíše ostrý, pozvolnější lom se objevuje u měkčích granulí.



Obr. 3. Průběh závislosti zatížení  $F$  (mN) na deformaci  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) u granulí průměru 0,5 mm

Velikost deformace v okamžiku lomu se poměrně málo mění. Nalezené rozmezí pro granule  $\varnothing$  0,5 mm je 15–35  $\mu\text{m}$ , ve většině případů je 20–30  $\mu\text{m}$ . Naproti tomu v širokém rozmezí se pohybuje velikost drtící síly — na sledovaném souboru bylo nalezeno rozpětí 50–800 mN. Ve většině případů postačí sledovat vliv proměnných faktorů na velikosti drtící síly.

Při měření zjišťujeme závislost velikosti stlačení na zatěžovací síle u granulí přibližně kulového tvaru. Přepočet těchto hodnot na relativní deformaci a tlakové napětí je pro kulové těleso problematický. Pokud je vztáhneme na maximální průměr a průřez granule, dostaneme napětí 0,25–4 MPa a relativní deformaci 0,03–0,07. Tomu odpovídá průměrná strmost závislosti 3,5–130 MPa.



Obr. 4. Průběh zatěžování granule  $\varnothing$  0,5 mm při opakovaných cyklech  $F$  — zatižení (mN),  $D$  — deformace ( $\mu\text{m}$ ).

Při hysterezních měřeních se ukazuje, že deformace granule je z větší části trvalá (obr. 4). Elastická deformace se uplatňuje přibližně do 5  $\mu\text{m}$ , v oblasti kolem 10  $\mu\text{m}$  převažuje už plastická deformace. V opakovaném cyklu se proto mění průběh závislosti. Měření hysterezních závislostí je velmi citlivé na rušivé impulsy, protože jde o deformace v jednotkách  $\mu\text{m}$ . Pokud se nepodaří odstínit mechanické otřesy či elektrické zákmity, pak je hodnocení hysterezních křivek pochybné.

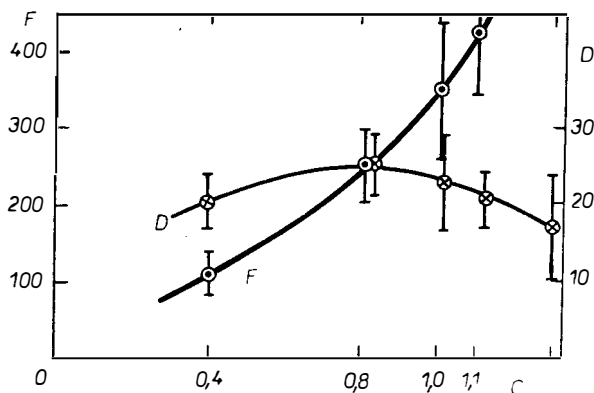
### Závislost na výchozím složení

Deformační závislosti keramického tělesa za syrova jsou obvykle ovlivněny surovinovým složením, obsahem vlhkosti, přítomností elektrolytů a pojiv. U granulátu pro lisování se neobjevuje zřetelná závislost deformačních vlastností jednotlivých granulí na surovinovém složení. Změna plastické složky, která u formovaných tělísek zvýšila mechanickou pevnost v lomu po vysušení o 40 %, zůstala bez viditelného efektu na vlastnosti granulí.

Pro vznik pevných granulí je však žádoucí dokonalé ztekucení rozprašované suspenze. Přechod ke koagulované suspenzi má za následek vznik měkkých nesoudržných granulí. U granulátu ze ztekucené suspenze (litrová hmotnost 1620 g/l, viskozita 200 mPas) je pro granule  $\varnothing$  0,5 mm drtící síla 200 mN při deformaci 25  $\mu\text{m}$ . Při stejném složení vznikly ze zkoagulované suspenze (kterou bylo nutno zředit až na 1155 g/l) granule, jejichž drtící síla byla 79 mN při deformaci 35  $\mu\text{m}$  (při vlhkosti 2 %).

Nutnou složkou granulátu při lisování v užitkovém porcelánu jsou tzv. lisovací příměsi — pojiva, která zlepšují vlastnosti výlisku, především mechanickou pevnost za syrova. Jsou to jednak upravené přírodní látky — např. modifikované polysacharidy, jednak syntetické polymery — např. polyvinylalkohol. Volba druhu a množství lisovacích příměsí v kombinaci se ztekutivou je jedním ze základních úkolů při vývoji vhodného granulátu.

