

Vysoká škola strojní a textilní v Liberci
nositelka Řádu práce
Fakulta strojní

Ober : 23 - 07 - 8
Strojírenská technologie
zaměření
Strojírenská metalurgie

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

GRANULOMETRICKÝ ROZBOR
SLOŽEK SÁDROVÝCH FORMO-
VACÍCH SMĚSÍ

KMM - 157

Jiří Makovský

Vedoucí diplomové práce : RNDr. Jana Kulhánková

Rozsah práce a příloh :

Počet stran	52
Počet tabulek	5
Počet obrázků	33
Počet příloh	-
Počet výkresů	-

22. května 1985

Vysoká škola: **strojní a textilní v Liberci** Fakulta: **strojní**
Katedra: **materiálu a strojírenské metalurgie** Školní rok: **1984/85**

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMELECKÉHO DÍLA, UMELECKÉHO VÝKONU)

pro **Jiří MAKOVSKÝ**
obor **strojírenská technologie**

Vedoucí katedry Vám ve smyslu nařízení vlády ČSSR č. 90/1980 Sb., o státních závěrečných zkouškách a státních rigorózních zkouškách, určuje tuto diplomovou práci:

Název tématu: **Granulometrický rozbor složek sádrových formovacích směsí**

Zásady pro vypracování:

1. Seznámení s vlastnostmi a složením sádrových formovacích směsí pro odlévání odlitků ze slitin hliníku se zvláštním zaměřením na granulometrii.
2. V návaznosti na předchozí práce katedry dopracovat metodiku granulometrického rozboru jednotlivých složek sádrových směsí a připravit sérii měření na určených vzorcích (křemenná moučka, čistá sádra).
3. Provedení a vyhodnocení granulometrického rozboru vybraných složek sádrových směsí.
4. Formulace dílčích závěrů a doporučení pro posuzování kvality složek sádrových směsí na výrobu forem pro odlévání velmi přesných a hladkých odlitků z Al slitin.

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
Ústřední knihovna
LIBEREC 1, STUDENTSKÁ 8
PSC 461 17

✓ 172/85 S

Místopřísežně prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci, dne 22. května 1985

Jiří Makovský
Jiří Makovský

Rozsah grafických prací:

Rozsah průvodní zprávy:

40 - 50 stran

Seznam odborné literatury:

- /1/ MALÁ, T.: Diplomová práce, VŠST 1981
- /2/ LANDSPERSKÝ, H.: Měření povrchu a velikosti částic práškových materiálů. SNTL 1967.
- /3/ POUCHLÝ, J.: Koloidní chemie. SNTL Praha, 1980.
- /4/ POSPÍŠIL, Z., KOLLER, A.: Jemná keramika. SNTL ALFA Praha, 1981.
- /5/ Kolektiv : Vývoj v oblasti přesného ltkí do forem ze sádrových směsí. VŠST 1981 - 1983.

Vedoucí diplomové práce:

RNDr. Jana Kulhánková

Datum zadání diplomové práce:

28.9.1984

Termín odevzdání diplomové práce:

24.5.1985



V. Chaloupecký
Doc. Ing. Václav Chaloupecký, CSc

Vedoucí katedry

Bohuslav Stříž
Doc. RNDr. Bohuslav Stříž, CSc

Děkan

V Liberci dne 28.9. 1984

O B S A H

1.	Úvod	6
2.	Teoretická část	7
2.1.	Sádrové formovací směsi	7
2.2.	Výroba a vlastnosti sádry	7
2.3.	Jemnostní vlastnosti práškových ma- teriálů a způsoby jejich měření a vyhodnocování	8
2.3.1.	Přehled metod pro stanovení veli- kosti a distribuce částic	9
2.3.2.	Způsoby zpracování dat	9
2.4.	Rozbor metod pro stanovení velikosti a distribuce částic a jejich vhod- nost aplikace pro sádro	11
2.4.1.	Sítová analýza	11
2.4.2.	Mikroskopické metody	12
2.4.3.	Sedimentační metody	14
2.4.4.	Elutriace a pneumatické třídění	17
2.5.	Velikost a tvar částic	17
3.	Experimentální část	19
3.1.	Stanovení sypné a setřepné hmot- nosti	19
3.2.	Pneumatické třídění vzorků sádry	21
3.3.	Mikroskopické stanovení velikosti částic v podílech sádry z pneuma- tického třídění	24
3.3.1.	Příprava mikroskopických preparátů	24
3.3.2.	Fotografování mikroskopických preparátů	26
3.3.3.	Mikrofotografie vzorků sádry	26
3.3.4.	Způsob hodnocení mikroskopických snímků	34
3.3.5.	Diskuze výsledků	36
3.4.	Stanovení distribuce velikosti částic sedimentační metodou	42

3.4.1. Popis měřicího zařízení a jeho kalibrace	42
3.4.2. Postup a podmínky měření	43
3.4.3. Zpracování naměřených hodnot	45
3.4.4. Diskuze výsledků	48
4. Shrnutí dosažených výsledků a návrhy dalšího postupu	49
5. Závěr	50
6. Seznam použité literatury	51

Seznam použitých zkratek a symbolů

N_A	numerická apertura	
l	rozlišovací schopnost	/ m /
d	průměr částice	/ m /
η	dynamická viskozita	/ Pa.s /
ρ	hustota částice	/ kg.m ⁻³ /
ρ_s	hustota prostředí	/ kg.m ⁻³ /
h	výška pádu částice	/ m /
λ	vlnová délka	/ m /
g	gravitační zrychlení	/ m.s ⁻² /
t	doba pádu částice	/ s /
d_v	průměr ekvivalentní koule	/ m /
A_v	povrch ekvivalentní koule	/ m ² /
φ	sféricita	
ρ_p	sypná hmotnost	/ g.cm ⁻³ /
ρ_t	setřepná hmotnost	/ g.cm ⁻³ /
m	hmotnost	/ kg /
V	objem	/ m ³ /

1. ÚVOD

Československé strojírenství, jako jedno z nejprogresivněji se rozvíjejících odvětví národního hospodářství, kladé stále zvyšující se nároky na slevářenskou výrobu, jejíž nové postupy odlévání by měly zabezpečit další snížení spotřeby surovin i energie a minimalizovat následné operace související s opracováním odlitku.

Proto do popředí zájmu se dostalo přesné lití do forem ze sádrových formovacích směsí. Odlitky zpracované touto technologií nevyžadují téměř opracování a vyznačují se dobrou rozměrovou přesností a hladkostí povrchu.

Zejména poslední z jmenovaných vlastností odlitků úzce souvisí s granulometrickou skladbou sádrových směsí. V předcházejících pracích byla podrobně sledována granulometrická skladba zvláště jedné ze složek sádrových směsí, a to křemenné moučky. Proto byla tato diplomová práce soustředěna na granulometrický rozbor tří druhů komerčně vyráběných druhů sádry, které tvoří hlavní a podstatnou součást každé sádrové formovací směsi.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. Sádrové formovací směsi

Sádrové směsi jsou v suchém stavu tvořeny práškovitými látkami připravenými mletím. /5/ Jednotlivé složky sádrové směsi tvoří :
sádra ve funkci pojiva,
křemenná moučka ve funkci ostřiva
a práškové přísady, na př. mastek, cement a pod.

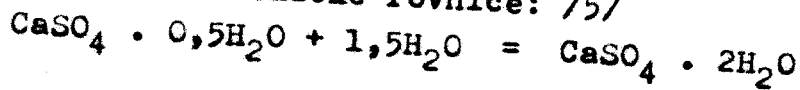
2.2. Výroba a vlastnosti sádry

Prášková sádra je hydraulicky tuhnoucí maltovina vyrobená odvodněním minerálu sádrovce chemického složení $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, rozemletého na moučku. Po vypálení sádrovce dostaneme směs polohydrátu $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ a polooanhydritu gama- CaSO_4 . /6/ Množství polohydrátu a polooanhydritu ve směsi je možno regulovat výškou vypalovací teploty.

V naší republice obdobně jako v některých jiných zemích světa byl vypracován ve Výzkumném ústavu anorganické chemie způsob výroby sádry z fosfosádrovce, který vzniká jako vedlejší produkt při výrobě kyseliny fosforečné. /7/

Ve slévárenství se používá sádry k výrobě modelového zařízení a podložek pro jádra, forem pro odlitky z lehkých a neželezných slitin a k výrobě odlitků z neželezných a lehkých slitin metodou vytavitelného modelu. /1/

Smícháním sádry s vodou obdržíme vodní suspenzi pevných částic sádry, t. zv. licí kaši. Podstatou tuhnutí sádrové licí kaše je reakce práškové sádry s vodou podle chemické rovnice: /5/



Na vlastnosti ztuhlých sádrových suspenzí má významný vliv granulometrie výchozí látky. /8/ Granulometrie souvisí s pórovitostí ztvrdlých suspenzí, její vliv se projevuje i na velikost a časový průběh hydratační dilatace. Závislost pórovitosti na pevnosti ztvrdlých suspenzí sádry udává Schillerův vztah. /8/

Formy vyrobené ze ztvrdlých suspenzí sádry lze tedy uvažovat jako pórovitá tělesa obsahující vodu jednak fyzikálně vázanou v pórech, dutinách, kapilárách a jednak chemicky vázanou v krystalech polohydrátu a dihydrátu. Odstraňováním vody z těchto forem tepelným zpracováním se zabýval tým pracovníků KMM VŠST v Liberci. /5//4/

Z uvedeného je patrné, že vliv granulometrie sádrových formovacích směsí na mechanické a fyzikální vlastnosti jejich ztvrdlých suspenzí není zanedbatelný.

2.3. Jemnostní vlastnosti práškových materiálů a způsob jejich měření a vyhodnocování

K základním charakteristikám práškového materiálu patří velikost jeho částic, distribuce velikostí částic, měrný povrch a tvar částic. Pod pojmem částice práškového materiálu rozumíme nejmenší stavební jednotku práškových látek. Tato nejmenší stavební jednotka není definována v literatuře zcela jednoznačně. Někteří autoři takto označují zrna, jiní větší celky zrn, čili agregáty nebo shluky agregátů - aglomeráty. /2/ Zrno definuje ČSN 72 1127 takto : Zrno je jednotlivá částice jako kolektivní součást zrniva charakteristická svou velikostí a tvarem bez ohledu na látkové složení, fyzikální vlastnosti a způsob vzniku.

Také pojem velikosti částice vyžaduje vždy určité zpřesňující údaje. Pokud jsou částice kulové, rozumí se jejich velikostí průměr, naproti tomu velká většina práškových látek je tvořena částicemi, jejichž tvar je

zcela nepravidelný. Pak musíme zvolit a popsat určité kritérium velikosti.

2.3.1. Přehled metod pro stanovení velikosti a distribuce částic.

- a) Sítová analýza
- b) Mikroskopické metody
- c) Sedimentace, elutriace a pneumatické třídění
- d) Metody založené na rozptylu světla

2.3.2. Způsoby zpracování dat

Naměřené hodnoty velikostí jednotlivých částic se zpravidla zpracovávají několikerým způsobem. Jedním z těchto postupů je neskupinové zpracování dat. Používáme-li většího počtu měření nebo jiných pozorování je vhodné je zpracovat účelným uspořádáním, tabelací a grafickým znázorněním. Takovému sbírání a zpracování říkáme obvykle statistické zpracování a o jeho předmětu mluvíme jako o datech.

Data, která jsou zapsána v pořadí, v jakém byla získána, jsou neuspořádaná. Pro další zpracování je výhodné uspořádat data podle rostoucí velikosti - potom mluvíme o uspořádaném statistickém souboru. Takto uspořádaná data graficky znázorníme v kumulativním grafu, kde pořadnicemi jsou četnosti hodnot menších nebo rovných dané hodnotě znaku. Pokud jsou tyto pořadnice uvedeny ve zlomcích celkového počtu pozorování (často v procentech), představují relativní četnosti. Z tabulky uspořádaných dat snadno zjistíme největší a nejmenší hodnotu dat a jejich rozdíl, t. zv. rozpětí statistického souboru.

Z kumulativního grafu můžeme určit absolutní nebo relativní četnost dat menších nebo rovných nějaké

dané hodnotě; naopak je možné určit hodnotu, pod kterou pozorování padnou s přibližně danou relativní četností. Takové hodnoty se nazývají kvantily. Z těch se nejčastěji uvádějí kvartily jako hodnoty vymezující relativní četnost v intervalech po 0,25. Druhý kvartil je prostřední hodnota souboru a nazývá se medián. /9/

Jiný způsob předpokládá t.zv. skupinové rozdělení četností. Z předcházejícího je zřejmé, že ani při velkém počtu pozorování se nevyhneme značnějšímu kolísání četností, když i rozpětí souboru je velké. Je proto výhodné v takových případech seskupovat četnosti přilehlých hodnot znaku do skupin a takové tabelaci říkáme skupinové /třídní/ rozdělení četností. Skupiny dat se nazývají třídní intervaly a zavádíme je stejně velké. Dělicí body mezi třídními intervaly jsou třídní hranice, které zvolíme výhodně uprostřed mezi možnými hodnotami znaku. Střed takto zvoleného třídního intervalu můžeme považovat za reprezentativní hodnotu všech hodnot intervalu a nazýváme jej třídní znak.

