

CERAMIKA BADANIA	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Surowce ceramiczne Metody badań	7011-16
	Oznaczanie składu ziarnowego metodą pipetową	Zamiast BN-70/7011-16
		Grupa katalogowa 0819

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie składu ziarnowego materiału ziarnistego metodą sedymentacyjnej analizy pipetowej zwanej metodą Andreasena.

1.2. Zakres stosowania. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości klas ziarnowych w zakresie 45 do 1,5 μm w surowcach i masach ceramicznych. Metodę pipetową traktuje się jako wzorcową i rozjemczą w stosunku do innych metod analizy granulometrycznej, stosowanych w laboratoriach przemysłowych i naukowych.

1.3. Określenia

1.3.1. ziarno — pojedyncza cząstka materiału ziarnistego.

1.3.2. średnica zastępcza — średnica kuli, która ma tę samą gęstość i opada w cieczy z tą samą prędkością co ziarno badanego materiału.

1.3.3. klasa ziarnowa — jednostronnie lub dwustronnie ograniczony zbiór ziarn o określonej dolnej lub górnej granicy średnicy zastępczej lub dolnej i górnej średnicy zastępczej.

1.3.4. frakcja ziarnowa — procentowa zawartość określonej klasy ziarnowej w badanym materiale ziarnistym.

1.3.5. skład ziarnowy — udział poszczególnych frakcji ziarnowych w badanym materiale.

1.3.6. próbka odniesienia zwana inaczej próbką zerową — masa ziarn w próbce pobranej bezpośrednio po intensywnym zamieszaniu zawiesiny.

2. METODA BADANIA

2.1. Wytyczne ogólne. Oznaczanie powinno być wykonywane w pomieszczeniu o znanej temperaturze; w czasie wykonywania oznaczania temperatura nie powinna się wahać więcej niż $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Dla utrzymania stałej temperatury próbki w czasie wykonywania oznaczania, zaleca się stosowanie komory termostatowej. Przed wykonaniem oznaczania należy dokonać wyboru klas ziarnowych, których udziały będzie się oznaczać.

Liczbę klas należy ograniczać do niezbędnego minimum, z uwagi na błąd pomiaru, zwiększający się wraz z rosnącą liczbą klas.

Przed wykonaniem oznaczania należy doświadczalnie ustalić rodzaj i ilość substancji dyspergującej, potrzebnej do optymalnego zdyspergowania próbki. Za optymalnie zdyspergowaną uważa się taką zawiesinę, w której po utrząśnięciu i odstawieniu nie występują wyraźne powierzchnie graniczne oddzielonego ośrodka dyspersyjnego, lecz u dołu zawiesina jest gęściejsza niż u góry.

2.2. Zasada oznaczania. Metoda polega na wykorzystaniu swobodnego opadania w cieczy zdyspergowanych ziarn badanego materiału, z prędkością proporcjonalną do kwadratu średnicy zastępczej wg prawa Stokes'a. W czasie sedymentacji stężenie zawiesiny na wybranym poziomie cieczy zmniejsza się w porównaniu z początkowym i jest proporcjonalne do zawartości ziarn o średnicy zastępczej, mniejszej od wyliczonej z równania Stokes'a, dla odpowiedniego czasu i drogi opadania ziarn. Stężenie zawiesiny określa się przez pobranie pipetą kolejnych próbek o stałej objętości, wysuszeniu do stałej masy i zważeniu.

2.3. Przyrządy i materiały

a) Cylinder sedymentacyjny z pipetą wg rys. 1 lub 2 o średnicy nie mniejszej niż 50 mm i wysokości nie mniejszej niż 250 mm. Pojemność cylindra nie może być mniejsza niż 500 ml. Cylinder powinien mieć oznakowane poziomy określające drogę opadania ziarn. Poziom 0 powinien znajdować się w odległości od dna nie większej niż 55 mm i nie mniejszej niż 50 mm, poziom 100 w odległości 100 mm i poziom 200 w odległości 200 mm od poziomu 0.

W górnej części cylindra, poniżej poziomów 100 i 200, powinna znajdować się skala milimetrowa. Pipeta do pobierania próbek powinna być wyposażona w rurkę kapilarną o średnicy nie większej niż 2 mm i kran dwudrożny umożliwiający opróżnianie pipety bez wyjmowania jej z cylindra.

Objętość pipety od szlifu kranu do znaku na górnym przewężeniu powinna wynosić 10 lub 15 ml.