Lisovací příměsi rozhodující měrou ovlivňují i deformační vlastnosti samotných granulí. Změna lisovací příměsí má velký vliv na drtící sílu, v menším rozsahu se mění deformace granulí (viz obr. 5).



Obr. 5. Změna drtící síly  $F$  (mN) a maximální deformace  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) u granulí  $\varnothing$  0,5 mm, vybraných z granulátů s různým obsahem lisovací příměsí  $c$  (%).

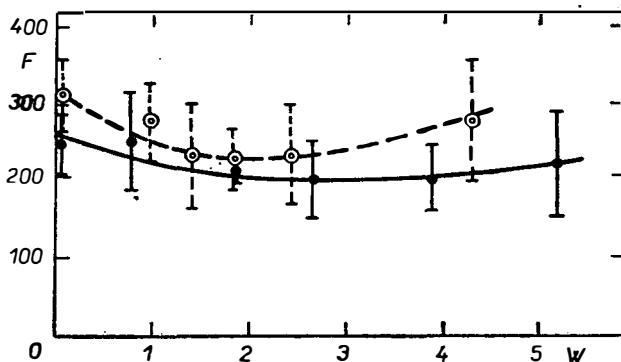
S dalším přidavkem lisovací příměsí tvrdost granule rychle roste. U granulátu připraveného promícháváním práškové suroviny s roztokem lisovací příměsí (konечný obsah 1,3 %) vznikly granule, jejichž drtící síla byla  $730(\pm 160)$  mN při deformaci  $16,7(\pm 5,0)$   $\mu\text{m}$ .

### Vliv vlhkosti granulí

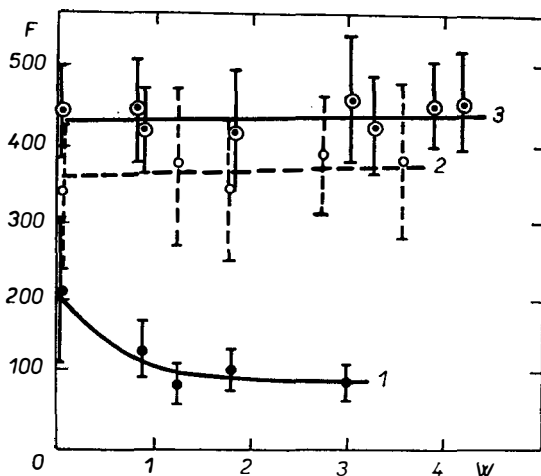
Pro určení vlhkostní závislosti byl původní granulát (o vlhkosti 2 %) odsušován nebo zvlhčován ve vlhké atmosféře. Gravimetrické stanovení vlhkosti na jednotlivých granulích je nereálné. Proto byly granule vybírány až po dosažení žádoucí vlhkosti granulátu a vytemperovány. Vybrané granule  $\varnothing$  0,5 mm byly ihned měřeny a vlhkost byla stanovena na granulátu paralelně. Stejně výsledky byly dosaženy, jestliže granule byly vybírány předem a společně s ostatním granulátem temperovány.

Na běžných granulátech je závislost drtící síly na vlhkosti nevýrazná (obr. 6). V závislosti deformace granule na vlhkosti nebyla nalezena zřetelná souvislost.

Při poklesu množství lisovací příměsí v granulátu je vliv vlhkosti mnohem zřetelnější, naopak u granulátu se zvýšeným podílem lisovací příměsí se vliv vlhkosti zcela ztrácí (obr. 7).



Obr. 6. Závislost drtící síly  $F$  (mN) na vlhkosti granulí  $w$  (%), vybraných z provozních granulátů.



