

CERAMIKA BADANIA	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Ceramika	7011-21
	Metody badań	Zamiast BN-72/7011-21
	Oznaczanie lepkości tiksotropii i ich wskaźników	Grupa katalogowa 0819

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie lepkości pozornej i tiksotropii oraz ich wskaźników, wodnych zawiesin surowców ilastych, mas ceramicznych i szkliw.

1.2. Rodzaje metod. Norma zawiera metody:
a) oznaczanie lepkości pozornej i tiksotropii przy użyciu wiskozymetru obrotowego firmy Brookfield,
b) oznaczanie wskaźników lepkości i tiksotropii przy użyciu wiskozymetru wypływowego.

1.3. Zakres stosowania metod. Metody należy stosować dla:
a) określenia parametrów kontrolnych mas i szkliw ceramicznych,
b) badań zawiesin wodnych glin i kaolinów.

1.4. Określenia
1.4.1. lepkość dynamiczna η — tarcie wewnętrzne między warstwami cieczy, które powstaje pod działaniem sił ścinania, zależne od prędkości ścinania i naprężenia ścinającego. Dla cieczy newtonowskich jest to wielkość stała. Dla cieczy nienewtonowskich jest to wielkość zmienna i nosi nazwę lepkości pozornej (η').
1.4.2. tiksotropia ($\Delta\eta'$) — różnica lepkości pozornej dwóch pomiarów tej samej próbki, wykonanych w określonym odstępie czasu.
1.4.3. wskaźnik lepkości wodnych zawiesin ceramicznych ($W\eta$) — stosunek czasu wypływu 100 ml zawiesiny wodnej do czasu wypływu 100 ml wody destylowanej, w tej samej temperaturze.
1.4.4. wskaźnik tiksotropii (V) — różnica dwóch pomiarów wskaźnika lepkości tej samej zawiesiny, wykonanych w określonym odstępie czasu.

2. METODY BADAŃ

2.1. Oznaczanie lepkości pozornej za pomocą wiskozymetru obrotowego firmy Brookfield
2.1.1. Zasada metody. Zasada polega na pomiarze oporu, jaki stawia zawiesina obracającemu się z określoną prędkością wrzecionu aparatu pomiarowego. Miaramą tej wielkości jest wychylenie wskazówki na skali przyrządu.

2.1.2. Przyrządy i materiały
a) Wiskozymetr obrotowy firmy Brookfield.
b) Mieszadło laboratoryjne.
c) Sekundomierz.
d) Zlewka o średnicy co najmniej 90 mm i pojemności 600 ml.
e) Waga techniczna nośności do 1 kg.
f) Dezintegrator laboratoryjny lub moździerz.
g) Sito laboratoryjne (3600 oczek/cm²), o boku oczka 0,1 mm.
h) Suszarka laboratoryjna.
i) Termometr do 30°C.
j) Cylinder pomiarowy pojemności 100 ml.

2.1.3. Przygotowanie próbek do badań
2.1.3.1. Przygotowanie próbek do badań kontrolnych zawiesin ceramicznych. Próbki pobierane do mas lejących i szkliw ceramicznych nie wymagają specjalnego przygotowania. Próbki pobierać w ilości 600 ml z młynów, natychmiast po ich zatrzymaniu lub ze zbiorników, bezpośrednio po zatrzymaniu mieszadeł.
2.1.3.2. Przygotowanie próbek do badań zawiesin wodnych glin i kaolinów. Do badań należy pobrać próbkę i przygotować średnią próbkę laboratoryjną wg BN-64/7011-09. Następnie pobrać 3 kg gliny lub kaolinu, rozłożyć równomierną warstwą i wysuszyć do stałej masy w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 105°C $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Rozdrobnić w dezintegratorze lub moździerzu i przesiać przez sito o boku oczka (3600 oczek/cm²). Przygotować trzy próbki odważając jednakową ilość suchej substancji i zalać jednakową ilością wody destylowanej, pozostawić pod przykryciem 24 h.

Po tym czasie próbki rozmieszać tak, aby nie było widocznych zbitych grudek, w ciągu 15 ÷ 60 min., za pomocą mieszadła laboratoryjnego przy 100 do 150 obr/min.

2.1.4. Wykonanie oznaczania. W celu określenia lepkości pozornej, pobraną wg 2.1.3.1 lub przygotowaną wg 2.1.3.2 zawiesinę doprowadzić do temperatury 20°C $\pm 2^\circ\text{C}$, wymieszać w ciągu 10 min za pomocą mieszadła laboratoryjnego, stosując obroty 100 do 150 na minutę.