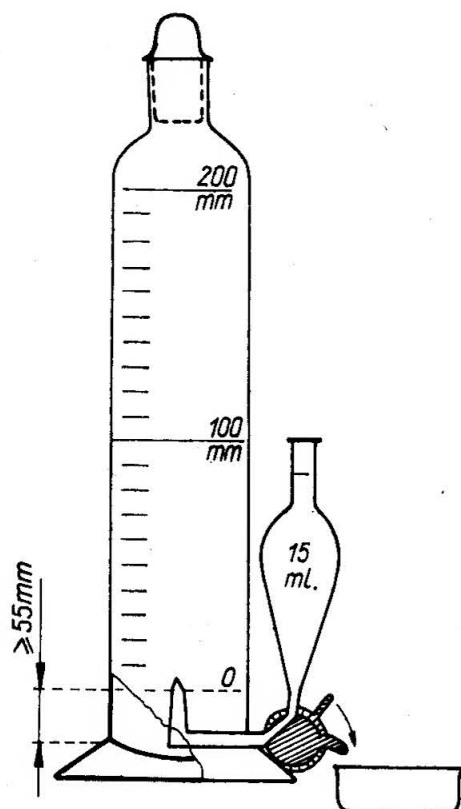
Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Szkła i Ceramiki dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1988, poz. 28)

Kapilara połączona z pipetą powinna być zamknięta na końcu, a drożna przez kilka otworów na poziomie 0.

b) Waga analityczna z dokładnością ważenia $1 \cdot 10^{-4}$ g.

c) Waga techniczna z dokładnością ważenia $1 \cdot 10^{-1}$ g.

d) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury i dokładnością regulacji $\pm 5^\circ\text{C}$.



BN-88/7011-16-1

Rys. 1

e) Sito laboratoryjne o boku oczka $45 \mu\text{m}$.

f) Szklane naczynka wagowe pojemności 25 ml i o masie nie większej niż 20 g.

g) Eksykator z substancją suszącą (np. CaCl_2).

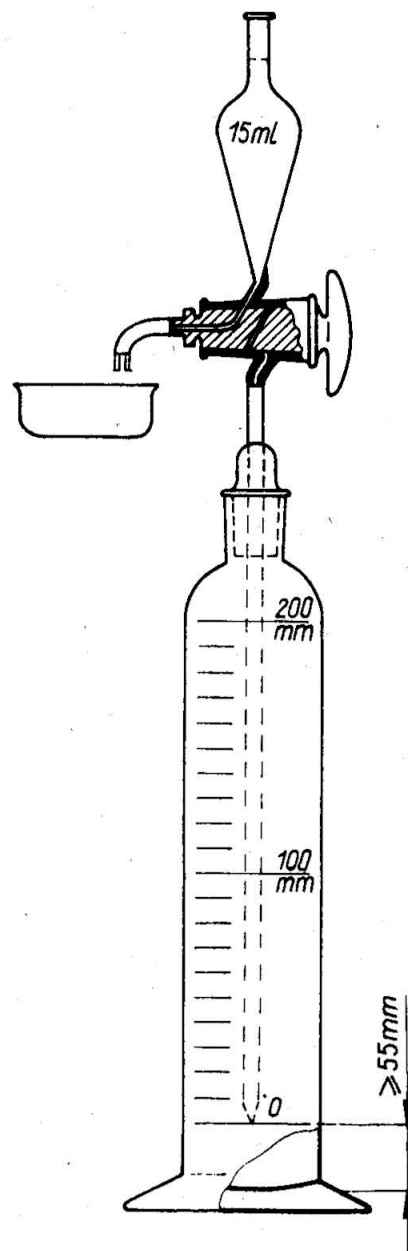
h) Wytrząsarka laboratoryjna do butelek pojemności 500 ml lub dyspergator szybkoobrotowy lub ultradźwiękowy.

i) Substancje dyspergujące jak:

- pirofosforan sodowy,
- szkło wodne,
- heksametafosforan sodowy (polifos),
- węglan sodowy bezwodny (Na_2CO_3),

w postaci roztworów najczęściej 5% (m/m).

2.4. Wyznaczanie drogi opadania ziarn (h_n). Drogę opadania ziarn ustala się zwykle przy uruchamianiu nowego przyrządu. Ustalanie drogi opadania ziarn wykonuje się przy użyciu czystej wody w następujący sposób: Cylinder sedymentacyjny należy napełnić wodą do poziomu 100 lub 200 w zależności od przewidywanej liczby pobieranych próbek (n). Z cylindra sedymentacyjnego pobrać pipetą porcję wody do kreski określającej pojemność pipety i na skali odczytać obniżony poziom. Przy oznaczaniu n klas ziarnowych,



BN-88/7011-16-2

Rys. 2

czynność tą należy powtórzyć n -krotnie. Należy rejestrować wysokość kolejnych poziomów wody od poziomu 0. Jeśli każdorazowo pobranie wody pipetą obniża poziom np, o 3 mm, to droga opadania ziarn (h_n) będzie się zmniejszała o 3 mm. W przypadku stosowania cylindra wg rys. 2, co drugą porcję pobranej wody wylewa się tuż przed pobraniem następnej porcji.