Obr. 7. Závislost drtící síly  $F$  (mN) na vlhkosti  $w$  (%) granulí, vybraných z granulátů se změněným množstvím lisovací příměsi;

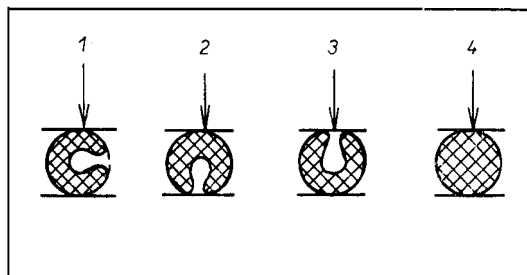
1 — 0,4 % lisovací příměsi; 2 — 1,0 % lisovací příměsi; 3 — 1,1 % lisovací příměsi,

### Vliv uložení granulí

K měření byl používán vždy soubor nejméně 10 granulí. Rozptyl měření většinou přesahoval 20%. Jedním ze zdrojů tohoto rozptylu může být i orientace dutiny v granulí při zatěžování. Za použití mikroskopu bylo ověřováno, jak se orientace dutiny uplatňuje (obr. 8):

orientace	zatížení mN	deformace $\mu\text{m}$
1	$158 \pm 12$	$23,6 \pm 5,5$
2	$173 \pm 23$	$26,6 \pm 7,0$
3	$169 \pm 38$	$33,2 \pm 9,9$
4	$203 \pm 41$	$25,6 \pm 4,5$

I když rozdílly jsou viditelné, zasahuje do nich rozptýl jednotlivých měření. Podle očekávání je v pozici 1 nejnižší pevnost, v pozici 3 největší deformace. Pevnost granule bez otevřené dutiny je nejvyšší, ale platí to jen pro stejný granulát. U vhodných granulátů pro lisování je těchto granulí jen málo.



Obr. 8. Změna uložení granule při zatěžování.

Pro další měření byly granule ukládány do polohy 2. Uložení granule může negativně ovlivnit přesnost měření. Pokud se granule při zatěžování natáčí nebo naklápí, jsou výsledky nepoužitelné.

#### Změna deformačních vlastností granulí s velikostí

Srovnávací měření byla provedena na hrubozrnném granulátu, z něhož byly vybírány granule  $\varnothing$  0,5 a 0,8 mm. Srovnání je v následujícím přehledu:

průměr granule	0,5 mm	0,8 mm
drticí síla	$311 \pm 88$ mN	$643 \pm 90$ mN
deformace	$20,2 \pm 4,9$ $\mu$ m	$48,5 \pm 5,0$ $\mu$ m
přepočtené napětí	1,58 MPa	1,27 MPa
relativní deformace	0,040	0,061
strmost závislosti	39,4 MPa	20,9 MPa

Větší granule jsou měkčí, více se deformují. Strmost závislosti napětí — deformace je u větších granulí poloviční proti granulím  $\varnothing$  0,5.

Použité zařízení neumožnilo provést srovnání s malými granulemi. Přesto je zřejmé, že naměřené hodnoty nemůžeme přímo přepočítat na jinou velikost granulí a k porovnání granulátů musíme používat stejnou velikost granulí.

#### DISKUSE

Jednotlivé částice granulátu pro lisování tenkostěnných profilovaných výrobků užitkového porcelánu se chovají jako tuhá tělesa s malou deformací. U zkoumaných granulátů je pro granule  $\varnothing$  0,5 mm drticí síla typicky 0,2–0,3 N při deformaci  $2-3 \cdot 10^{-5}$  m. V přepočtu na vnější rozměry částice to představuje jednoosé tlakové napětí 1–1,5 MPa, relativní deformaci 0,04–0,06 a průměrnou strmost zatěžovací závislosti 25 MPa (pro elastické chování by to byl modul pružnosti). Tyto údaje platí jen pro velikost částic 0,5 mm. Větší částice jsou relativně měkčí, což odpovídá i zkušenostem s jinými granuláty [7]. Odlišné vlastnosti granulí jiných rozměrů souvisí především s jinou kinetikou vzniku při rozprašovacím sušení.



Elastická deformace granulí je velmi nízká — u průměru 0,5 mm představuje cca 1 %, další deformace až do vzniku trhliny je trvalá. To se projevuje i na tvaru hysterezních křivek. Rozptyl hodnot zátěže i deformace v okamžiku drcení většinou přesahuje 20 %, úměrně tomu je nutno posuzovat vliv jednotlivých faktorů. Granule zdaleka není kulové těleso, hlavní odchylku tvaru představuje vnitřní dutina, jejíž orientace ovlivňuje naměřené výsledky. Vliv není však tak výrazný, aby převážil nad jinými faktory. Při lisování granulátu působí tlak téměř všesměrně na náhodně uložené částice a vliv orientace dutin se neuplatní.