W każdym przypadku, natychmiast po wymieszaniu, przystąpić do wykonywania oznaczania.

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1985 poz. 24)

Dla wykonania oznaczeń lepkości pozornej wiskozymetrem Brookfield'a, należy przykręcić odpowiednie wrzeciono i ustawić prędkość na 20 obr/min. Wrzeciono należy dobrać tak, aby pomiar dawał odczyt na skali w połowie zakresu ustalonych szybkości. Wrzeciono zanurzyć w badanej próbce tak, aby jej poziom znajdował się przy nacięciu na wale wrzeciona.

Odczyt należy wykonać po 5 obrotach tarczy od momentu włączenia aparatu przy naciśniętej dźwigni sprzęgłowej. Dźwignia sprzęgła służy do unieruchomienia wskazówki w stosunku do tarczy.

2.1.5. Obliczanie wyników. Lepkość pozorną (η') w Pa · s, obliczyć wg wzoru

$$\eta' = 10^{-3} \cdot f_{20} \cdot \alpha \quad (1)$$

w którym:

- f_{20} — stały współczynnik z tablicy przeliczeniowej, będącej wyposażeniem wiskozymetru, zależny od numeru wrzeciona, przy 20 obr/min,
- α — wartość odczytu na tarczy pomiarowej.

2.1.6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczania.

2.1.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch oznaczeń różniących się jak najmniej między sobą.

2.2. Oznaczanie tiksotropii

2.2.1. Przyrządy i materiały — wg 2.1.2.

2.2.2. Przygotowanie próbek do badań — wg 2.1.3.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie tiksotropii należy wykonać bezpośrednio po pomiarze lepkości. W tym celu należy zmniejszyć szybkość obrotu wrzeciona z 20 obr/min na 2,5 obr/min. Po upływie 1 min i po upływie 5 min należy wykonać odczyty położenia wskazówki na tarczy, przy przyciśniętej dźwigni sprzęgła, bez wyłączenia aparatu.

2.2.4. Obliczanie wyników. Tiksotropię ($\Delta\eta'$) w Pa · s, obliczyć wg wzoru

$$\Delta\eta' = 10^{-3} \cdot (\alpha_5 + \alpha_1) \cdot f_{2,5} \quad (2)$$

w którym:

- α_5 — wartość odczytu na tarczy pomiarowej po 5 min od włączenia aparatu,
- α_1 — wartość odczytu na tarczy pomiarowej po 1 min od włączenia aparatu,
- $f_{2,5}$ — stały współczynnik z tabeli przeliczeniowej, zależny od numeru wrzeciona przy 2,5 obr/min.

2.2.5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczania.

2.2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyniku dwóch oznaczeń, jak najmniej różniących się od siebie.

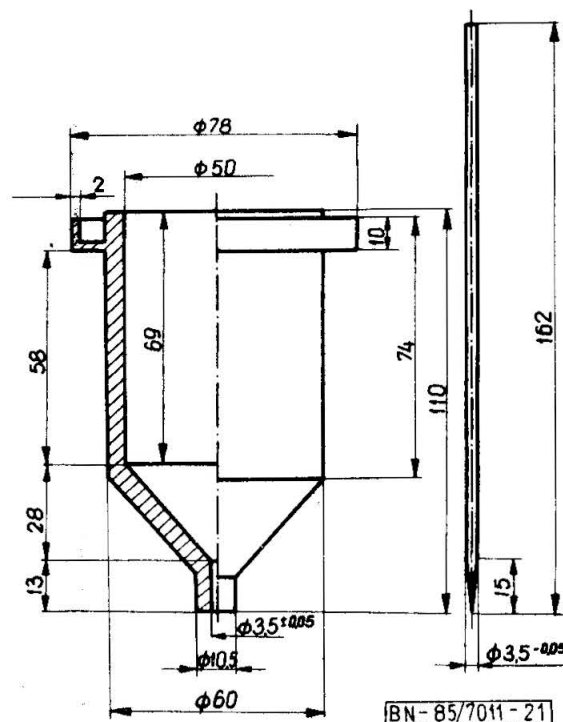
2.3. Oznaczanie wskaźnika lepkości za pomocą wiskozymetru wypływowego

2.3.1. Zasada metody. Metoda polega na pomiarze czasu wypływu z wiskozymetru wypływowego 100 ml

badanej zawiesiny, 100 ml wody destylowanej i obliczeniu stosunku tych dwóch wielkości.