Při volbě počtu třídních intervalů a jejich délky musíme postupovat s rozmyslem. Obvykle volíme takovou délku, aby počet intervalů byl mezi deseti až dvaceti. Grafickým znázorněním skupinového rozdělení četností je histogram, který vznikne sestrojením obdélníku, jehož svislá strana má velikost příslušné třídní četnosti. Odpovídající kumulativní třídní četnosti se znázorňují na kumulativním polygonu, který sestrojíme tak, že v každé třídní hranici vyneseme bod, jehož pořadnice odpovídá četnosti všech hodnot znaku ležících nalevo od této hranice. Takto získané body spojíme lomenou čarou. Na rozdíl od jednotlivých třídních četností, které se připojují k třídnímu znaku, přiřazujeme kumulativní četnosti vždy k horní třídní hranici. /9/

Popsaná metoda skupinového rozdělení četností naměřených velikostí částic byla užita při vyhodnocování granulometrie měřených druhů sádry, a proto byla v této části práce podrobně uvedena.

2.4. Rezbor metod pro stanovení velikosti a distribuce částic a jejich vhodnost aplikace pro sádru

2.4.1. Sítová analýza

Sítová analýza je jednou z nejjednodušších metod určování velikosti částic hrubších práškových látek. Spočívá na prosévání prášku sadou sít s různě velkými oky, přičemž síta jsou uspořádána nad sebou podle vzrůstající velikosti ok. Síta jsou tvořena drátěným pletivem s přesně definovanou vzdáleností mezi jednotlivými dráty. Sítováním se získají na každém síti příslušné frakce částic, které prošly všemi vrchními sítí, ale již neprošly sítí spodní. Navážku vzorku, kterou je třeba volit v optimálním množství, klademe na nejhrubší síto a celou sadou sít se třese, čímž dochází k rozdělení vzorku na jednotlivé frakce. /2/

Spodní mez měření velikosti částic pomocí sít je dána jednak nejjemnějším sítím, které lze vyrobit, jednak vlastnostmi sítovaného materiálu. Pro sádru je sítová analýza málo vhodná, protože částice sádry při vibracích sít aglomerují a tvoří kuličky. /7/ Přesto podle ČSN 72 2301 jsou rozlišovány druhy sádrových pojiv podle jemnosti mletí na hrubě mleté, středně mleté a jemně mleté; u jemně mletých sádrových pojiv je zbytek na síti s rozměrem otvorů 0,2 mm nejvýše 2%. Z toho vyplývá, že u jemně mletých sádrových pojiv lze spolehlivě zachytit při sítové analýze maximálně 2% částic a zbývajících 98% se nedá rozdělit vzhledem k aglomeraci částic.

2.4.2. Mikroskopické metody

Mikroskopické metody umožňují nejen posoudit velikost částic zkoumaného práškového materiálu, ale i tvar částic a jejich vzhled. Při pečlivém provedení dávají spolehlivé a dobře reprodukovatelné výsledky. Nevýhodou je jejich pracnost a s tím související pomalost. Pro získání spolehlivých výsledků je nutný dostatečný a velký počet měření.

Rozsah měření velikosti částic se pohybuje u optického mikroskopu od $0,5 \mu\text{m}$ do $100 \mu\text{m}$. Pro částice větší jak $100 \mu\text{m}$ je vhodnější síťová analýza, spodní hranice je dána rozlišovací schopností optického mikroskopu, přičemž teoretická hodnota pro viditelné světlo je asi $0,2 \mu\text{m}$. Praktická hodnota se pohybuje okolo $0,5 \mu\text{m}$ a výše. Použitím ultramikroskopu lze spodní hranici posunout až na $0,01 \mu\text{m}$. Pro částice o rozměrech menších než $0,5 \mu\text{m}$ se dnes používá klasického elektronového mikroskopu nebo modernějšího rastrovacího elektronového mikroskopu.

Jednou z nejdůležitějších charakteristik optického mikroskopu je jeho rozlišovací schopnost. Její mírou je numerická apertura, která je definována jako součin indexu lomu prostředí, jímž paprsky procházejí, a úhlové apertury, což je úhel dvou divergentních paprsků, které ještě mohou projít daným objektivem a vytvořit obraz předmětu. Maximální rozlišovací schopností, které je ještě možno objektivem dosáhnout, je minimální vzdálenost mezi dvěma body, které lze daným objektivem rozlíšit. Podle Abbeovy teorie platí, že rozlišovací schopnost l je dána vztahem :

$$l = \frac{0,01 \lambda}{N_A} \quad (1)$$

λ je vlnová délka použitého světla,
 N_A je numerická apertura.

Rozlišovací schopnost je tedy závislá na indexu lomu prostředí a lze ji zvýšit použitím takového prostředí mezi předmětem a objektivem, jehož index lomu je větší. Proto používáme imerzních kapalin s vysokým indexem lomu, do kterých umístíme pozorované předměty. Imerzní kapaliny jsou na př. cedrový olej, glycerin a pod. /11/

Druhou důležitou veličinou při pozorování v mikroskopu je jeho užitečné zvětšení. Každý obraz lze libovolně zvětšit, ale zvětšení má význam jen tehdy, jestliže se v obrazu obsáhnuté detaily zvětšují natolik, aby se staly přístupnými přímému pozorování okem. Další zvětšení je prázdné, pouze zhoršuje kvalitu obrazu, který se stává neostřím. Maximální užitečné zvětšení je takové zvětšení, při němž v obrazu obsáhnuté dva body, které znázorňují odpovídající dva body předmětu, vzdálené od sebe na vzdálenost hraničního rozlišení obrazu, jsou natolik zvětšeny, aby jejich vzdálenost odpovídala rozlišovací schopnosti oka (asi 0,1 mm). Pro nejlepší mikroskopy je maximální užitečné zvětšení asi 550 x.

Proměřování malých částíček přímo při mikroskopickém pozorování je velmi namáhavé, a proto se osvědčilo snímkování a proměřování částic na fotografiích. Při snímkování se s výhodou používá objektivů s menším zvětšením, zvláště pracuje-li se s hrubšími částicemi. Potřebné zvětšení se potom dosahuje zvětšováním negativů. Hloubka ostrosti při pozorování okem je totiž vlivem akomodační schopnosti oka větší, než při fotografování. Pokud je to možné, používá se dostatečně intenzivního zdroje světla, aby se zkrátila expoziční doba.

Vzorek pro mikroskopické pozorování musí být průměrným vzorkem, musí být dobře rozptýlen na povrchu mikroskopického sklíčka. Při přípravě preparátu nesmí

docházet k drcení částeczek ani k jejich shlukování. Pro přesné stanovení distribuční křivky je třeba proměřit několik stovek částic. Pro rychlá, přehledná měření, je vhodné zvolit několik rozmezí velikostí a určovat vždy počet částic spadajících do daného rozmezí. Takový postup byl zvolen i v této práci.

2.4.3. Sedimentační metody

Sedimentace je nejrozšířenější metodou pro určování velikostí částic práškových látek v oblasti velikostí, kde již nelze použít síťové analýzy. Metody jsou založeny na srovnávání rychlosti pádu částic ve vhodném prostředí. Prostor může být kapalně nebo plynné a při těchto metodách zůstává při měření relativně v klidu. /2/

Rozptýlením částic práškových látek v kapalném nebo plynném prostředí vznikne disperzní systém. Rozptýlený druh hmoty nazýváme disperzní podíl, druh, jehož spojitost zůstala zachována se nazývá disperzní prostředí. Klasifikaci disperzních systémů lze provádět podle různých hledisek. Význačná hlediska třídění jsou následující :

- a) počet fází
- b) velikost disperzních částic a jejich tvar
- c) skupenství disperzního podílu a disperzního prostředí.

Podle tvaru částic disperzního podílu rozeznáváme systémy korpuskulárně disperzní, laminárně disperzní a fibrilárně disperzní. Korpuskulárně disperzní systém má rozměry částic ve všech třech prostorových směrech alespoň přibližně stejné. Říkáme, že částice jsou izometrické. Ostatní systémy mají částice anizometrické; jeden nebo dva jejich rozměry převládají. Laminárně disperzní soustavy mají disperzní podíl ve tvaru destiček nebo lamel. Dva rozměry převládají nad třetím. Fibrilárně disperzní soustavy mají disperzní

podíl ve tvaru tyčinek nebo ohebných vláken. Převládá pouze jeden rozměr.

Jemnost, s jakou je disperzní podíl rozptýlen v disperzním prostředí, je charakterizována velikostí částic, kterou můžeme udat: hmotou částice, objemem částice nebo význačným lineárním rozměrem. Převrácenou hodnotu tohoto rozměru nazýváme stupeň disperzity. Podle stupně disperzity rozlišujeme soustavy na :

- a) makrodisperzní
- b) mikrodisperzní
- c) koloidně disperzní
- d) analyticky disperzní

Systémy s částicemi stejných velikostí nazýváme monodisperzní, s částicemi různých velikostí polydisperzní. Rozptýlením sádry v kapalině vzniká hrubý korpuskulárně disperzní systém, polydisperzní a označujeme jej suspenzí. /3/

Na padající částici v nepohybujícím se prostředí působí několik sil: gravitační síla, vztlak a odpor prostředí. Z analýzy těchto sil na základě zjednodušujících předpokladů (částice jsou kulové, tuhé, hladké, dostatečně velké ve srovnání s molekulami disperzního prostředí, pohybují se v neohrazeném prostředí a navzájem se při pádu neovlivňují, prostředí je homogenní, nestlačitelné, pohyb tekutiny v okolí částice při pádu je laminární) byl odvozen Stokesem vztah:

$$d = \sqrt{\frac{18 \eta}{(\rho - \rho_0) g}} \cdot \sqrt{\frac{h}{t}} \quad (2)$$

d průměr částice /m/

η dynamická viskozita /Pa.s/

ρ hustota částice /kg.m⁻³/

ρ_0 hustota prostředí /kg.m⁻³/

g gravitační zrychlení /m.s⁻²/

h výška pádu částice /m/

t doba pádu částice /s/

Většina práškových látek nemá částice kulové, nýbrž jsou to krystalové mnohostěny, jež se tvarem podobají hranolkům a krychlím. V takových případech se jako velikost částic uvádí délka hrany krychle o stejném objemu, jaký má koule padající podle Stokesova zákona.

Pohybující se molekuly disperzního prostředí narážejí na částice, čímž ovlivňují jejich pohyb. Podle většiny autorů je tento vliv významný pouze u částic menších než $0,1\ \mu\text{m}$. Za spodní mez použitelnosti sedimentačních metod se považuje velikost asi $0,5$ až $1,0\ \mu\text{m}$. U menších částic je sedimentační rychlost příliš malá. Aby se částice při pádu nevzájem neovlivňovaly a aby na výsledek neměly vliv stěny nádoby, v níž sedimentace probíhá, je třeba zajistit, aby pohyb každé částice byl zcela nezávislý. Jako optimální se ukazují tyto hodnoty: průměr nádoby větší než $2,5\ \text{cm}$, výška suspenze větší jak $1,0\ \text{cm}$, koncentrace suspenze maximálně 1 až 2 objemová procenta. /2/

Výsledkem sedimentační metody je sedimentační křivka, t.j. časová závislost hmotnosti sedimentu. Zahrnuje veškeré množství usazené v daném časovém intervalu. Ke konstrukci distribuční křivky ze křivky sedimentační se používá Odénova metoda tečen. Tato metoda byla popsána velmi podrobně mnoha autory. /2;3/

Sedimentační prostředí volíme podle chemické povahy studované látky. Použitá kapalina nesmí studovanou látku rozpouštět ani s ní chemicky reagovat, musí ji však smáčet. Viskozita musí být dostatečně velká, aby bylo možno určovat i podíly největších částic. Velmi důležité je dokonalé rozptýlení všech agregátů na jednotlivé částice, nikdy však nesmí dojít k rozbití těchto částic. Proto se doporučuje k přípravě suspenze dlouhodobé třepání, míchání, nebo převrácení nádoby i s jejím obsahem. /10/

Sedimentační metody rozdělujeme na koncentrační

a kumulativní metody. Základem koncentračních metod je stanovení změny koncentrace suspenze v určité výšce sedimentační nádoby v různých časových intervalech. Kumulativní metody jsou založeny na stanovení množství látky, která se usadí na mističce ponořené v sedimentační nádobě, nejčastěji vážením. Zmíněná metoda byla použita v této práci.

2.4.4. Flutriace a pneumatické třídění

Flutriace je opačným pochodem k sedimentaci. Vzorek je tříděn pomocí pohybujícího se prostředí. Nejčastěji se používá protiproudého principu, kdy se proud kapaliny nebo plynu pohybuje ve směru opačném k pádu částice. Menší a lehčí částice jsou odplavovány vzhůru proudem kapaliny, těžší se vznášejí nebo sedimentují. /2/

Při pneumatickém třídění jsou částice unášeny proudem vzduchu. V místě, kde rychlost proudu vzduchu prudce poklesne částice pokračují v tomto pohybu, avšak působením gravitačního zrychlení klesají a to rozdílně podle hmotnosti a tedy i velikosti. /5/

2.5. Velikost a tvar částic

Při určování velikosti a tvaru částic práškových materiálů vycházíme ze dvou metod : nepřímé a přímé. Mezi nepřímé metody patří sedimentace. Při sedimentaci se srovnává rychlost pádu studované částice s rychlostí pádu kulové částice za týchž podmínek a průměr kulové částice se stejnou dobou pádu, jako má studovaná částice, se přiřazuje této částici.