Použité zařízení pracuje s konstantní rychlostí zatěžování 10  $\mu\text{m/s}$ , takže doba měření je 2–3 s. Pro posouzení vlivu rychlosti je nutno použít jinou pohonnou jednotku. Při skutečném lisování je rychlost růstu tlaku o 1–2 řády vyšší. Podmínky při lisování granulátu se však velmi odlišují od jednoosého zatěžování jednotlivé granule.

Mechanická pevnost keramických těles za syrova obvykle nejvíce závisí na kvalitě použité plastické složky — čím více a čím plastičtější suroviny se použije, tím vyšší pevnosti lze dosáhnout. Stejně významný vliv má vlhkost — při poklesu vlhkosti k nule mechanická pevnost rychle roste.

U granulí, vybraných z granulátů, vyhovujících pro lisování, to platí jen v omezené míře. Při obsahu lisovací příměsi, potřebném pro úspěšné lisování, se potlačuje jak vliv surovinového složení, tak vliv vlhkosti na mechanické vlastnosti granulí. Účinek lisovací příměsi přitom závisí na její kvalitě, množství i výchozím surovinovém složení. Pro použitou kombinaci složení surovinové vsázky a lisovací příměsi představuje 0,8 % modifikovaného polysacharidu přísádky, vyhovující požadavkům lisování. Přitom se už neuplatňují změny surovinového složení a změny s vlhkostí jsou nevýrazné. Tento závěr nelze však zevšeobecňovat na příliš široké rozmezí.

Klesne-li obsah lisovací příměsi na nízkou hodnotu (v tomto případě 0,4 %), potom je vlhkostní závislost podobná jak u tělísek, připravených plastickým tváření. Naopak další růst obsahu lisovací příměsi má za následek další zpevnění granule a ve zkoumaném rozmezí jsou vlastnosti zcela nezávislé na vlhkosti. Druh a množství lisovací příměsi jsou faktory, které daleko nejvíce ovlivňují deformační vlastnosti granulí.

Příčiny takového chování souvisí s mechanismem vzniku samotné granule. Při výstupu suspenze z trysky v rozprašovací sušárně vznikají kapky, které mají v celém objemu homogenní složení. Vysoká teplota při rozprašovacím sušení způsobuje rychlý přestup tepla, vyvolává rychlou difúzi vody k povrchu kapky (granule) a odpařování do vzduchu. Přitom na povrchu vzniká pevná slupka, kde se koncentrují látky, původně rozpuštěné v kapalně fázi. Tím roste difúzní odpor vůči odchodu vody a uvnitř částice vzniká přetlak. V určitém stadiu dosáhne přetlak takové hodnoty, že poruší povrchovou vrstvu. Je-li povrchová vrstva křehká, pak částice prakticky exploduje a vznikne více úlomků a prachových částic. U pevné a plastické povrchové vrstvy se povrch poruší místně a vznikne otevřená dutina, jejíž stěny se s účinkem povrchového napětí zaoblí. Tímto mechanismem vysvětluje vznik dutých granulí Masters [8]. Sovětští autoři přikládají větší vliv účinku odstředivých sil na rotující částici a vznik dutiny vysvětlují vznikajícím podtlakem [9, 10]. Sherrington a Oliver považují kvalitu povrchové slupky za rozhodující pro vlastnosti vznikajícího granulátu i jednotlivých granulí [2].

Při sušení keramické suspenze se na povrchu koncentrují elektrolyty. Jejich vliv na strukturu pevné fáze je znám už z klasického odvodňování. Ze ztekucené suspenze vzniká hutný stěp, stěp z koagulované suspenze je porézní a křehký. Podobně to platí při rozprašovacím sušení — z koagulované suspenze vznikají granule bez vnitř-

ních dutin, ale křehké. Přitom takový granulát obsahuje mnoho prachových částic.

Lisovací příměsi se rovněž koncentrují v povrchové vrstvě, přitom jejich přídavek je proti ztekucovadlům vyšší. Dosažené zpevnění povrchové vrstvičky je natolik výrazné, že zcela potlačí vliv vnitřního objemu granule, kde se ještě uplatňuje surovinové složení a vlhkost.