Drogę opadania ziarn można również ustalić jako średnią np. 10 pobrań pipetą.

2.5. Wyznaczanie czasu pobierania porcji zawiesiny (t_n). Czas pobierania porcji zawiesiny (t_n) należy obliczyć w sekundach wg wzoru

$$t_n = \frac{18 \cdot \eta \cdot h_n}{(\rho_s - \rho_c) \cdot g \cdot d_n^2} \cdot 10^8 \quad (1)$$

w którym:

h_n — droga opadania ziarn wg 2.4, mm,

η — lepkość cieczy dyspergującej w temperaturze pomiaru, Pas; dla wody lepkość w zależności od temperatury podano w tabl. 1,

- g — przyspieszenie grawitacyjne ziemskie, 981 cm/sek²,
 ρ_s — gęstość badanej substancji, g/cm³,
 ρ_c — gęstość cieczy dyspergującej, g/cm³; przyjmuje się 1,0 g/cm³,
 d_n — średnica największego ziarna n -tej klasy ziarnowej, μm .

Dla glin i kaolinów przyjmuje się gęstość 2,61 g/cm³. Dla innych surowców i mas ceramicznych należy przyjmując wielkości skatalogowane lub wyznaczone doświadczalnie np. metodą piknometryczną.

Wyniki wyliczenia, w zależności od wielkości, należy podać w sekundach, minutach lub godzinach.

Tablica 1

Temperatura °C	Lepkość dynamiczna Pas
15	0,114
18	0,106
20	0,100
22	0,096
25	0,089
30	0,080

2.6. Wstępne przygotowanie próbki do badań. Ze średniej próbki laboratoryjnej pobranej zgodnie z BN-64/7011-09, metodą kwatrowania pobrać około 4 g badanego materiału, tak aby na każde 100 ml objętości cylindra przypadał 1 g badanego materiału w stanie powietrzno suchym. Próbkę przenieść do parownicy, zalać wodą do całkowitego zwilżenia i pozostawić na co najmniej 24 h.

2.7. Dyspergowanie próbki. Próbkę po namoczeniu przez okres podany w 2.6 zadaje się przeznaczonym na ten cel dyspergatorem, którego ilość należy uprzednio ustalić doświadczalnie, stosownie do właściwości surowca wg 2.1.

Następnie przeprowadzić rozmulanie próbki pałeczką z nasadką gumową (aby nie rozdrobnić poszczególnych ziarn). W dalszym ciągu dyspergować próbkę przy użyciu wytrząsarki laboratoryjnej, mieszadła szybkoobrotowego lub dyspergatora ultradźwiękowego. Dyspergowanie mechaniczne powinno trwać przez okres ustalony doświadczalnie. Następnie należy oddzielić ziarna na sicie o wymiarze oczka 45 μm .

Zawiesina powinna być jednorodna, nie powinno obserwować się piany ani koagulacji. W przypadku wystąpienia piany przy dyspersji mechanicznej, zmniejszyć ciśnienie nad cieczą i dodać kilka kropel alkoholu benzylowego, zaś przy jej dalszym utrzymywaniu się przeprowadzić usunięcie cząstek organicznych.

Sprawdzenie poprawności zdyspergowania można wykonać za pomocą mikroskopu lub po wykonaniu analizy, nanosząc jej wyniki na siatkę podwójnie logarytmiczną RRB (Rosina-Romlera-Benetta).

Dla poprawnie zdyspergowanych próbek glin i kaolinów, wykres składu ziarnowego na siatce RRB powyżej $d = 1,5 \mu\text{m}$ przedstawia linię prostą.

Dla próbek źle zdyspergowanych, charakterystyczne jest załamanie linii wykresu, przeważnie powyżej $d_n = 10 \mu\text{m}$.

2.8. Wykonanie oznaczania. Cylinder napełnić zawiesiną i dopełnić wodą destylowaną do poziomu 200 lub 100, w zależności od ilości oznaczanych klas ziarnowych, wielokrotnie intensywnie zamieszać zawiesinę w cylindrze, unikając zawirowania i bezpośrednio po ustaniu mieszania pobrać próbkę odniesienia przez zassanie zawiesiny do pipety lub, w przypadku cylindra z dolnym odpływem cieczy, przez otworzenie kranu łączącego pipetę z cylindrem.

Czas pobierania porcji zawiesiny nie powinien przekraczać 15 s. Po opróżnieniu pipety do naczynka wagowego i opłukaniu ścianek przewodów pipety do tego samego naczynka, jeszcze raz intensywnie zamieszać zawiesinę w cylindrze.

W momencie ustania mieszania, uruchomić stoper odmierający kolejne czasy pobierania próbek.