K přímým metodám řadíme mikroskopické zjišťování tvaru a velikosti částic. Při zjišťování tvaru nás zajímají rozměry částice ve třech prostorových směrech. S ohledem na jejich vzájemný poměr hovoříme o částicích

isometrických nebo anisometrických. Isometrické částice mají rozměry ve všech třech prostorových směrech alespoň přibližně stejné. U anisometrických částic jeden nebo dva rozměry převládají.

Podlouhlé částice jsou protaženy v jediném ze tří směrů. Ploché, ve tvaru destiček jsou charakteristické dvěma rozměry převládajícími nad třetím. /3/

Velikost částic posuzujeme s ohledem na jejich tvar. Pokud jsou kulové, rozumí se velikostí jejich průměr. Mají-li jiný pravidelný tvar, lze vždy zvolit určitý rozměr za základní a pomocí něho velikost definovat. Velká většina práškových látek je tvořena částicemi s nepravidelným tvarem. V případě, že je systém tvořen přibližně stejně velkými, ale nekulovými částicemi, lze jej popsat pomocí ekvivalentní kulové částice. Ta má buď: stejný objem nebo stejný povrch, anebo poměr povrchu k objemu stejný jako sledovaná částice. Zvolíme-li ekvivalentní částici se stejným objemem, je zřejmé, že taková koule bude mít podstatně menší povrch než sledovaná částice. Proto byl zaveden vztah :

$$\pi d_v^2 = \psi \cdot A_v, \text{ kde}$$

d_v průměr ekvivalentní koule

A_v povrch ekvivalentní koule

ψ sféricita

Sféricita vyjadřuje odchylku tvaru částice od koule a její hodnota je vždy menší než 1. Sféricita umožňuje použít odvozených vztahů pro kouli i pro částice jiných tvarů. Hodnoty sféricity se určují pokusně.

V literatuře jsou uvedeny i jiné přímé metody zjišťování velikosti částic. Jsou založeny na srovnání plochy průmětu částice s plochou průmětu kulové částice, jejíž průměr se pak přiřadí částici srovnávané na Martinově průměru. /12/

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1. Stanovení sypné a setřepné hmotnosti

V praxi stanovujeme střední velikost částic polydisperzního práškového materiálu nepřímo pomocí sypné a setřepné hmotnosti. K tomu je zapotřebí standardní sady vzorků o různých známých středních velikostech a známé sypné a setřepné hmotnosti. Srovnáním sypné a setřepné hmotnosti studované látky se vzorky ve standardní sadě můžeme přibližně určit střední velikost částic zkoumaného materiálu za předpokladu shodnosti tvaru sledovaného souboru a etalonu.

V případě těchto zkoušek nebyla k dispozici standardní sada vzorků. Lze se však domnívat, že srovnáním sypných a setřepných hmotností tří zkoumaných druhů sádry za předpokladu jejich stejné specifické hmotnosti a podobného tvaru částic, je možno učinit určité závěry o disperzitě a podobnosti či rozdílnosti těchto druhů sádry. Obě metody jsou empirické, nedávají exaktní výsledky, ale osvědčily se jako rychlé informativní metody.

Ke stanovení sypné hmotnosti bylo použito skleněného válce o objemu 128 ml. Prázdný válec byl zvážen na laboratorních vahách. Pomocí násypky z umělé hmoty byl válec naplněn práškem sádry. Násypka byla pevně upevněna v konstantní výšce 50 mm nad horním okrajem válce. Přebytečný prášek na vrcholu válce byl seříznut rovnou skleněnou destičkou. Válec se vzorkem byl potom zvážen a byla vypočítána hmotnost prášku v 1 cm^3 . Měření bylo uskutečněno se třemi druhy sádry:

- a) alabastrová sádra MG-11, druh II. podle TGL 21843, výrobce Gipswerk Stadttoldendorf - NDR.
- b) Harzgips G 55, podle TGL 23113, výrobek NDR.

c) Sádrové pojivo, třída G2 - B - II. podle ČSN 72 2301, výrobce Cementárny a vápenky Hranice, závod Koberžice.

Pro každý druh sádry bylo měření sypné hmotnosti 4 x opakováno. Podmínky a způsob provedení zkoušky byly ve všech případech stejné. Do vztahu (1) byla dosazována průměrná hodnota hmotnosti válce s práškem ze 4 stanovení.

$$\rho_s = \frac{\bar{m}_1 - m_2}{V} \quad (1)$$

$\bar{m}_1$ průměrná hmotnost válce s práškem /g/

m_2 hmotnost prázdného válce /g/

V objem válce /cm³/

ρ_s sypná hmotnost /g.cm⁻³/

Ke stanovení setřepné hmotnosti byl použit kalibrovaný skleněný válec o objemu 250 ml a průměru 35 mm. Na laboratorních vahách bylo naváženo vždy 50 g sádry. Po vsypání navážky sádry do válce bylo nádobou stejnoměrně poklepáváno o podložku až do dosažení konstantního objemu. Pak byl odečten výsledný objem. Zkouška byla opět prováděna se třemi již uvedenými druhy sádry a byla pro každý druh 4 x opakována. Do vztahu (2) byla dosazována průměrná hodnota objemu setřepané sádry. Podmínky a způsob provedení zkoušky byly ve všech případech stejné.

$$\rho_s = \frac{m}{V} \quad (2)$$

m hmotnost navážky sádry /g/

V průměrný objem setřepané sádry /cm³/

ρ_s setřepná hmotnost /g.cm⁻³/

Výsledky měření jsou uvedeny v následující tabulce č.1.

Tabulka č. 1

Druh sádry	ρ_p /g.cm ⁻³ /	ρ_t /g.cm ⁻³ /
Alabastrová sádra	0,60	1,07
Harzgips	0,56	0,98
Sádrové pojivo	0,67	1,15

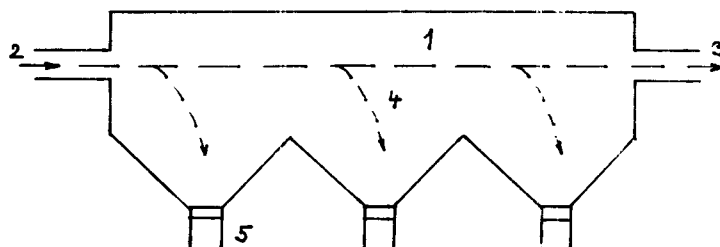
Nejnižších hodnot sypné a setřepné hmotnosti bylo dosaženo u sádry označené jako Harzgips a nejvyšších u sádrového pojiva. Za předpokladu, že zkoušené druhy sádry mají stejnou hustotu a stejný nebo alespoň velmi podobný tvar částic, pak polydisperzita bude pravděpodobně největší u sádrového pojiva a nejmenší u Harzgipsu. Na rozdíly v průměrných velikostech částic jednotlivých sáder nelze z výsledků usuzovat, protože hodnoty sypné a setřepné hmotnosti jednotlivých druhů se málo liší. O schopnosti sádry aglomerovat a vytvářet kompaktní vrstvy svědčí to, že po stanovení setřepné hmotnosti bylo navážené množství sádry ve válci natolik uspořádané, že při obrácení nádoby se sádra volně nevysypala. Teprve po několika úderech na válec se obsah uvolnil a vypadávala celá vrstva beze změny tvaru.

3.2. Pneumatické třídění vzorků sádry

Pro vypracování univerzálnější metody pro studium granulometrie složek sádrových formovacích smě-

sí byla na KMM ověřována možnost použití pneumatického třídění na zařízení, které je podrobně popsáno v DP-ST-1734/11 a ve zprávě kolektivu KMM "Vývoj v oblasti přesného lití do forem ze sádrových směsí." Na následujícím obrázku č.1 je schéma třídícího tunelu.

Obrázek č. 1



- 1 - třídící tunel
- 2 - přívod vzduchu s částicemi
- 3 - odsávání vzduchu
- 4 - tříděné částice
- 5 - jímací nádoby

Se zařízením byly provedeny orientační zkoušky třídění vzorků sádry a bylo zjištěno, že původní vstupní část vybavená síťovým tříděním byla pro frakcionaci sádry nevhodná. Jednak veškerá navážka sádry sítem o velikosti ok 0,6 mm byla prosáta beze zbytku a jednak při použití síta s oky menšího rozměru se síto vlivem aglomerace částic sádry zalepovalo a zkreslovaly se tak celkové výsledky třídění. Tuto závadu se nepodařilo odstranit ani předcházejícím vysušením vzorků sádry. Proto bylo síťové třídění odstraněno a navážený vzorek sádry byl vnášen po částech přímo do vstupního potrubí pneumatického třídícího zařízení.

Pneumatickému třídění byly podrobeny 3 druhy

sádry tak, jak byly popsány v kapitole 3.1. této zprávy.

Vzorek sádry byl navážen na laboratorních vahách v množství 100 g a postupně v malých množstvích vnášen do vstupního potrubí pneumatického zařízení. Po vytrídění celého množství byly jednotlivé frakce usazené v jímacích nádobkách zváženy a označeny jako hrubý, střední a jemný podíl. Zbytek sádry, který prošel zařízením až do odsávacího ventilátoru nebyl dále sledován, ale lze předpokládat, že obsahoval částice sádry menší, než jaké byly stanoveny v jemném podílu. Pro každý druh sádry byl popsán postup 3 x opakován a oddělené podíly byly po zvážení použity pro přípravu mikroskopických preparátů. Výsledky třídění jednotlivých druhů sádry jsou obsaženy v následující tabulce č.2.

Tabulka č. 2

Druh sádry	Třídění	Číslo pokusu		
		1	2	3
Alabastrová sádra	hrubý podíl /g/	6,6	6,2	5,3
	střední podíl /g/	20,2	15,7	19,9
	jemný podíl /g/	32,3	38,5	37,8
	zbytek /g/	40,9	39,6	37,0
Harzgips	hrubý podíl /g/	4,6	4,8	5,0
	střední podíl /g/	15,0	16,8	19,2
	jemný podíl /g/	30,7	31,9	29,3
	zbytek /g/	49,7	46,5	46,5

Tabulka č. 2 / pokračování /

Druh sádry	Třídění	Číslo pokusu		
		1	2	3
Sádrové pojivo	hrubý podíl /g/	4,5	4,5	4,4
	střední podíl /g/	17,4	17,6	19,8
	jemný podíl /g/	27,5	27,1	28,7
	zbytek /g/	50,6	50,8	47,1

Hmotnostní rozdíly dosažené u jednotlivých podílů při opakovaných pokusech třídění se nepodařilo odstranit, i když bylo zařízení velmi pečlivě utěsněno a bylo používáno konstantního nastavení otáček ventilátoru a tím stejné rychlosti proudění vzduchu zařízením. Také navážky vzorků byly přesně váženy a do zařízení vnášeny po malých částech, aby třídění a volný pád částic nebyly ovlivněny případnou aglomerací.

3.3. Mikroskopické stanovení velikosti částic v podílech sádry z pneumatického třídění

Získané podíly vzorků sádry z pneumatického třídění byly použity pro přípravu mikroskopických preparátů k ověření třídící účinnosti pneumatického zařízení.

3.3.1. Příprava mikroskopických preparátů

Tříděné vzorky sádry byly pro zkoumání pod optickým mikroskopem nanášeny na podložní mikroskopické sklíčko. Nejprve bylo použito mokrého postupu, t.j. rozptýlení sádry v imerzní kapalině za pomoci jemného míchání v třecí misce. Tento postup se ukázal jako

nevyhovující, protože použitá imerzní kapalina měla blízký index lomu jako částice sádry, což způsobovalo, že při pozorování byly částice málo výrazné. Navíc, vzhledem k malé velikosti sledovaných částic docházelo po překrytí preparátu krycím sklíčkem vlivem migračního pohybu k přesouvání částic. Proto byla zvolena metoda rozptýlení částic za mokra s následným odpařením použité kapaliny.

Vzorek sádry byl míchán v třecí misce se symetrickým tetrachloretanem / hustota $1,595 \text{ g.cm}^{-3}$, index lomu při 20°C $1,4945$ /. Připravená suspenze byla pak třepána v navažovacím panáčku a popřípadě ředěna na vhodnou koncentraci. Po dokonalém rozptýlení vzorku v kapalině bylo z panáčku odpipetováno malé množství suspenze a přeneseno na mikroskopické podložní sklíčko. Po odpaření kapaliny bylo rozptýlení částic kontrolováno mikroskopicky a v případě vyhovujícího rozptýlení bylo vybráno charakteristické místo, které bylo fotografováno. V opačném případě byl uvedený postup opakován.

Takto byly připraveny mikroskopické preparáty ze všech druhů sádry a ze všech tříděných podílů. Z tříděných podílů alabastrové sádry byly navíc připraveny mikroskopické preparáty nafoukáním částic na mikroskopické podložní sklíčko a takto připravené vzorky byly fotografovány na optickém mikroskopu s použitím černého pozadí.

Příprava preparátů pro fotografování na REM byla uskutečněna dvěma postupy :

- a) rozptýlení částic sádry rozmícháním v izobutylalkoholu a nanesením suspenze na nosnou blanku a následným odpařením kapaliny.
- b) nanesení práškové sádry nafoukáním na nosnou blanku s následným pozlacením napařovací technikou.