S mechanickou odolností granulí souvisí i zvýšená chemická stabilita. Zhutněná povrchová vrstva brání i prostupu vody dovnitř granule. Při dispergaci granulátu ve vodě jsou pouhým okem zřetelné rozdíly. Pevné granule se ve vodě chovají jako inertní látka — po zamíchání rychle sedimentují, nad nimi zbývá čirá kapalina. Měkké granule se ve vodě rychle dispergují a vzniká zákal z uvolněných jílových částic. Všechny tyto závěry platí pro granuláty z rozprašovací sušárny a nelze je aplikovat všeobecně.

Nakonec bychom měli posoudit, jaké jsou žádoucí vlastnosti jednotlivých granulí. Určujícím kritériem jsou požadavky na granulát pro lisování tenkostěnných profilovaných výlisků v užitkovém porcelánu:

- vysoká mechanická pevnost po vylisování,
- schopnost rychle uvolňovat vzduch, zachycený v granulátu během růstu a poklesu tlaku,
- schopnost snášet deformaci během expanze výlisku při uvolnění z formy.

Tyto požadavky v praxi znamenají rychlé lisování bez vzniku trhlin.

Mechanická pevnost výlisku je určena velikostí kontaktní plochy mezi částicemi a adhezí silou, připadající na jednotku kontaktní plochy [11]. Pevnost tedy roste se stupněm zhutnění, což znamená vyšší tlaky, vyšší nároky na strojní zařízení.

Schopnost uvolňování zachyceného vzduchu však vyžaduje co nejdéle udržet ve výlisku spojitý porézní systém. Granule se tedy musí deformovat, aby mezi nimi vznikla velká kontaktní plocha, ale nesmí se předčasně rozdrtit, protože úlomky by při dalším zhutňování uzavřely póry. Z toho vyplývá:

- nízká pevnost granulí vede k jejich předčasnému drcení, uzavírání porézního systému a vzniku trhlin při expanzi zalisovaného vzduchu;
- nadměrná tvrdost granulí brání jejich deformaci, vzniku potřebné kontaktní plochy, je větší riziko porušení výlisku při nezbytné deformaci.

Nízká deformovanost má podobný vliv jako nadměrná tvrdost

- výsledkem je nižší mechanická pevnost, nižší deformovatelnost výlisku. Větší deformace granulí je pro lisovací vlastnosti příznivější, zvláště uvažujeme-li, jaký je skutečný rozsah deformace jednotlivých granulí. Vysoký obsah lisovací příměsi nemá tedy jednoznačně příznivý vliv, jestliže zpevnění granulí má za následek přílišný pokles deformovatelnosti.

## ZÁVĚR

Granule pro lisování tenkostěnných profilovaných výrobků se při jednoosém stlačování chovají jako tuhá tělesa s omezenou deformovatelností. Maximální deformace granulí o průměru 0,5 mm se pohybuje v rozmezí 15–35  $\mu\text{m}$ , drtící síla je v rozmezí 50–800 mN.

Rozhodující vliv na deformační vlastnosti zkoumaných granulí má druh a množství použitých pojiv — lisovacích příměsí. Při vzniku a sušení granulí vzniká na jejich povrchu tenká vrstvička, v níž se koncentrují rozpustné látky z výchozí vsázky. S růstem obsahu lisovacích příměsí se vrstvička zpevňuje a její vliv převažuje nad vlivem vnitřního objemu granule. Při dostatečně vysokém přídavku vliv lisovací

пříměси потлачи účinek faktorů, které obvykle ovlivňují vlastnosti syrového tělesa — vlhkosti a surovinového složení.

При výrobě грануляту rozprašovacíм суšením je ztekucení suspenze nezbytné pro vznik pevných granulí, z koagulované suspenze vznikají nesoudržné granule.

Potřebné vlastnosti granulí vyplývají z požadavků na granulát:

— vysoká mechanická pevnost granulí je žádoucí pro jejich uchování během lisování, aby porézním systémem mohl unikat zachycený vzduch;

— schopnost spojitě deformace granulí je nutná pro dosažení potřebného kontaktního povrchu ve výsledku.

Деформаční vlastnosti jednotlivých granulí samy nestačí pro posouzení kvality granulátu. Přesto lze z uvedených výsledků vyvodit vysvětlení jinak neodůvodněných rozdílů mezi různými granuláty při lisování.