2.3.2. Przyrządy i materiały

a) Wiskozymetr wypływowy wg rysunku.



Wiskozymetr powinien być wykonany z brązu lub aluminium.

Zatyczka może być wykonana z drewna lub z utwardzonego PCV.

b) Pozostałe przyrządy i materiały — wg 2.1.2.

2.3.3. Przygotowanie próbki do badań — wg 2.1.3.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Zawiesinę wymieszać za pomocą mieszadła laboratoryjnego w ciągu 10 min, stosując 100 ÷ 150 obr/min. Następnie pobrać do oznaczania po około 170 ml zawiesiny i doprowadzić do temperatury $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Do wiskozymetru ustawionego w statywie, dokładnie w położeniu pionowym i z otworem zatkanym zatyczką, wlać zaraz po wymieszaniu próbkę zawiesiny. Ilość wlanej próbki powinna być taka, aby po wypełnieniu wiskozymetru przelała się do części przelewowej górnej części przyrządu. Pod otworem wypływowym wiskozymetru ustawić cylinder pomiarowy z podziałką na 100 ml. Wyjąć zatyczkę, uruchamiając jednocześnie sekundościomierz. Pomiar czasu (t_1) należy wykonać dla wypływu 100 ml badanej zawiesiny. Oznaczanie wykonać trzykrotnie, pobierając do każdego kolejnego oznaczania nową próbkę tej samej zawiesiny. Naczynia, którymi pobiera się próbki, wiskozymetr i cylinder pomiarowy, przed każdym oznaczaniem należy oczyścić i wysuszyć. Po zakończeniu pomiarów czasu wypływu badanych zawiesin oznaczyć średni czas wypływu z wiskozymetru 100 ml wody destylowanej (t_2), wykonując trzy pomiary. Temperatura wody destylowanej w czasie badania powinna być równa temperaturze badanej zawiesiny.

2.3.5. Obliczanie wyników. Wskaźnik lepkości (W_η) należy obliczyć wg wzoru

$$W_\eta = \frac{t_1}{t_2} \quad (3)$$

w którym:

- t_1 — średni czas wypływu 100 ml badanej zawiesiny jako średnia arytmetyczna trzech pomiarów, s,
- t_2 — średni czas wypływu 100 ml wody destylowanej obliczony jako średnia arytmetyczna trzech pomiarów, s.

2.3.6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczania.

2.3.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, jak najmniej różniących się od siebie.

2.4. Oznaczanie wskaźnika tiksotropii

2.4.1. Przyrządy i materiały — wg 2.3.2.

2.4.2. Przygotowanie próbki do badań — wg 2.1.3.

2.4.3. Wykonanie oznaczania. W celu oznaczania wskaźnika tiksotropii należy wykonać pomiar wskaźnika lepkości W wg 2.3.4, bezpośrednio po pobraniu próbki zawiesiny. Zawiesinę wlać ponownie do wiskozymetru i pozostawić bez ruchu na 10 min, mierząc

czas wypływu 100 ml. Wskaźnik lepkości po upływie 10 min ($W_{\eta 10}$) obliczyć wg wzoru:

$$W_{\eta 10} = \frac{t_3}{t_2} \quad (4)$$

w którym:

- t_3 — czas wypływu 100 ml zawiesiny po 10 min, s,
- t_2 — średni czas wypływu 100 ml wody, s.

2.4.4. Obliczanie wyników. Wskaźnik tiksotropii (ϑ) obliczyć wg wzoru

$$\vartheta = W_{\eta 10} - W_\eta \quad (5)$$

w którym:

W_η — wskaźnik lepkości oznaczony bezpośrednio po pobraniu próbki,

$W_{\eta 10}$ — wskaźnik lepkości oznaczony w próbce pozostawionej w bezruchu przez 10 min.

2.4.5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczania.

2.4.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń jak najmniej różniących się od siebie.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-72/7011-21. Rozszerzono zakres stosowania normy o metodę oznaczania lepkości i tiksotropii za pomocą wiskozymetru obrotowego.

3. Normy związane

BN-64/7011-09 — Surowce ceramiczne. Pobieranie i przygotowywanie średnich próbek laboratoryjnych

4. Autorzy projektu normy — mgr R. Radziszewska, mgr K. Potocka — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.