3.3.2. Fotografování mikroskopických preparátů

Mikroskopické preparáty připravené odpařením tetrachlorethanu byly fotografovány na mikroskopu NU 2 / výrobce Carl Zeiss, Jena /, který byl vybaven automatickým expozimetrem. Pro osvětlení preparátu bylo použito halogenové výbojky; zvětšení vzorku na negativu bylo 128 x. Za stejných podmínek bylo fotografováno mikrometrické měřítko s dělením po 0,01 mm pro přesné určení zvětšení snímků. Negativy na filmu ORWO NP15 byly běžným postupem vyvolány a kopírovány tak, aby celkové zvětšení na pozitivě bylo 500 x. Zvětšení bylo určeno pomocí negativního snímku mikrometrického měřítka, který byl kopírován při stejném nastavení zvětšovacího přístroje. Takto připravené fotografie tříděných vzorků sádry byly použity pro hodnocení.

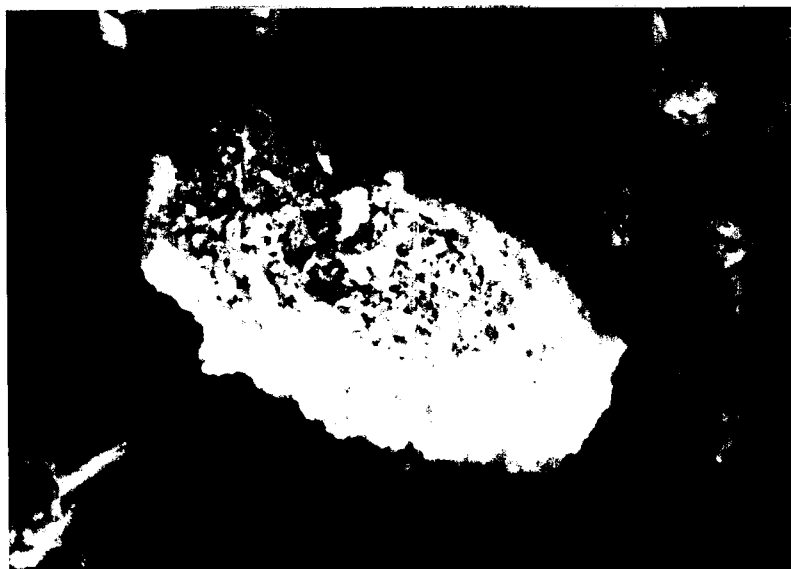
Mikroskopické preparáty získané nafoukáním byly fotografovány na optickém mikroskopu Neophot 2 s použitím metody černého pozadí. Mikroskopické preparáty získané nafoukáním s následným pozlacením byly fotografovány na REM. Také snímky částic alabastrové sádry byly připraveny po odpaření izobutylalkoholu fotografováním na REM.

3.3.3. Mikrofotografie vzorků sádry

Fotografie částí vzorků sádry zhotovené na optických mikroskopech a na REM jsou uvedeny s podrobným popisem na následujících obrázcích č. 2 až 21.

Obrázek č. 2

Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 500 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 3

Alabastrová
sádra, střední
podíl, 500 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 4

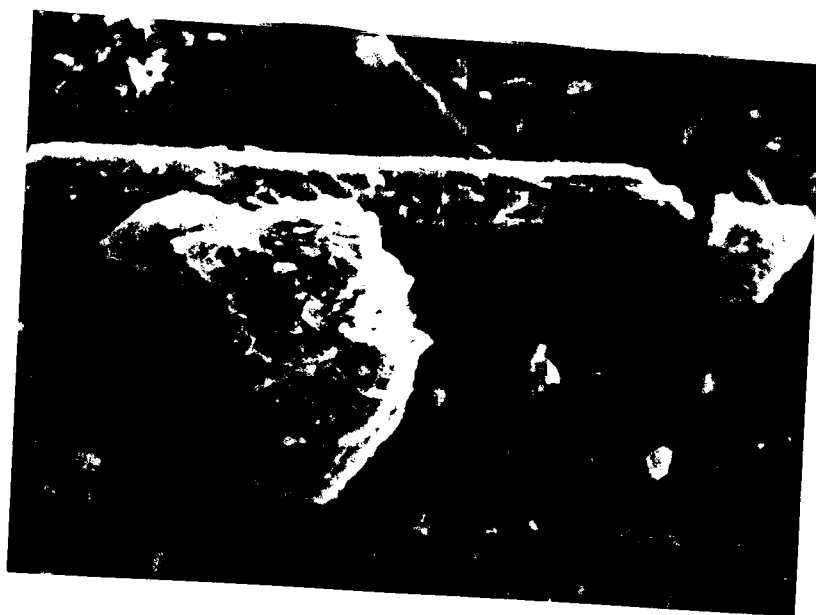
Alabastrová
sádra, jemný
podíl, 500 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 5
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 1000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 6
Alabastrová
sádra, střední
podíl, 1000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 7
Alabastrová
sádra, jemný
podíl, 1000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



Obrázek č. 8

Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 2000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



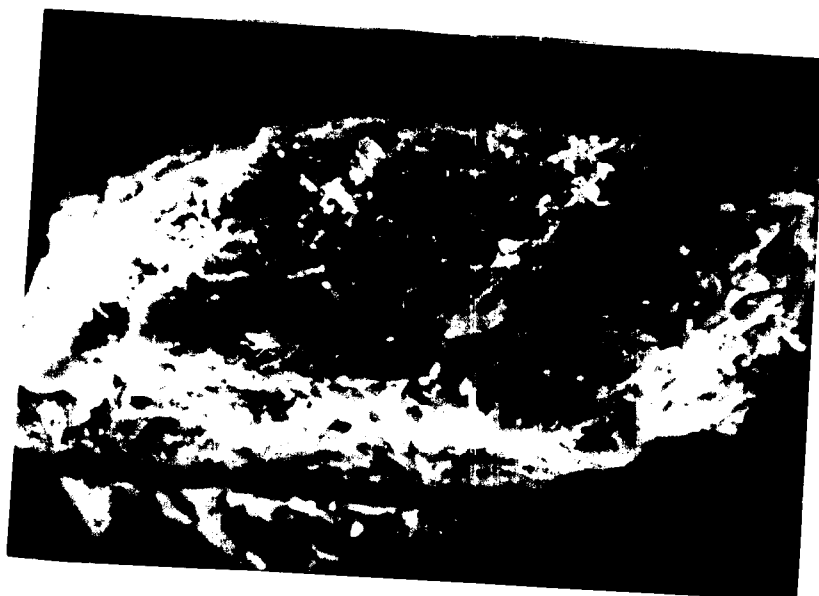
Obrázek č. 9

Alabastrová
sádra, střední
podíl, 2000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/



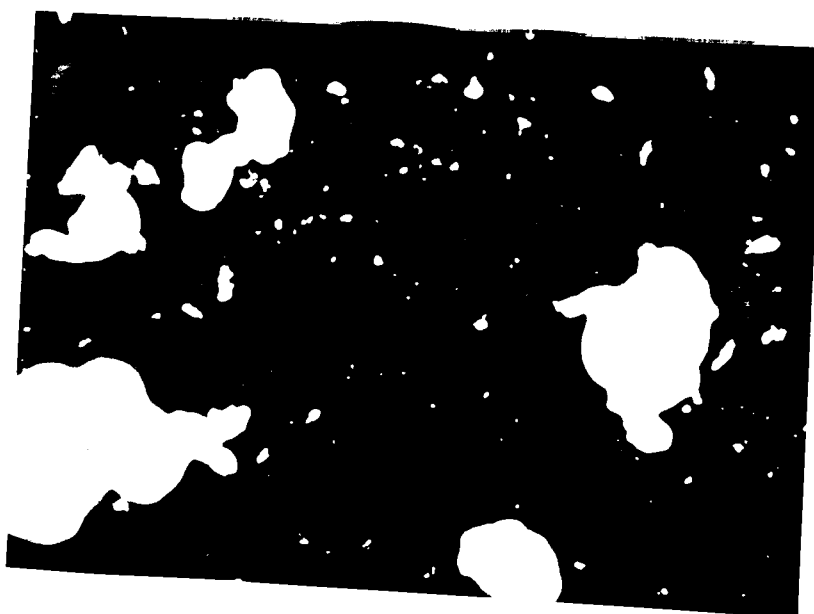
Obrázek č. 10

Alabastrová
sádra, jemný
podíl, 2000 x
zvětšeno, REM
/izobutylalko-
hol/





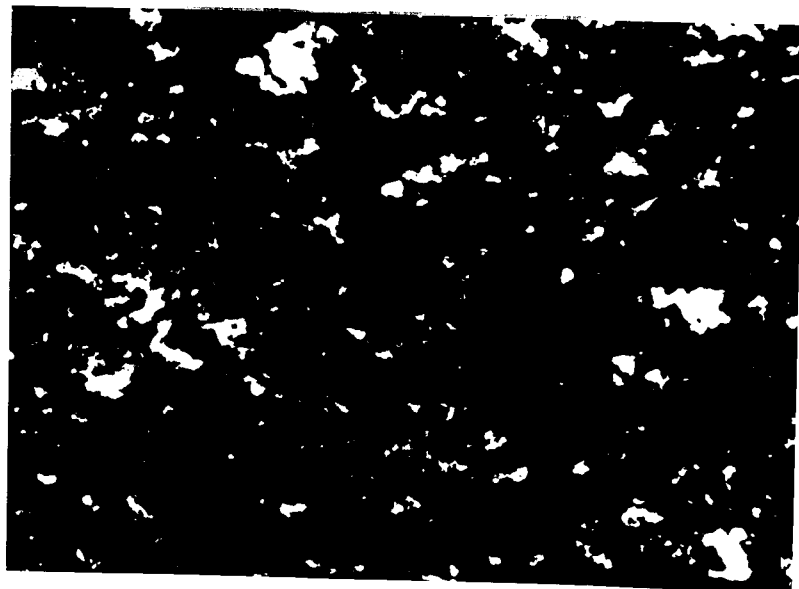
Obrázek č. 11 - Alabastrová sádra, střední podíl,
5000 x zvětšeno, REM /izobutylalkohol/



Obrázek č. 12
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 200 x
zvětšeno, opt.
mikr., černé
pozadí

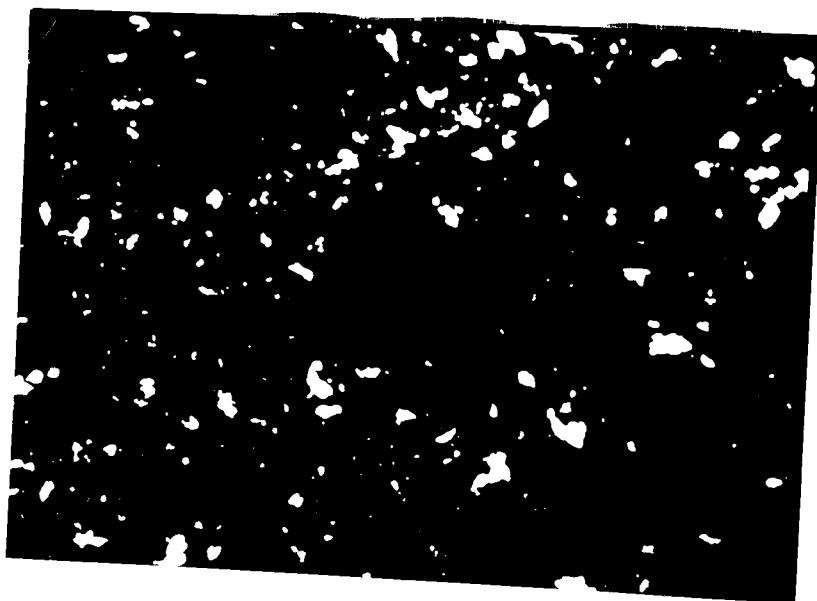
Obrázek č. 13

Alabastrová
sádra, střední
podíl, 200 x
zvětšeno, opt.
míkr., černé
pozadí



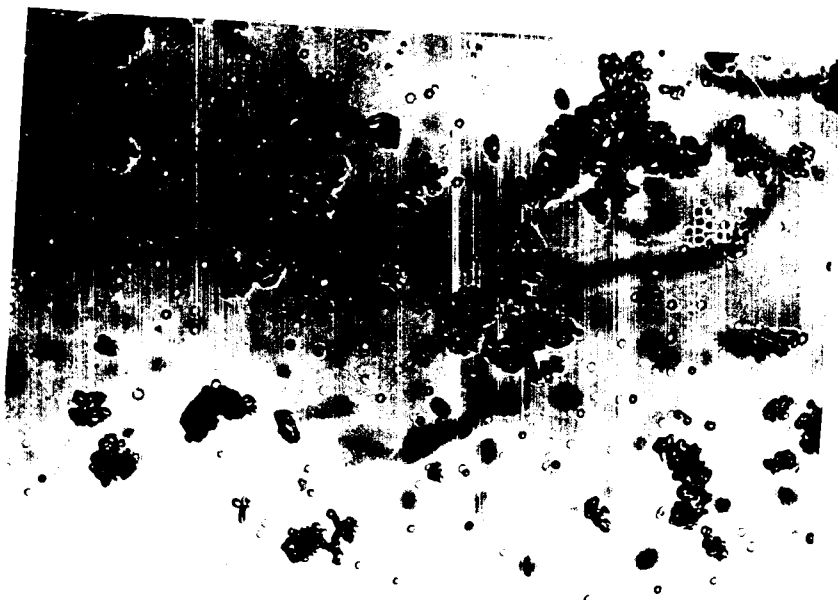
Obrázek č. 14

Alabastrová
sádra, jemný
podíl, 200 x
zvětšeno, opt.
míkr., černé
pozadí



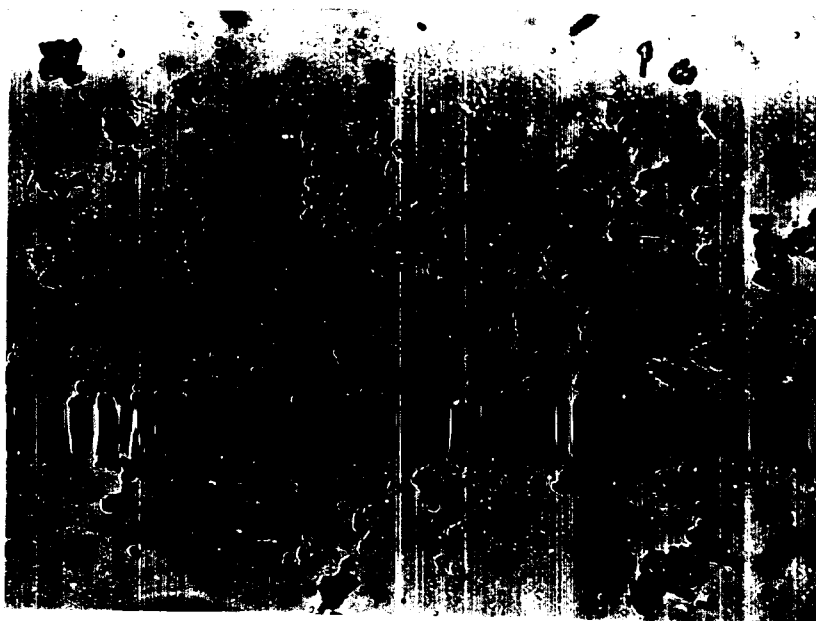
Obrázek č. 15

Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 500 x
zvětšeno, opt.
míkr./tetra-
chloretan/