#### Literatura

- [1] Feda J.: *Základy mechaniky partikulárních látek*, str. 36, Academia, Praha 1977.
- [2] Sherrington P. J., Oliver K.: *Granulation*, str. 118, 153, Heyden, London 1981.
- [3] Špičák K.: *Výrobní procesy a zařízení v technologii silikátů*, II. díl, SNTL, Praha 1969.
- [4] Melzer D.: *Isostatisches Pressen keramischer Pulver und Körnungen*, Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1980.
- [5] Fátor J.: *Sborník konference „Izostatické lisování v keramice“*, str. 149, DT ČSVTS, Bratislava 1981.
- [6] Linkson P. B.: *Rev. Sci. Instrum.* 41 (5), 752 (1970).
- [7] Frey R. G., Halloran J. W.: *J. Amer. Cer. Soc.* 67 (3), 199 (1984).
- [8] Masters K.: *Spray drying*, str. 326, II. ed., G. Goodwin Ltd., London 1976.
- [9] Toman M.: *Kol. Žurnal* 25 (6), 719 (1963).
- [10] Bilďukovič V. L. a kol.: *Steklo i keramika* (11), 30 (1977).
- [11] Rumpf H.: *Chem. Ing. Technik* 42 (8), 538 (1970).

### ДЕФОРМИРУЮЩИЕ СВОЙСТВА ГРАНУЛ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ФОРМОВАНИЯ ТОНКОСТЕННЫХ ПРОФИЛИРОВАННЫХ ИЗДЕЛИЙ

Павел Выцудилик, Гелена Коштялова, Ярослав Соукуп

*Научно-исследовательский институт тонкой керамики  
360 08 Карловы Вары-Бржезова*

На конструированной нами установке измеряли деформирующие свойства гранул диаметром 0,5 мм, подобранных из гранулятов, предназначенных для формования тонкостенных профилированных изделий в хозяйственном фарфоре (рис. 1). Грануляты получались распылительной сушкой. Отдельные гранулы при одноосном сжатии ведут себя как твердые тела, дробящая сила которых находится в пределах 50—800 мН и максимальная деформация в пределах 15—35 мкм (рис. 3). Эластическая деформация составляет приблизительно 1 % диаметра частицы (рис. 4).

На деформирующие свойства гранул наибольшее влияние оказывает применяемое вяжущее — пресовальная примесь (рис. 5), которая концентрируется в поверхностном слое гранулы и упрочняет ее. Большее содержание пресовальной примеси вполне исключает влияние сырьевого состава и влажности гранулы (рис. 6, 7). В случае гранулята, полученного распылительной сушкой, большое влияние на свойства гранул оказывает сжижение применяемой суспензии. Из коагулированной суспензии образуются мягкие гранулы, которые непригодны для формования приводимых изделий.

При формовании требуется, чтобы отдельные гранулы по возможности долго сохранились таким образом, чтобы в прессе-изделии осталась неразрывная пористая система, обеспечивающая быстрое выделение удавливаемого воздуха. Поэтому тре-

буется, чтобы прочность отдельных гранул при давлении формования не допускала их дробление. Кроме того гранулы должны обладать такой деформируемостью, чтобы получалась необходимая компактность и деформируемость пресс-изделия.

*Рис. 1. Съемка гранул в грануляте, предназначенном для формования.*

*Рис. 2. Схема установки для загрузки отдельных гранул: 1 — синхронный двигатель, 2 — коробка передач, 3 — эксцентрик, 4 — нагрузочный плунжер с пружиной, 5 — тензометрический датчик, 5а — выходной сигнал силы, 6 — индуктивный датчик, 6а — выходной сигнал деформации, 7 — электрические цепи, 8 — рама прибора, 9 — измеряемая гранула.*

*Рис. 3. Ход зависимости загрузки  $F$  (mN) на деформацию  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) у гранул диаметром 0,5 мм.*

*Рис. 4. Ход загрузки гранулы диаметром 0,5 мм при повторяемых циклах:  $F$  — загрузка (mN),  $D$  — деформация ( $\mu\text{m}$ ).*

