

ÚLOHA 9

Stanovení hustoty, uzavřená a skutečná pórovitost, stanovení nasákavosti vakuovou metodou

Úloha má více částí, nejdříve stanovíme hustotu (měrnou hmotnost) vypáleného keramického střepu, následně spočítáme skutečnou a uzavřenou pórovitost a posledním úkolem je stanovení nasákavosti vakuovou metodou a s tím související stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a zdánlivé hustoty. Stanovení hustoty, skutečné a uzavřené pórovitosti se provádí na zkušebních trámečcích připravených v úloze 3 vypálených na různé vypalovací teploty. Stanovení nasákavosti vakuovou metodou se provádí na zkušebních vzorcích připravených v rámci úlohy 4 a vypálených na různou vypalovací teplotu.

A Stanovení hustoty (měrné hmotnosti) vypálených střepů

Hustota (ρ) - poměr hmotnosti látky a jejího objemu, tzn. bez uzavřených pórů. Ke stanovení hustoty musíme znát hmotnost vzorku a jeho objem. Hmotnost vzorku určíme vážením, objem nepřímo vážením v pyknometru za použití vhodné kapaliny.

Pracovní postup:

K práci bude použita metoda kapalinového pyknometru za použití vody. Provádí se podle ČSN 72 5011.

Vzorek ke zkoušce (od každé vypalovací teploty postačí ulomit asi pětinu zkušebního trámečku) se připraví pomletím ve vibračním mlýnku tak, aby prošel sítím 0,063 a měl by se nechat vysušit (v podmínkách cvičení je možno tyto dvě poslední operace vynechat).

Pomletý vzorek se poté přesype do zváženého pyknometru (na analytických vahách s přesností 0,0001 g i se zátkou) tak, aby zaplnil asi 1/5 jeho objemu a opět zvaží. Poté se vzorek v pyknometru převrství asi o centimetr vodou. Aby kapalina dokonale vyplnila mezery mezi zrny vzorku, musí se vzorek odvzdušnit za použití vývěvy a to tak, že se pyknometry bez uzávěrů umístí do exsikátoru, který je připojen na odvzdušňovací vodní vývěvu. Odvzdušňování poté probíhá asi 10 minut. Po zrušení podtlaku se pyknometry doplní vodou asi 5 mm pod okraj ústí hrdla a nechá se sedimentovat. Poté se pyknometr uzavře zátkou, aby došlo k výtoku přebytku vody kapilárou v zátce. Osušený pyknometr se zvaží. Poslední hmotnost se určí při naplnění pyknometru vodou.

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Výpočet hustoty:

$$\rho = \frac{m_s}{m_p - m_{pw} + m_w} \cdot \rho_K$$

- ρ hustota stanovená pyknometricky [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]
- m_s hmotnost vysušeného vzorku [kg]
- m_w hmotnost kapaliny v pyknometru [kg]
- m_{pw} hmotnost pyknometru s navážkou vzorku a kapalinou [kg]
- m_p hmotnost pyknometru s navážkou vzorku [kg]
- ρ_k měrná hmotnost použité kapaliny při laboratorní teplotě (voda $998 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

Tabulka pro zapsání naměřených a vypočtených hodnot:

Teplota výpalu	°C	°C	°C
označení pyknometru			
hmotnost pyknometru			
m_p			
m_{pw}			
hmotnost pyknometru s vodou			
m_s			
m_w			
ρ			

Bude vypracována grafická závislost měrné hmotnosti vzorku na jeho vypalovací teplotě

B Stanovení skutečné a uzavřené pórovitosti vypálených střepek

Na základě stanovení objemové hmotnosti (úloha 7) bude stanovena skutečná pórovitost PS a uzavřenou pórovitost PU.

$$PS = 1 - \frac{(OH)}{\rho} \cdot 100 \quad [\%]$$

- PS skutečná pórovitost [%]
- OH objemová hmotnost [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]
- ρ hustota [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

$$PU = PS - PZ \quad [\%]$$

- PU uzavřená pórovitost [%]
- PS skutečná pórovitost [%]
- PZ zdánlivá pórovitost [%]

hodnoty stanovené v úloze 7				vypočtené hodnoty		
Teplota výpalu	vzorek	OH [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	PZ [%]	ρ [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	PS [%]	PU [%]

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

C Stanovení nasákavosti vakuová metoda, stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a zdánlivé hustoty.

Stanovení nasákavosti vakuovou metodou se provádí na zkušebních vzorcích připravených v rámci úlohy 4.

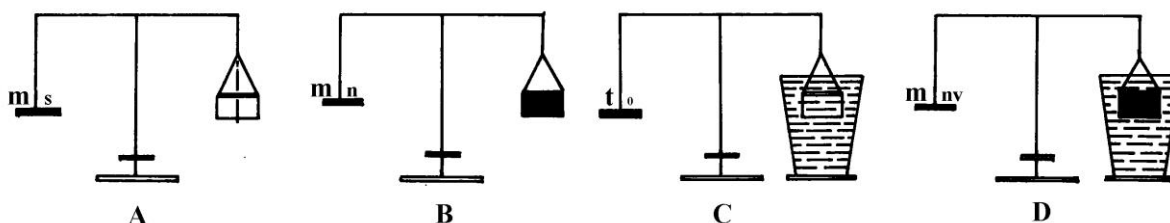
Pracovní postup:

Vzorky vysušené při 110 °C do ustálené hmotnosti se zváží a uloží na rošt do nádoby umístěné v exikátoru tak, aby se vzorky nedotýkaly stěn nádoby ani vzájemně mezi sebou. Z nádoby (exikátoru) se pomocí vodní vývěvy odčerpá vzduch, počkáme 10 min.