Obrázek č. 16

Alabastrová
sádra, střední
podíl, 500 x
zvětšeno, opt.
mikr./tetra-
chloreten/



Obrázek č. 17

Alabastrová
sádra, jemný
podíl, 500 x
zvětšeno, opt.
mikr./tetra-
chloreten/



Obrázek č. 18

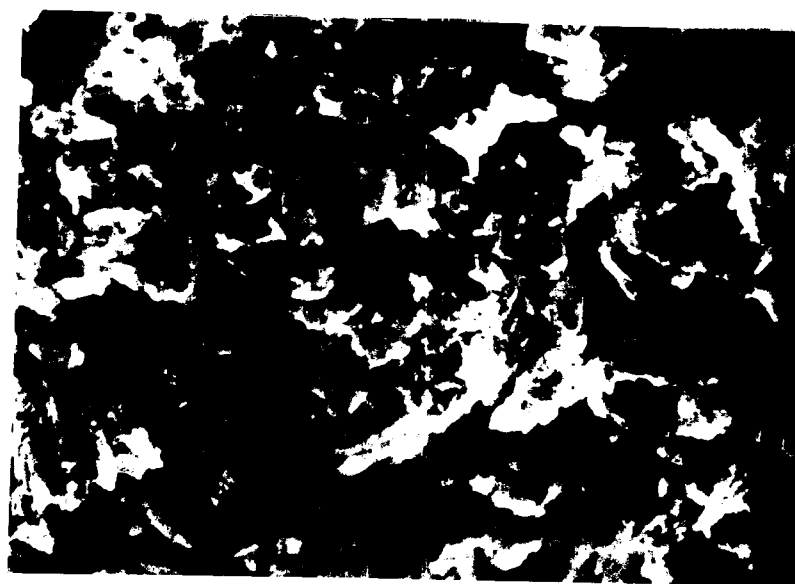
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 50 x
zvětšeno, REM
/pozlaceno/



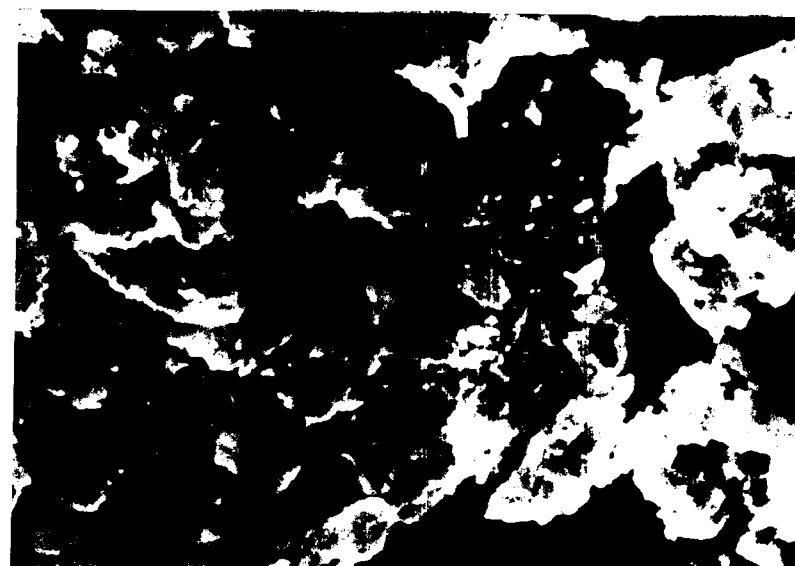
Obrázek č. 19
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 70 x
zvětšeno, REM
/pozlaceno/



Obrázek č. 20
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 2000 x
zvětšeno, REM
/pozlaceno/



Obrázek č. 21
Alabastrová
sádra, hrubý
podíl, 3000 x
zvětšeno, REM
/pozlaceno/



3.3.4. Způsob hodnocení mikroskopických snímků

Z každého druhu sádry byly připraveny 3 x tři podíly; všechny podíly byly samostatně fotografovány a fotografie na př. tří snímků hrubého podílu alabastrové sádry byly postupně proměřovány. Částice zobrazené na jednotlivých fotografiích byly měřeny pomocí papírového měřítka v mm v místě jejich maximálního rozměru. Výsledek byl zaznamenán a změřená částice byla na fotografii označena. Takto se postupovalo až byly všechny částice na snímku proměřeny. Souhrn získaných hodnot rozměrů částic ze tří fotografií jednoho podílu téže sádry byl zaznamenán do jedné tabulky. Ukázka vyhodnocení vzorku sádry Harzgips, hrubé frakce je v tabulce č. 3 včetně dalšího matematického zpracování jako podkladu pro grafické znázornění distribuce částic obsažených v uvedené frakci. Pro charakteristiku distribuce částic tří druhů sádry byly stanoveny rozpětí, medián a průměrná velikost částic. Výsledky jsou obsaženy v tabulce č. 4.

Tabulka č. 3

Harzgips - hrubý podíl

Třídni interval /mm/	Tabelace	Četnost	Kumul. četnost	Kumul. relat. četnost	Velikost částic / μ m/
0 - 1		3	3	0,015	2
1 - 2		7	10	0,049	4
2 - 3		27	37	0,180	6
3 - 4		34	71	0,345	8
4 - 5		40	111	0,539	10
5 - 6		26	137	0,665	12
6 - 7		18	155	0,752	14

Tabulka č. 3 / pokračování /

Třídni interval /mm/	Tabelace	Četnost	Kumul. četnost	Kumul. relat. četnost	Velikost částic / μ m/
7 - 8	###	13	168	0,816	16
8 - 9	###	9	177	0,859	18
9 - 10	###	8	185	0,898	20
10 - 11	###	7	192	0,932	22
11 - 12	/	1	193	0,937	24
12 - 13	///	3	196	0,951	26
13 - 14	///	3	199	0,966	28
14 - 15	///	3	202	0,981	30
15 - 16	//	2	204	0,990	32
16 - 17		-	-	-	34
17 - 18	/	1	205	0,995	36
18 - 19	/	1	206	1,000	38
19 - 20		-	-	-	40

Tabulka č. 4

Druh sádky	Podíl	Rozpětí / μ m/	Medián / μ m/	Průměrná velikost částic / μ m/
Alabastrová sádka	hrubý	40	9,6	10,8
	střední	28	5,0	5,9
	jemný	20	3,9	4,9
Harzgips	hrubý	38	9,6	11,3
	střední	30	8,1	9,3
	jemný	22	4,8	5,4
Sádkové pojivo	hrubý	40	8,1	9,8
	střední	34	7,0	8,1
	jemný	24	5,8	6,6

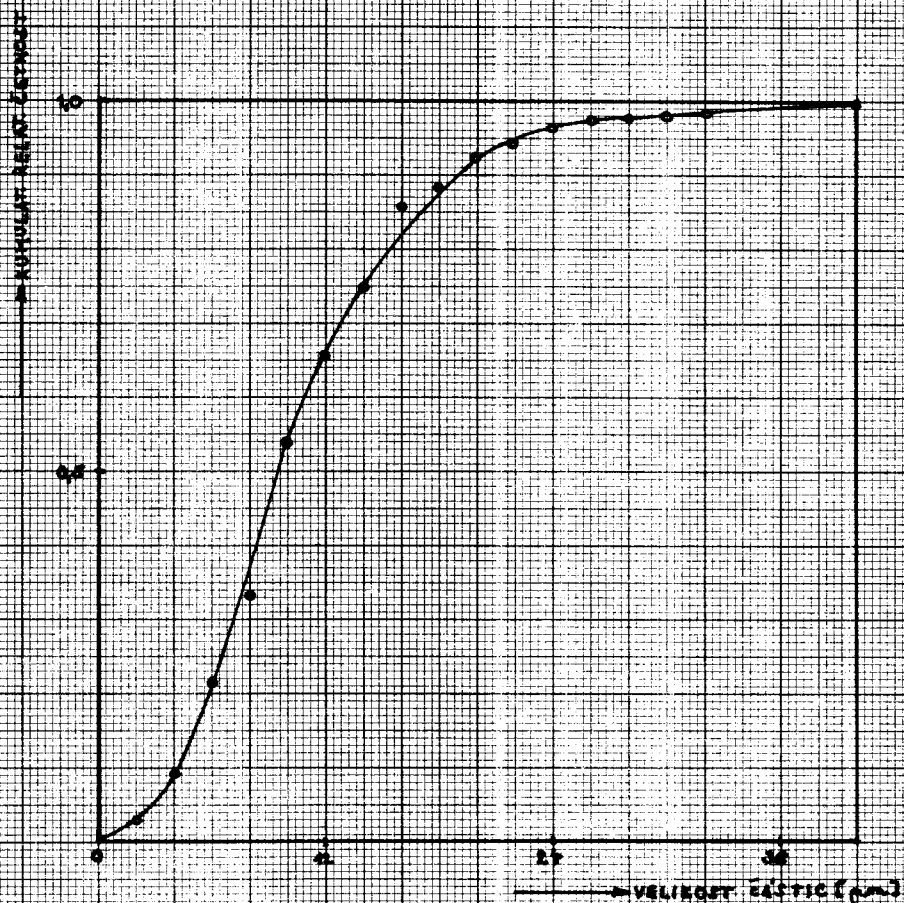
Na následujících obrázcích č. 22 až 30 jsou vyneseny grafy, které znázorňují průběh závislosti velikostí částic na kumulativní relativní četnosti částic pro jednotlivé druhy a podíly sádry.

3.3.5. Diskuze výsledků

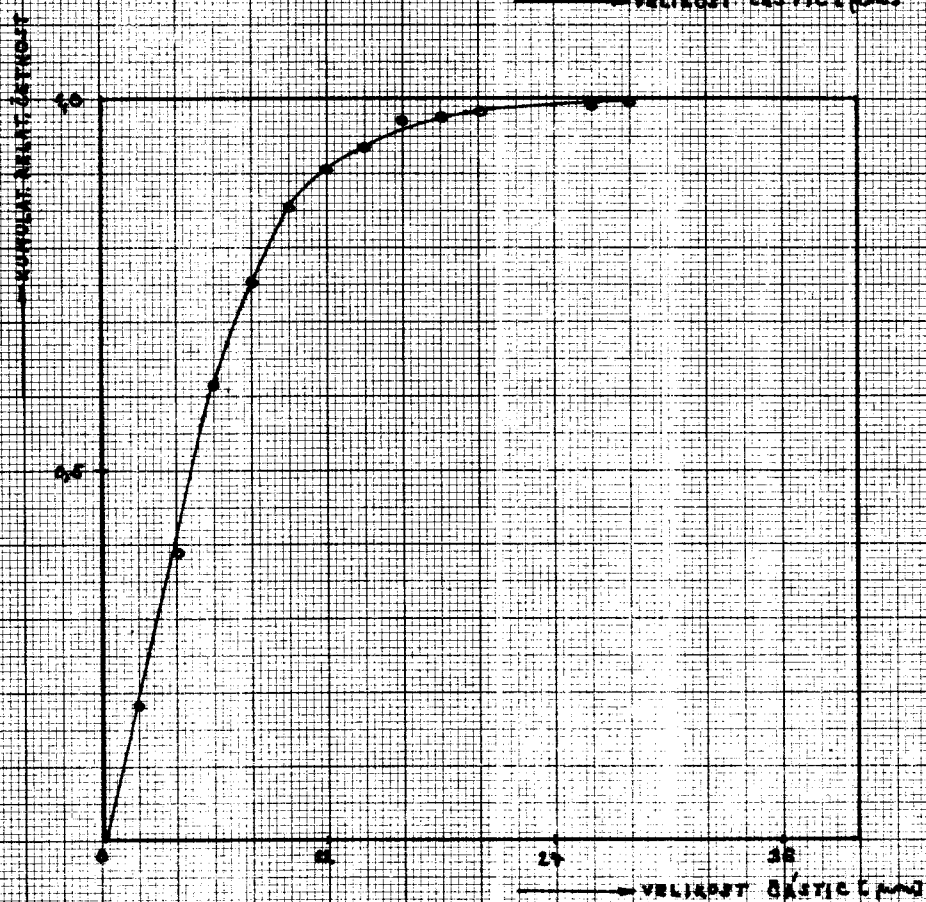
Průběhy křivek na grafech pro alabastrovou sáдру a Harzgips pro jednotlivé frakce jsou si velmi podobné. Hrubý podíl obsahuje v obou případech široké spektrum velikostí částic, které se zužuje pro střední a jemnou frakci. U sádrového pojiva lze taktéž zaznamenat určité zúžení spektra velikostí částic od hrubé k jemné frakci, ale tento jev není tak výrazný jako u předcházejících dvou druhů. Alabastrová sádra a Harzgips se od sebe jen málo liší. Nasvědčuje tomu i porovnání výsledků v tabulce č. 4, ať už se jedná o rozpětí, medián nebo průměrnou velikost částic. Z hodnot těchto parametrů je možno usoudit, že nejjemnější částice obsahuje sádra alabastrová, ale obsahuje i částice větších rozměrů, jejichž podíl je pravděpodobně menší než u Harzgipsu. Z tohoto pohledu je sádrové pojivo nejhorší.