*Рис. 5. Изменение дробящей силы  $F$  (mN) и максимальной деформации  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) у гранул диаметром 0,5 мм, подобранных из гранулята с разным содержанием прессовальной примеси  $c$  (%).*

*Рис. 6. Зависимость дробящей силы  $F$  (mN) от влаги гранул  $W$  (%), подобранных из промышленных гранулятов.*

*Рис. 7. Зависимость дробящей силы  $F$  (mN) от влаги  $W$  (%) гранул, подобранных из гранулятов с изменяемым количеством прессовальной примеси: 1 — 0,4 % прессовальной примеси, 2 — 1,0% прессовальной примеси 3 — 1,1 % прессовальной примеси.*

*Рис. 8. Изменение положения гранулы при загрузке.*

## DEFORMATION PROPERTIES OF GRANULES FOR PRESSING OF THIN-WALLED PROFILED WARE

Pavel Vycudilik, Helena Košťálová, Jaroslav Soukup

Research Institute of Fine Ceramics  
CS — 360 08 Karlovy Vary-Březová

A special device was designed (Fig. 2) to measure the deformation properties of dia. 0.5 mm granules for the pressing of thin-walled profiled porcelain table-ware (Fig. 1). The granulated material was produced by spray drying. Under monoaxial compression, the individual granules behave as solid bodies whose crushing force is in the range 50 to 800 mN and the maximum deformation in the range 15 to 35  $\mu\text{m}$  (Fig. 3). The elastic deformation represents about 1 % of the granule diameter (Fig. 4).

The deformation properties of the granules are mostly affected by the binder employed — the moulding admixture (Fig. 5) which concentrates in the surface layer of the granule and increases its strength. A higher content of the moulding admixture completely suppresses the effect of the raw material composition and of the moisture on properties of granules (Figs. 6 and 7). Deflocculation of the suspension has a great influence on the properties of granules produced by spray drying. A coagulated suspension yields soft granules unsuitable for the pressing of the ware in question.

During the pressing the granules should be preserved as long as possible and the compact should retain a continuous porous system allowing a rapid release of the trapped air. For this reason the individual granules should have a strength preventing their crushing under the moulding pressure. At the same time, the granules should be highly deformable to achieve the required cohesion and deformability of the compact.

*Fig. 1. The granules in the moulding granulate.*

*Fig. 2. Schematic diagram of the device for the loading of individual granules: 1 — synchronous motor, 2 — gearbox, 3 — excenter, 4 — loading piston with spring, 5 — strain gauge, 5a strain — output signal, 6 — induction transmitter, 6a — deformation output, signal, 7 — electrical circuits, 8 — instrument frame, 9 — granule being measured.*

*Fig. 3. Load  $F$  (mN) vs. deformation  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) for dia. 0.5 mm grains.*

*Fig. 4. Load  $F$  (mN) vs. deformation  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) for dia. 0.5 mm grain during repeated cycles.*

*Fig. 5. Change in crushing force  $F$  (mN) and maximum deformation  $D$  ( $\mu\text{m}$ ) for dia. 0.5 mm granules selected from granulates with various contents of moulding admixture  $c$  (%)*

Fig. 6. *Crushing force  $F$  (mN) vs. moisture content in granules  $w$  (%) taken as samples from production granulates.*

Fig. 7. *Crushing force  $F$  (mN) vs. moisture content  $w$  (%) in granules with various amounts of moulding admixture: 1 — 0.4% of moulding admixture, 2 — 1.0% of moulding admixture, 3 — 1.1% of moulding admixture.*

Fig. 8. *Change in the granule position under loading.*

## C. TRUESDELL: RATIONAL THERMODYNAMICS (Second Edition).

Springer-Verlag, New York 1984, cena 00 dolarů, 578 stran.