Vzorky zalejeme do jejich poloviny vodou v nádobě je stále podtlak, počkáme 10 min. Vzorky zalejeme vodou úplně, hladina by měla být 2cm nad nejvyšším vzorkem, po 15 minutách zrušíme podtlak a můžeme přejít k hydrostatickému vážení.

Jednotlivé vzorky jsou postupně vyjímány z nádoby, váženy hydrostaticky (pod vodou) a vráceny zpět do nádoby s vodou.

Po zvážení všech vzorků ve vodě jsou nasáklé vzorky váženy na vzduchu, postupně jsou vyjímány z vody, na povrchu otírány vyždímanou vlhkou tkaninou a ihned váženy.



Obr. 1 Schématický postup hydrostatického vážení

Legenda:

A vážení suchého vzorku (m_s)

B vážení nasáklého vzorku (m_n)

C tárování válce s vodou a závěsem pro hydrostatické vážení

D hydrostatické vážení vzorku (m_{nv})

Nasákavost (NV) je jedním z nejdůležitějších parametrů, který charakterizuje mikrostrukturu keramického střepe, a to konkrétně jeho pórovitou strukturu. Patří k nejčastějším zkouškám v keramice. Nasákavost odpovídá struktuře materiálu. Vysoká nasákavost odpovídá pórovité struktuře, zatímco hutný a slinutý výrobek má nasákavost nízkou. Stanovuje se (především jako absolutní hmotnostní nasákavost) v % jako poměr hmotnosti vody pohlcené zkušebním vzorkem ke hmotnosti vysušeného vzorku za podmínek stanovených normou, vzorec:

Výpočet nasákavosti:

$$NV = \frac{m_n - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad [\%]$$

m_n ...hmotnost vzorku po zkoušce nasákavosti, nasáklého [g],

m_s ...hmotnost vysušeného vzorku [g]

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Objemová hmotnost (OH) se vyjadřuje v $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ a je vždy menší než měrná hmotnost vzorku. U keramických střeptů se nejčastěji stanovuje **hydrostatickým vážením** – vzorky nasycené při zkoušce nasákavosti se potom hydrostaticky váží na vytárovaném závěsu (dbá na to, aby se vzorky při vážení nedotýkaly stěn ani dna nádoby). Objemová hmotnost střeptu se vypočítá ze vztahu:

$$OH = \frac{m_s}{m_n - m_{nv}} \cdot \rho_v \quad [\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$$

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g],

m_n ...hmotnost nasáklého vzorku váženého na vzduchu [g],

m_{nv} ...hmotnost nasáklého váženého hydrostaticky (pod vodou) [g],

ρ_v ...hustota kapaliny v níž je prováděno hydrostatické vážení [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$], pro vodu dosazují $1000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$

Zdánlivá pórovitost (PZ) je přesnějším ukazatelem pórovitosti mikrostruktury než nasákavost (při stejné nasákavosti bude střept s větší měrnou hmotností vždy pórovitější než vzorek s měrnou hmotností nižší) Stanovuje se společně se zjišťováním nasákavosti a objemové hmotnosti.

$$PZ = \frac{m_n - m_s}{m_n - m_{nv}} \cdot 100 \quad [\%]$$

m_n ...hmotnost vzorku nasáklého [g],

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g],

m_{nv} ...hmotnost nasáklého vzorku pod vodou [g]

Zdánlivá hustota (ZH) udává hmotnost vysušeného vzorku na jednotku jeho objemu včetně uzavřených pórů. Pokud vzorek nemá uzavřené póry, pak se zdánlivé hustota rovná měrné hmotnosti (hustotě). Stanovuje se současně se stanovením nasákavosti, objemové hmotnosti a zdánlivé pórovitosti podle vzorce:

$$ZH = \frac{m_s}{m_s - m_{nv}} \cdot \rho_v \quad [\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$$

m_s ...hmotnost suchého vzorku [g],

m_{nv} ...hmotnost nasáklého vzorku pod vodou [g],

m_n ...hmotnost nasáklého vzorku na vzduchu [g].

ρ_v ...hustota kapaliny v níž je prováděno hydrostatické vážení [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$], pro vodu dosazují $1000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Tabulka pro zapsání naměřených a vypočtených hodnot:

vytvářecí vlhkost	Naměřené hodnoty					Vypočtené hodnoty		
	vzorek	m_s [g]	m_{nv} [g]	m_n [g]	NV [%]	OH [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	PZ [%]	ZH [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

V závěru zhodnotíme vliv vlhkosti pracovní hmoty na fyzikálně mechanické vlastnosti keramického střepu.

Náležitosti protokolu:

- popis suroviny, která byla použita pro přípravu zkušebních těles, viz úloha 3,4 teploty výpalu zkušebních vzorků
- postup měření
- naměřené hodnoty, výsledky měření
- grafické znázornění závislosti hustoty, skutečné pórovitosti a uzavřené pórovitosti na teplotě výpalu a jejich zhodnocení
- Vyhodnocení vlivu pracovní vlhkosti v drolence na objemovou hmotnost, pórovitost a nasákavost keramického střepu.