Výsledky v tabulce č. 4 a grafy na obrázcích č. 22 až 30 dokazují, že pneumatickým tříděním vzorků sádry bylo dosaženo rozdělení částic podle velikostí. Závadou třídění je velký hmotnostní podíl částic, které unikají mimo třídící komoru a o kterých nebylo možno zjistit žádné bližší údaje o složení.

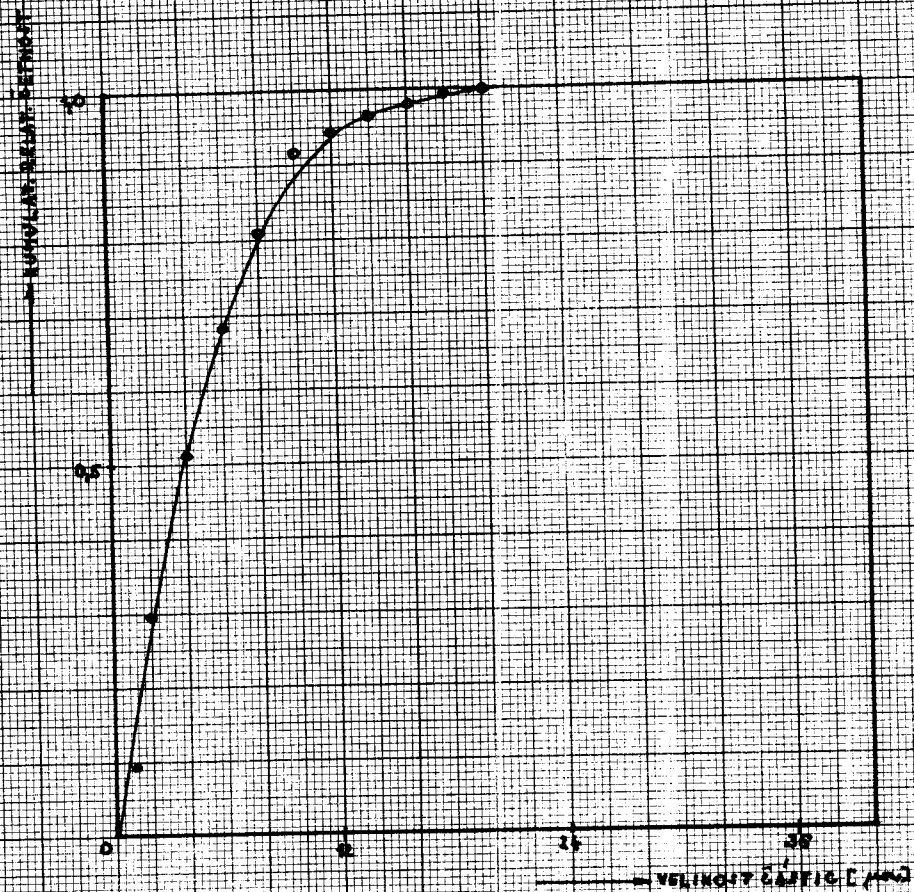
Obrázek
č. 22
Alabaastro-
vá sádra,
hrubý podíl



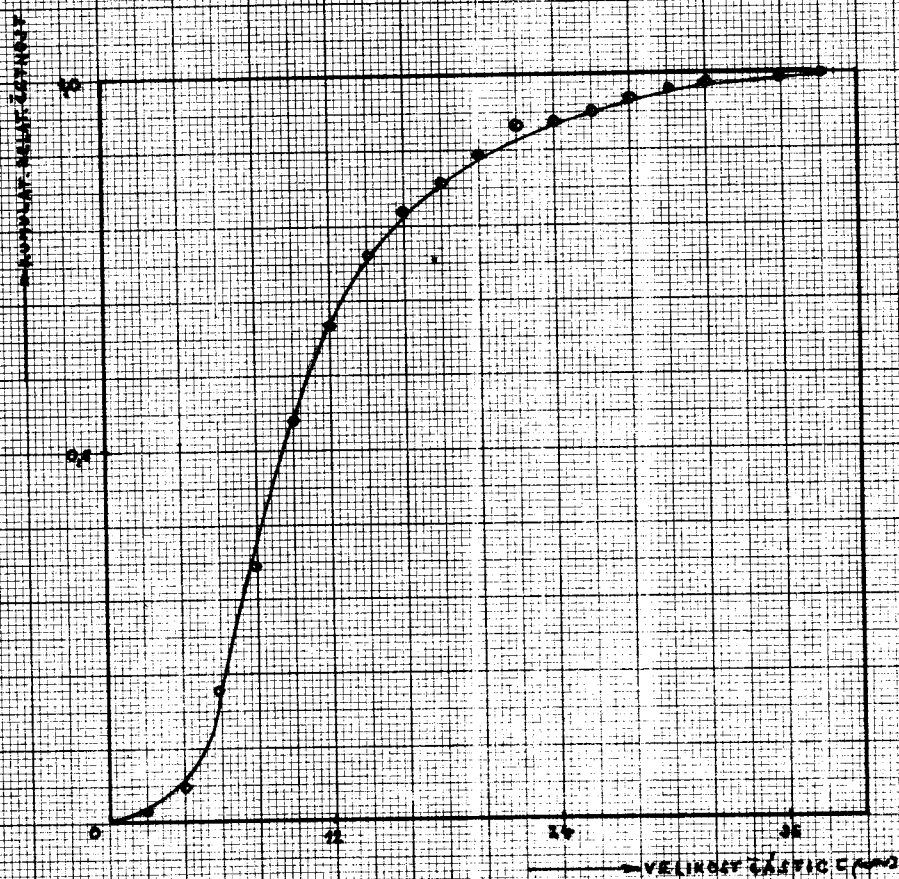
Obrázek
č. 23
Alabaastro-
vá sádra,
střední po-
díl



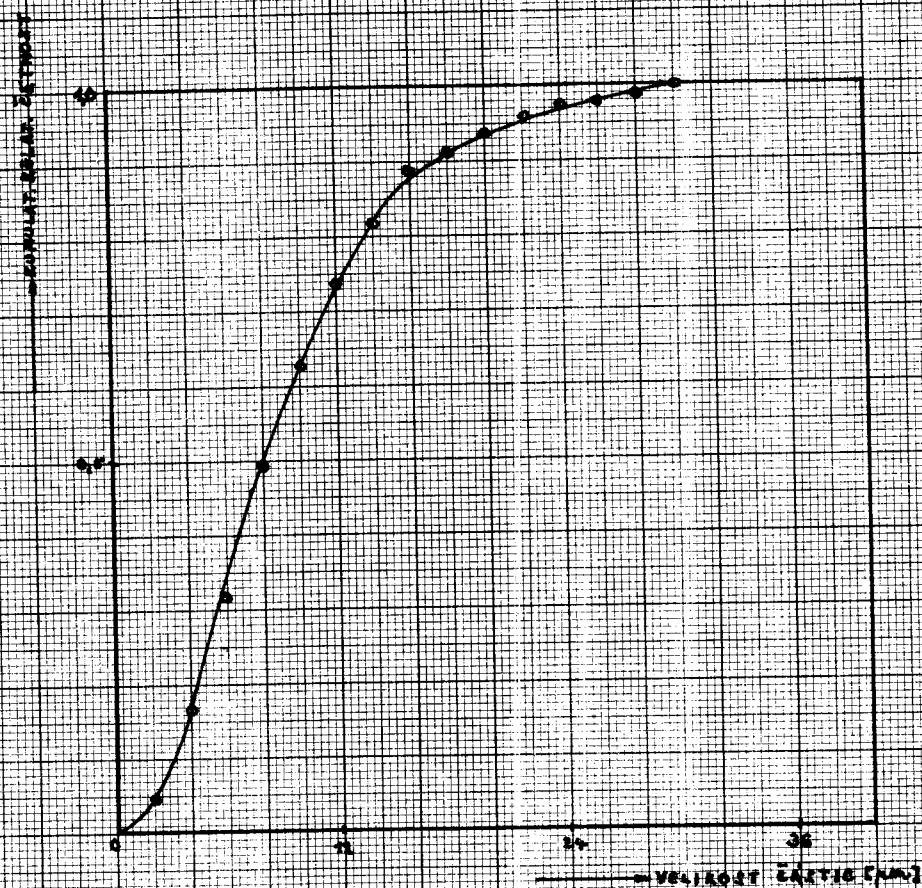
Obrázek
č. 24
Alabastro-
vá sádra,
jemný podíl