Autor této knihy Clifford Truesdell, profesor racionální mechaniky na Universitě Johna Hopkinse v Baltimore, je předním světovým odborníkem v mechanice a termodynamice kontinua a vůdčí osobnost známé školy v tomto oboru. Je autorem proslulých monografií (připomeňme aspoň základní díly Handbuch der Physik jako je Non-Linear Field Theories of Mechanics (s W. Nollm) nebo Classical Field Theories (s R. Toupinem)), zakladatelem časopisu Archive for Rational Mechanics and Analysis a kromě toho (a mnohého jiného) je též čelným odborníkem v historii přírodních věd (redaktor časopisu Archive for History of Exact Sciences). Již tento výčet zaručuje zajímavost a přitažlivost této knihy vycházející v druhém vydání (první vydalo pod stejným názvem nakladatelství McGraw—Hill v r. 1969) rozšířením o další text a dodatky renomovaných autorů jeho školy na téměř trojnásobný rozsah. Ačkoliv základní text 10 přednášek byl sepsán téměř před dvaceti lety, doba ověřila jeho trvalou hodnotu. I když „racionální termodynamika“ znamená podle autora matematickou teorii termodynamiky, tj. součást matematiky, Truesdellův text je napsán s bravurou nejen odbornou ale i literární — ostré polemiky se střídají s jasně formulovanými výchozími stanovisky, doplněné zasvěcenými historickými komentáři.

Nové vydání začíná úvodem do historie termodynamiky pojatým nově a netrardičně. 1. přednáška o termodynamice jednoduchých systémů je přístupná a užitečná i začátečníkům a v dodatku je exaktním (ale přístupným) způsobem formulována klasická teorie termodynamiky založená na tepelných strojích. 2. přednáška diskutuje motivaci 2. věty termodynamiky ve formě entropické (Clausius—Duhemovy) nerovnosti vhodné pro libovolné (např. nerovnovážné) procesy. Dodatek (sepsaný M. Feinbergem a R. Lavinem) představuje jednu z moderních metod odvození existence entropie a teploty splňující entropickou nerovnost z přístupnějších pojmů (jiný takový postup je v příspěvku M. Šilhavého zmíněném níže). 3. přednáška se zabývá tzv. Colemanovým teorémem, který využívá nové interpretace 2. věty jakožto omezení na konstitutivní rovnice. V dodatku (G. Capriz a P. Podio-Guidugli) je popsána teorie materiálů s vnitřními vazbami např. nestlačitelných. 4. přednáška se zabývá šířením vln v disipujícím prostředí a je doplněna dvěma dodatky P. J. Chena a C. M. Dafermose o moderním rozvoji tohoto problému. 5. přednáška se zabývá difúzí a termodynamikou směsí a je doplněna pěti dodatky, které diskutují difúzi v nereagující směsi (R. M. Bowen), termodynamiku směsí tekutin (I-Shih Liu a I. Müller), termodynamiku vícefázových dispergovaných směsí (suspense, porézní materiály s tekutinou; sepsali S. L. Passman, J. W. Nunziato a E. K. Walsh) a aplikace na fyziku zemin (P. A. C. Raats). Poslední dodatek k této přednášce (W. O. Williams) se zabývá systematickou konstrukcí teorie směsí z moderní varianty termodynamiky čistých látek (popsané v dodatku M. E. Gurtina a tohoto autora, zmíněném níže). 6. přednáška se zabývá chemickými reakcemi a stechiometrií a 7. přednáška o Onsagerových relacích reciprocity polemizuje s lineární termodynamikou nevratných procesů. Dodatek C. C. Wanga ukazuje příklad získání těchto relací netrardičním způsobem. Přednášky 8, 9 a 10 jsou věnovány kinetické teorii plynů a jejímu srovnání s teorií kontinua a jsou doplněny přílohami autora a R. G. Muncastera.

Knihu uzavírá soubor dodatků věnovaných základům termodynamiky (B. D. Coleman, D. R. Owen), axiomatice termodynamiky založené na velmi názorném pojetí interagujících těles a jejich částí (M. E. Gurtin a W. O. Williams), axiomatice teploty (M. Pitteri), diskusi rovnice vedení tepla (W. A. Day) a zobecnění vztahu mezi kinetickou teorií a teorií kontinua (R. G. Muncaster). Knihu uzavírá příspěvek českého autora M. Šilhavého, ve kterém je naznačeno odvození vnitřní energie, entropie a absolutní teploty z tepla, práce a empirické teploty v libovolných (tj. i v nerovnovážných) procesech.

Knihu lze tedy doporučit nejen odborníkům v termodynamice a příbuzných oborech (aplikované termodynamiky, transportní jevy, nerovnovážná termodynamika, kinetická teorie aj.), ale také všem čtenářům, kteří se o základy termodynamiky zajímají.

*I. Samohýl*