Pomiędzy kolejnymi pobieraniami próbek do pipety nie należy wyrównywać poziomu w kapilarze do poziomu cylindra przez otwarcie kranu dwudrożnego, aby nie spowodować zakłócenia opadania cząstek. Pozostającą w kapilarze nad poziomem zawiesinę przed właściwym pobraniem wylewa się zgodnie z opisem podanym w 2.4.

Czynność ta nie jest potrzebna przy stosowaniu cylindra z dolnym odpływem zawiesiny.

Zebraną zawiesinę w naczynkach wagowych o stałej masie (m_p) należy suszyć w temperaturze $105 \pm 5^\circ\text{C}$ w suszarce laboratoryjnej, do stałej masy i zważyć na wadze analitycznej (m_z).

2.9. Obliczanie wyników. Obliczanie udziału poszczególnych klas ziarnowych (M_n) poniżej 45 μm , jednostronnie ograniczonych tj. nie większych określona średnica zastępcza, należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$M_n = \frac{S_n}{S_o} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

S_n — masa n -tej frakcji ziarnowej, g,

S_o — masa próbki odniesienia, g.

Udział poszczególnych klas ziarnowych obustronnie ograniczonych (M_n) tj. nie mniejszej i nie większej niż określona wielkość średnicy zastępczej oblicza się wg wzoru

$$M_n = M_n - M_{n+1}, \text{ lub } M_n = M_{n-1} - M_n \quad (3)$$

Rejestrację wyników pomiarów i obliczeń podano przykładowo w tabl. 2.

Tablica 2

Kolejność wyników pomiarów	Wysokość opadania ziarn h_n	Średnica zastępcza mniejsza niż d_n	Czas pobierania próbki t			Masa naczynka		Masa n -tej frakcji $S_n =$ $= m_z - m_p$	Udział klasy ziarnowej jednostronnie ograniczonej M_n
			h	min	s	pustego	z odpowiednią próbką		
	mm	μm				g	g	g	%
0	200	0	0	0	0	21,1747	21,2704	0,0955	100
1	196	36	0	3	16	20,7838	20,8788	0,0950	99,5
2	189	18	0	12	35	19,2003	19,2815	0,0812	85
3	181	9	0	48	10	18,9283	18,9773	0,0490	51,2
4	173	4	3	4	0	19,6936	19,7187	0,0251	22,1
5	166	2	11	48	30	19,1305	19,1430	0,0125	8,3
6	162	1,5	23	8	20	23,6259	23,6358	0,0099	5,4

2.10. Podawanie wyników. Wynik należy podać w formie tabelarycznej. Przykład tabelarycznego przedstawienia wyników podano w tabl. 3.

Tablica 3

Klasa ziarnowa	Udział klas ziarnowych M_n
μm	%
45 — 36	0,5
36 — 18	14,5
18 — 9	33,8
9 — 4	29,1
4 — 2	13,8
2 — 1,5	2,9
poniżej 1,5	5,4
	100,0

Wynik można podawać również w postaci wykresów sporządzanych na siatce pojedynczo lub podwójnie logarymicznej.

2.11. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń lub oznaczeń w dwóch identycznych warunkach.

Różnica pomiędzy skrajnymi wartościami przeznaczonymi do obliczania średniej arytmetycznej nie powinna przekraczać 5% wartości, a wartość średnią należy podać z dokładnością do części dziesiętnych.

2.12. Protokół badań. W protokole badań należy podać:

- datę, miejsce i warunki wykonania analizy (np. urządzenie do dyspersji, czas dyspersji, czas przetrzymywania w wodzie, temperatury),
- nazwę i rodzaj badanego materiału,
- nazwę substancji stosowanej do dyspersji i jej stężenie,
- wynik oznaczania,
- imię i nazwisko prowadzącego badanie.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/7011-16. Uproszczone metodę badania i obliczania wyników.

3. Normy i dokumenty związane

BN-64/7011-09 Surowce ceramiczne. Pobieranie i przygotowanie średnich próbek laboratoryjnych
Poradnik Górnika T. 5.

4. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO 3262 Extenders for paints. 9. Determination of particle size distribution

Anglia BS 3406 Part 2 : 1984 Methods for determination of particle size distribution. Recommendation for gravitational liquid sedimentation methods for powders and suspensions

NRD TGL 8966 Prüfung keramischer Roh-und Werkstoffe. Bestimmung der Korngrößen durch Sedimentation

RFN DIN 51 033 Prüfung keramischer Roh-und Werkstoffe. Bestimmung der Korngrößen durch Siebung und Sedimentation. Verfahren nach Andreasen

USA ASTM C 775-79 Standard method for particle — size analysis of whiteware clays.

5. Autorzy projektu normy — mgr Andrzej Obmiński — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.