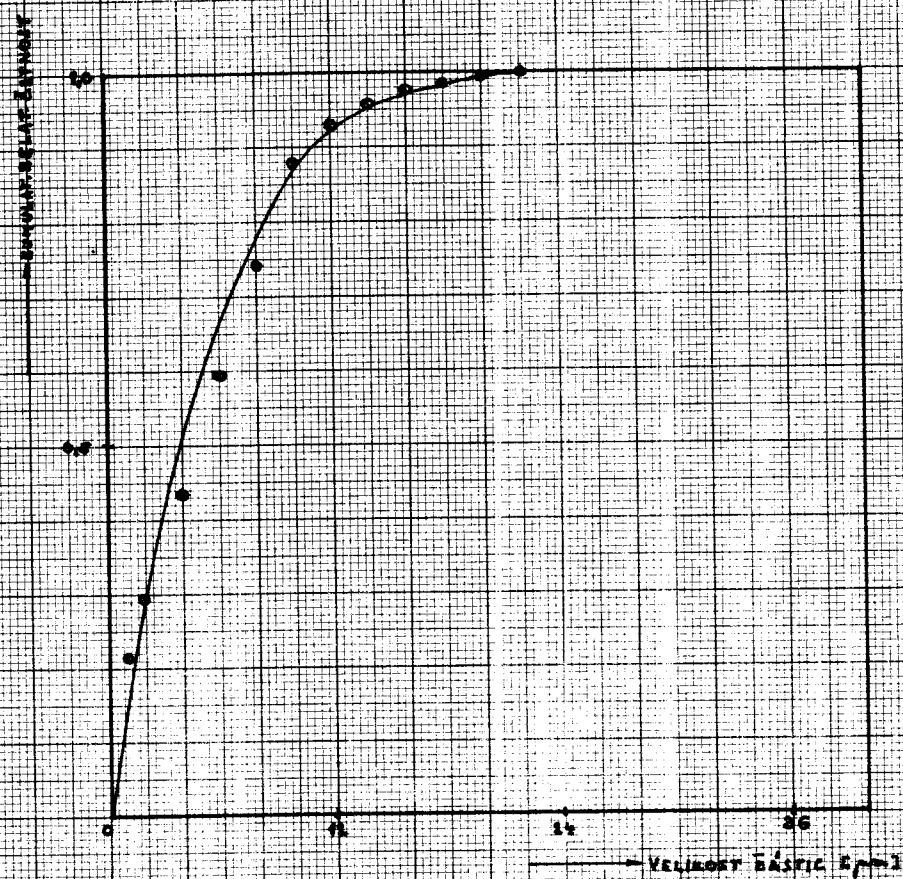
Obrázek
č. 25
Harzgips,
hrubý podíl



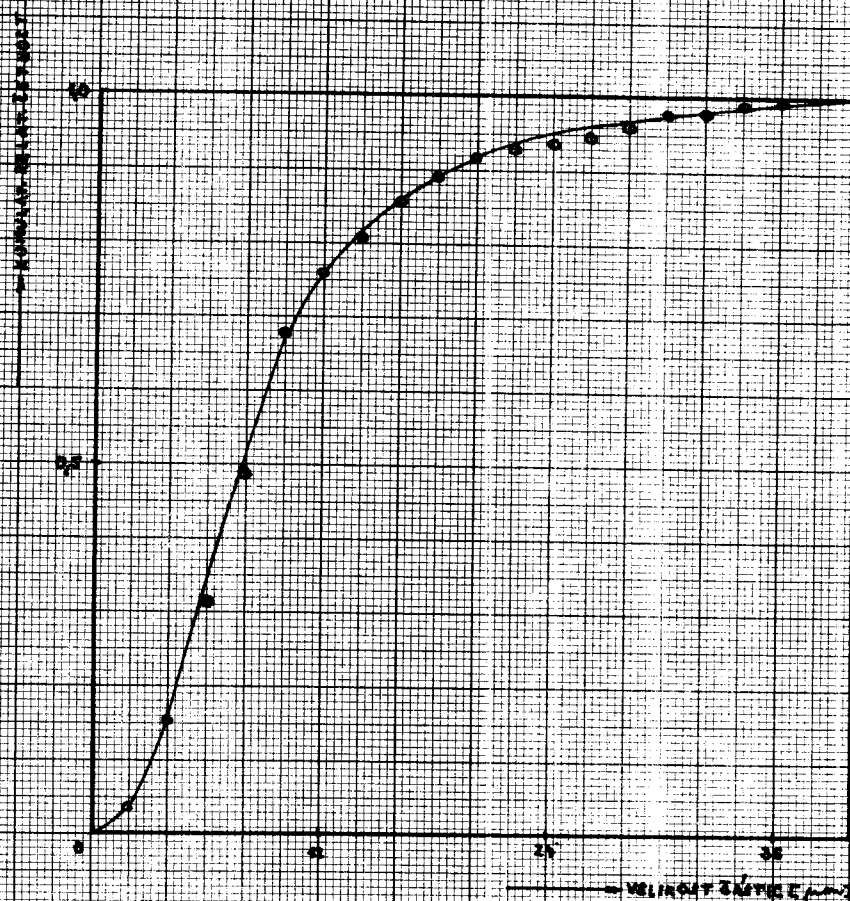
Obrázek
č. 26
Harzgips,
střední po-
díl



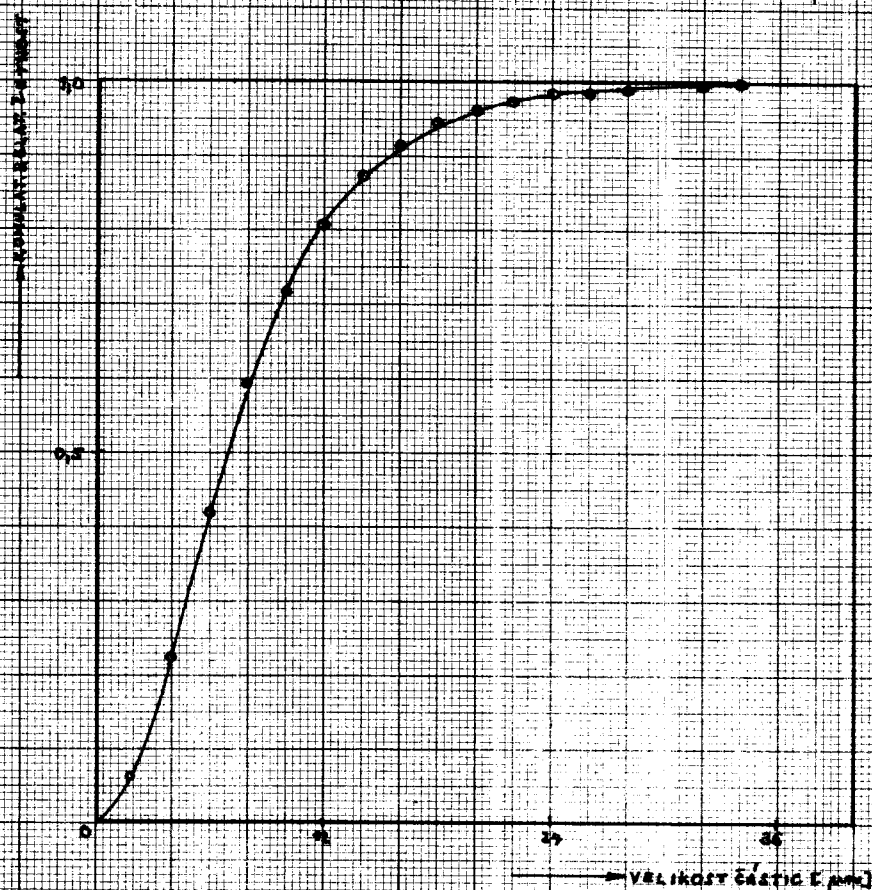
Obrázek
č. 27
Harzgips,
jemný podíl



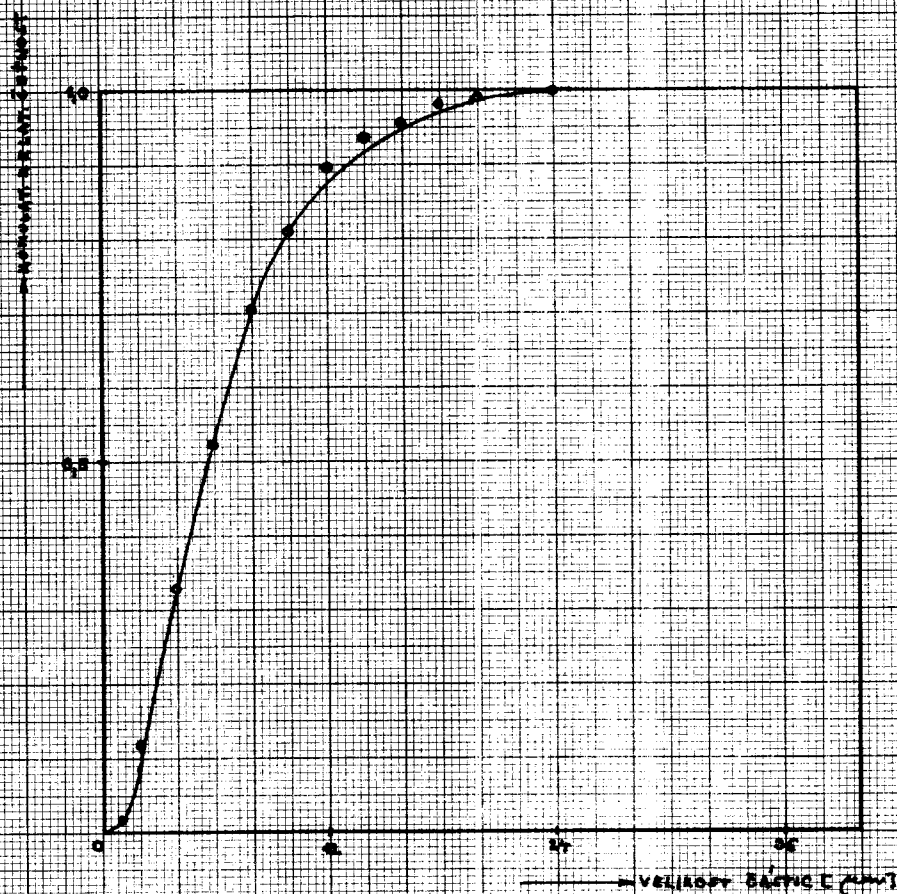
Obrázek
č. 28
Sádrové po-
jivo, hrubý
podíl



Obrázek
č. 29
Sádrové po-
jivo, střed-
ní podíl



Obrázek
č. 30
Sádrové po-
jivo, jemný
podíl



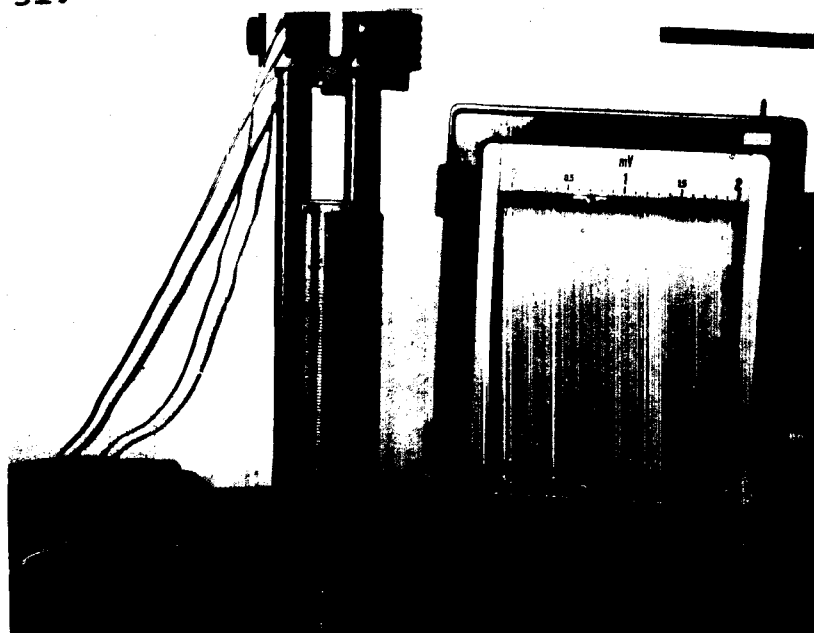
3.4. Stanovení distribuce velikostí částic sedimentační metodou

Jako jedna z nejpřesnějších metod pro stanovení velikosti a distribuce částic práškového materiálu je považována sedimentační metoda. Aplikace této metody pro sádro je komplikována nutností volby vhodné kapaliny jako sedimentačního prostředí. Kapalina musí mít vhodnou hustotu vzhledem k specifické hmotnosti sádry a zvláště musí vyhovovat požadavku, aby kapalina částice dobře smáčela a v průběhu sedimentace se netvořily aglomeráty. Částečně těmto požadavkům vyhovoval symetrický 1,1,2,2 tetrachlorethan, který byl pro měření použit.

3.4.1. Popis měřicího zařízení a jeho kalibrace

K sedimentačnímu rozboru vzorků sádry bylo použito zařízení, které bylo navrženo a odzkoušeno na KMM pro určení velikosti částic křemenné moučky sedimentační metodou. Zařízení je podrobně popsáno v DP - ST - 1734/11 a ve zprávě kolektivu KMM "Vývoj v oblasti přesného lití do forem ze sádrových směsí". Celkové uspořádání zařízení, na kterém bylo měřeno, je patrné na obrázku č. 31.

Obrázek č. 31



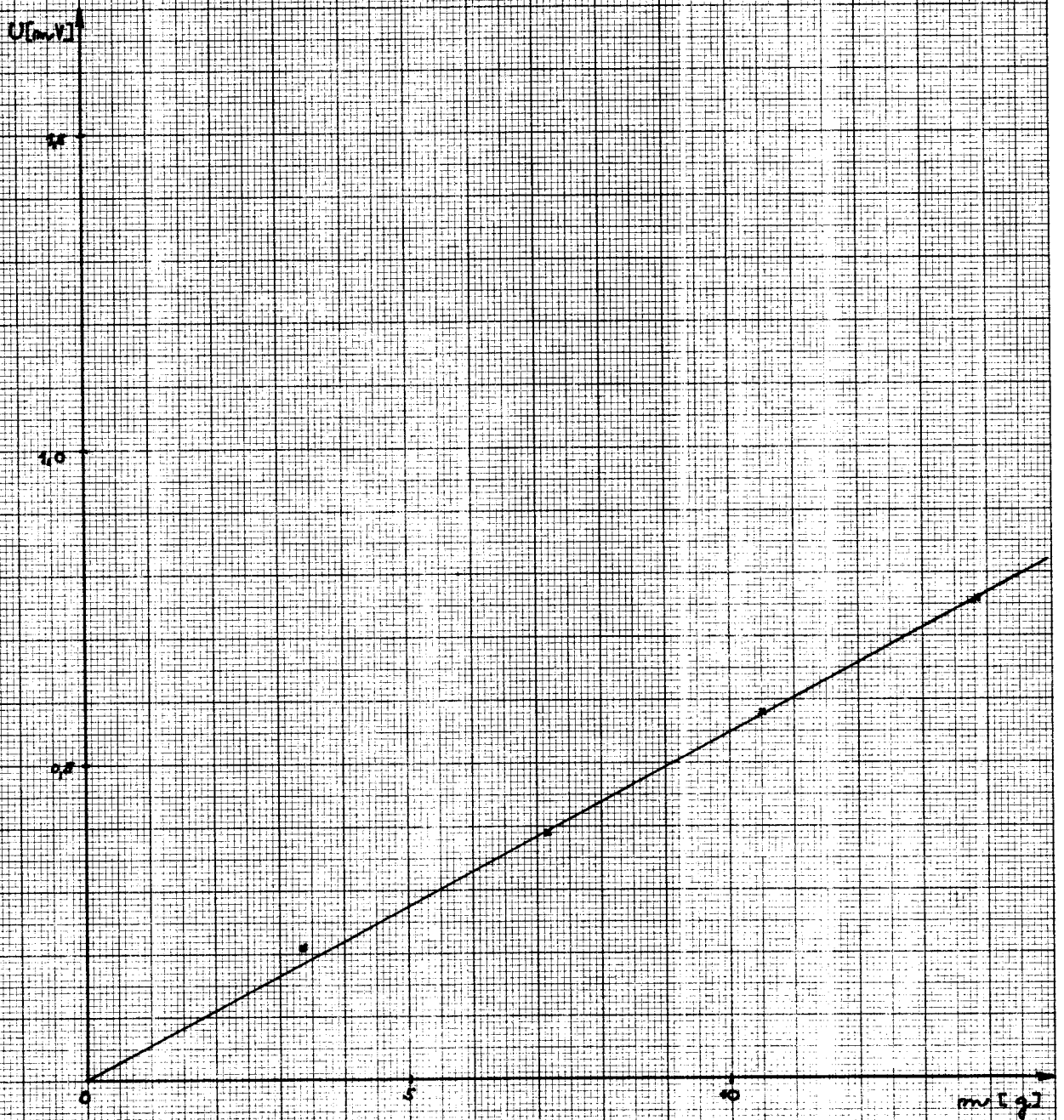
K vyhodnocení závislosti přírůstku hmotnosti sedimentu na čase, která je dílčím výsledkem měření, je zapotřebí provést kalibraci zařízení. Zařízení graficky zaznamenává časové změny napětí v mV, které odpovídají změnám hmotnosti sedimentu.

Zařízení na počátku práce nebylo kompletní, chyběl sedimentační kotouč, který byl zhotoven ze slabého hliníkového plechu a zavěšen na nehmotném vlákně. Při kalibraci bylo postupováno tak, že do odměrného válce o objemu 1000 cm^3 byla nalita kapalina / symetrický tetrachlorethan / v takovém množství, aby výška hladiny byla 255 mm nad dnem válce. Do válce byl ponořen sedimentační kotouč a zařízení vynulováno. Před měřením byla připravena sada stejných hliníkových kotoučů, jejichž hmotnost byla stanovena. Tyto kotouče byly postupně vkládány na zavěšený sedimentační kotouč a na zapisovači odečítán přírůstek napětí. Na základě výsledků měření byl sestrojen graf závislosti napětí na hmotnosti, který je na obrázku č. 32.

3.4.2. Postup a podmínky měření

Pro měření sedimentace vzorků sádry byl použit stejný odměrný válec jako při kalibraci zařízení. Do válce bylo odměřeno takové množství symetrického tetrachlorethanu, aby výška hladiny byla 255 mm a kapalina byla přelita do třepačky, do které bylo vsypáno pomocí násypky 10 g sádry. Dokonalá suspenze byla připravována několikaminutovým třepáním, až zákal v kapalině byl naprosto rovnoměrný. Takto připravená suspenze byla rychle vylita zpět do sedimentačního válce a sedimentační kotouč byl v nejkratším možném čase zafixován v takové poloze, aby jeho vzdálenost od hladiny byla 225 mm. Ihned po ustavení ko-

Obrázek č. 32



touče bylo zařízení uvedeno do chodu. Sedimentace probíhala při teplotě 20°C, nerušeně bez otřesů do úplného vyčerpání kapaliny. Tato skutečnost se projevila nulovým přírůstkem hmotnosti sedimentu v čase. Každý druh sádry / alabastrová sádra, Harzgips, sádrové pojivo / byl 3 x měřen za stejných podmínek a zaznamenané sedimentační křivky byly shodné co do průběhu i tvaru.

3.4.3. Zpracování naměřených hodnot

Výsledkem měření je sedimentační křivka závislosti napětí na čase. Napětí v mV je možno pomocí kalibrační křivky převést na hmotnost sedimentu. Pro konstrukci distribuční křivky ze sedimentační křivky byly Odénovou metodou tečen stanoveny hmotnostní podíly frakcí, které mají průměr částic odpovídající podle Stokesova vztahu určité době sedimentace, anebo jsou většího průměru. Vynesením hmotnostních podílů frakcí proti příslušným průměrům částic vypočteným z odpovídajících hodnot doby sedimentace ze Stokesova vztahu, dostaneme kumulativní distribuční křivku, jejíž každý bod představuje množství částic o průměru větším nebo rovném.

Hodnoty zjištěné a vypočtené pro konstrukci kumulativní distribuční křivky alabastrové sádry jsou v tabulce č. 5.

Použitý vztah a konstanty :

Stokesův vztah:

$$d = \sqrt{\frac{18\eta}{(\rho - \rho_0)g}} \cdot \sqrt{\frac{t}{\tau}} \quad (3)$$

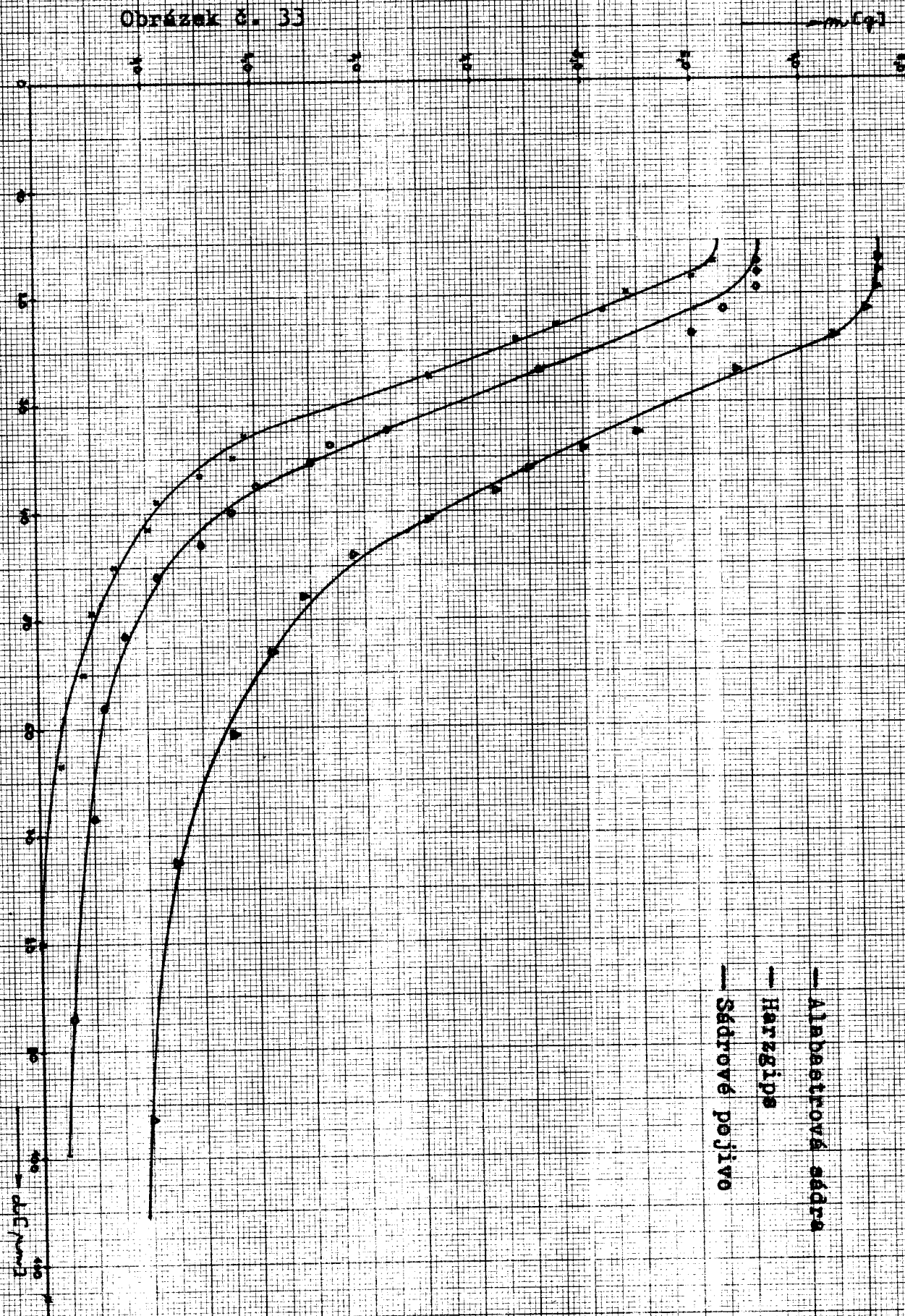
η $1,795 \cdot 10^{-3}$ Pa.s při 20°C
 ρ $2,61 \cdot 10^3$ kg.m⁻³
 ρ_0 $1,595 \cdot 10^3$ kg.m⁻³
 g $9,81$ m.s⁻²

Tabulka č. 5

t /s/	h /m/	d / μ m/	m /g/
60	0,225	110,3	0
120		80,0	0
180		63,7	0,2
240		55,1	0,4
300		49,3	0,5
360		45,0	0,7
420		41,7	1,0
480		39,0	1,1
540		36,8	1,5
600		34,9	1,8
660		33,3	1,9
960		27,6	3,6
1260		24,0	4,4
1560		21,6	5,2
1860		19,8	5,4
2160		18,4	6,0
2460		17,2	6,2

Kumulativní distribuční křivky obou zbývajících dvou druhů sádry / Harzgips, sádrové pojivo / a sádry alabastrové jsou vyneseny v grafu společně na obrázku č.33.

Obrázek 8. 33



3.4.4. Diskuze výsledků

Vynesení kumulativních distribučních křivek tří druhů sádry do jednoho grafu umožnilo názorné srovnání jejich průběhu.

Tvary křivek alabastrové sádry a Harzgipsu jsou si velmi podobné, jen u Harzgipsu existuje malý posun křivky směrem k vyšším hmotnostem. Naproti tomu sádrové pojivo má kumulativní distribuční křivku poněkud jiného tvaru a navíc posun křivky k vyšším hmotnostem je velmi výrazný.

Alabastrová sádra má evidentně největší podíl částic nejmenších rozměrů. Sádrové pojivo má nejširší distribuci velikostí částic, přičemž distribuční křivka stoupá od největších částic k nejmenším pomaleji, než je tomu u Harzgipsu či alabastrové sádry .

4. Shrnutí dosažených výsledků a návrhy dalšího postupu

V experimentální části byly zkoumány tři druhy sádry z hlediska granulometrie částic. Metoda pneumatického třídění s následným hodnocením velikostí částic mikrofotografickou metodou a sedimentační metoda prokázaly, že alabastrová sádra je co do velikosti částic nejjemnější, pak následuje Harzgips a nejhorší je sádrové pojivo.

Sedimentační metodou byly zjištěny v sádrových vzorcích částice větších rozměrů, než metodou pneumatického třídění. Tento jev lze vysvětlit tím, že při sedimentaci v kapalině, která byla pro tento účel zvolena, dochází pravděpodobně hned na začátku sedimentace k částečné aglomeraci částic.

Z výsledků stanovení sypné a setřepné hmotnosti vyplývá, že sádrové pojivo má širokou distribuci velikostí částic, což potvrzuje metoda sedimentační a ani metoda pneumatického třídění není s tímto tvrzením v rozporu.

Z práce vyplynuly následující návrhy na její pokračování, a to :

- a) Konstrukčně upravit pneumatické zařízení prodloužením třídící komory, aby bylo dosaženo snížení úletu sádry do ventilátoru.
- b) Sedimentační metodu zpřesnit vyhledáním vhodnější kapaliny jako sedimentačního prostředí pro sádro. Tím odstranit možný vznik aglomerátů, eventuálně zabránit aglomeraci aplikací dispergátoru.
- c) Pomocí pneumatického třídění připravit frakce sádry větších hmotností a ty použít pro přípravu sádrových směsí a zkušebních vzorků, jejichž vlastnosti by byly hodnoceny fyzikálně-mechanickými zkouškami.

5. Závěr

V předkládané práci byly granulometricky hodnoceny tři druhy komerčně vyráběných druhů sádry. Podařilo se určit distribuční křivky velikostí částic tříděných podílů, sedimentační metodou pak distribuční křivky tří druhů sádry jako celku. Navíc byly určeny jejich sypné a setřepné hmotnosti. Na základě zjištěných výsledků byly jednotlivé druhy sádry navzájem porovnány.

Ačkoliv jednotlivé použité metody nedávají výsledky zcela shodné, lze se domnívat, že rozdíly nejsou způsobeny nepřesnostmi při měření, ale spočívají v samé podstatě aplikovaných metod.

Práce byla výhradně soustředěna na granulometrický rozbor sádry, jako hlavní složky sádrových směsí. Stalo se tak proto, že předcházející diplomová práce se podrobně z tohoto hlediska zabývala křemennou moučkou a práce se sádrrou se ukázala v průběhu měření jako velmi časově náročná. Ostatní složky sádrových směsí nebyly hodnoceny, protože se jedná o příměsi, které tvoří ve směsi zanedbatelný podíl.

Při přípravě, měření a koncipování diplomové práce mně významně pomáhala RNDr. Jana Kulhánková, které na tomto místě děkuji. Také děkuji doc. Ing. Zdeňku Holubcovi, CSc. za podnětné připomínky, které mi poskytl v průběhu měření.

V Liberci, dne 22. května 1985

J. Kulhánková

6. Seznam použité literatury

- /1/ Malá T. : Diplomová práce, VŠST Liberec, 1981
- /2/ Landsperský H. : Měření povrchu a velikosti
částic práškových materiálů,
SNTL Praha, 1967
- /3/ Pouchlý J. : Koloidní chemie, SNTL Praha, 1980
- /4/ Pospíšil Z., Koller A. a kol.: Jemná keramika,
SNTL/ALFA, Praha 1981
- /5/ Kolektiv : Vývoj v oblasti přesného lití do
forem ze sádrových směsí, VŠST Li-
berec, 1981 - 1983
- /6/ Petržela L. : Slevárenské formovací látky,
SNTL Praha, 1954
- /7/ Hegner P. : Možnost přepracování síranu vápena-
tého, odpadajícího při výrobě kyse-
liny fosforečné, na stavební sádku.
Zpráva Výzkumného ústavu anorg. che-
mie, Ústí n/L., 1976
- /8/ Šatava V., Komrská J. : Vliv granulometrie alfa
sádky na pevnost jejich
ztvrdlých suspenzí. Si-
likáty, 11, č. 2, str. 121-127
- /9/ Štěpánek V. : Matematická statistika v chemii,
skripta VŠCHT Praha, 1966
- /10/ Bulanov V.J. a kol. : Diagnostika metalických
porošků, Izdatelstvo Nau-
ka, Moskva 1983

- /11/ Wolf J. : Mikroskopická technika, SZN Praha, 1954
- /12/ Míka V. : Základy chemického inženýrství, SNTL Praha, 1981