

## HOMOGENIZACE VLHKOSTI V KERAMICKÉM TĚSTĚ

JIŘÍ HAVRDA

*Katedra technologie silikátů, Vysoká škola chemicko-technologická, 166 28 Praha 6, Suchbátarova 5*

Došlo 6. 5. 1980

*V práci je ukázána možnost výpočtu časové náročnosti homogenizace vlhkosti v keramickém těstě po kalolisování, vytváření na šnekovém lisu a zatuňování při výrobě keramiky plastickou cestou. Základem je znalost difúzního koeficientu a jeho teplotní závislosti ve vodou nasyceném keramickém těstě, počáteční velikosti, tvaru a rozdělení koncentrací nehomogenit, doby prodlení nehomogenity v operaci, rozložení rychlosti a teploty těsta v daných podmínkách.*

### ÚVOD

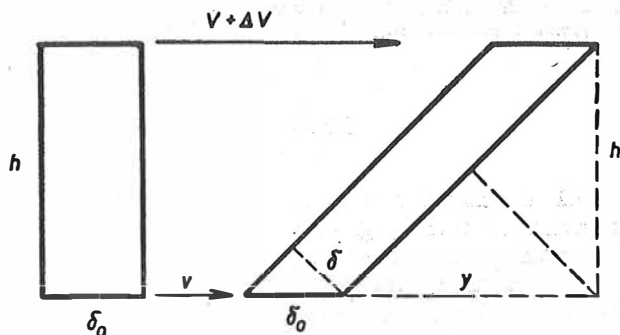
Homogenní rozložení vlhkosti v keramickém těstě je jednou ze základních podmínek úspěšného zvládnutí technologického procesu výroby keramiky tzv. plasticovou cestou. Nehomogenity vlhkosti vznikají především při kalolisování, vytváření na šnekových lisech a sušení. Například ve vykalolisovaných koláčích se liší vlhkost v různých vzdálenostech od středu o 3—4 %. Proto je do výrobního postupu zařazována operace homogenizování těsta. Vlhkostní nehomogenity vznikají i v procesu vytváření [1]. Nestejnoměrný tok těsta v šnekové komoře a ústí lisu, doprovázený třením, má za následek vytěsňování vody především z povrchových částí tělesa. Výsledkem je nestejnost objemové hmotnosti a rozdělení velikosti pórů v příčném řezu (výlisku\*). Při sušení se vytváří v tělese vlhkostní gradient, který je limitujícím faktorem nezávadnosti sušení, určujícím také výsledné pevnosti těles [2]. Současně ovlivňuje průběh obrábění těles a jejich kvalitu. Nehomogenita vlhkosti v těstě i v tělesech je příčinou snížení reprodukovatelnosti jednotlivých procesů, a tím i nekonstantnosti výsledných vlastností výrobků. V mezních případech je i příčinou vad znehodnocujících poloproduktů či výrobek.

Podklady pro technologické operace, řazené do výrobního cyklu pro dosažení vlhkostní homogenity, jsou dosud v převážné míře získávány z empirických zkoušek, resp. z dlouholetých praktických zkušeností. Homogenizační operace, především odležování těsta, je prováděno se snahou o zachování výchozí vlhkosti těsta za podmínky konstantní teploty. To znamená, že v procesu odležování těsta nedochází k odpařování vody. Homogenity vlhkosti je pak dosahováno koncentrační difúzí vody v těstě, ve většině případů nasyceného vodou, za konstantní teploty. Vodou nasyceným těstem se rozumí binární směs tvořená pevnou fází (keramický materiál) a kapalnou fází (voda), bez přítomnosti plynné fáze (vzduch). Tento systém lze uvažovat pro všechny uvedené operace, včetně počáteční fáze sušení, kdy systém pórů v tělese je vyplněn technologicky nutnou vodou.

\*) Část pásma, tj. část souvislého pásu keramického těsta vytlačovaného z ústí pásmového lisu, je v tomto článku nazývána výliskem ve smyslu Cihlářské názvoslovné příručky, vydané oborovým střediskem VTEI při GR ČSCZ, Brno 1971.

## VYROVNÁNÍ NEHOMOGENIT PO KALOLISOVÁNÍ

Ve vykalolisovaných koláčích mají nehomogenity vlhkosti rozměr řádově desítky centimetrů. To znamená, že míra segregace nehomogenity, udávající rozměr nehomogenity, je velká. Intenzita segregace vyjádřená maximálním rozdílem koncentrace oproti průměrné koncentraci je 3–4 % vlhkosti. Intenzitu segregace snižuje difúzní vyrovnání koncentrací. Jeho vliv roste se zmenšováním difúzních vzdáleností a s rostoucím difúzním koeficientem [4]. Čas potřebný k dosažení vlhkostní homogenity v koláčích by byl pro danou míru segregace značný. Proto je do výrobního postupu zařazována homogenizace těsta na šnekových lisech. Zpracováním těsta podávacím šnekem lisu a jeho protlačením sítím (otvor oka 0,5–1 cm × 3 cm) se zmenšuje především míra segregace nehomogenit. Po průchodu sítím vznikají ne-



Obr. 1. Deformace nehomogenity tvaru desky smykovým napětím.

homogenity tvaru desky s charakteristickým rozměrem přibližně 2 cm. Následným tokem těsta výtlačným šnekem a ústím lisu jsou tyto útvary zpracovány do výlisku.

Vlivem smykových napětí a gradientů rychlosti, spojených s tokem těsta šnekovou komorou a ústím, se nehomogenity vzniklé po protlačení těsta sítím deformují a zmenšuje se jejich míra segregace. Zjednodušená představa smykové deformace nehomogenity tvaru desky o tloušťce  $\delta_0$  a výšce  $h$ , je znázorněna na obr. 1. Po čase  $\tau$  má nehomogenita tloušťku  $\delta = \delta_0 (1 + y^2/h^2)^{-1/2}$ . Při velké deformaci  $y \gg h$  je  $\delta/\delta_0 \approx h/y$ . Protože pro gradient rychlosti platí odhad  $|\text{grad } v| \approx y/h\tau$ , má výsledný vztah tvar:

$$\delta/\delta_0 \approx (\tau / |\text{grad } v|)^{-1}. \quad (1)$$

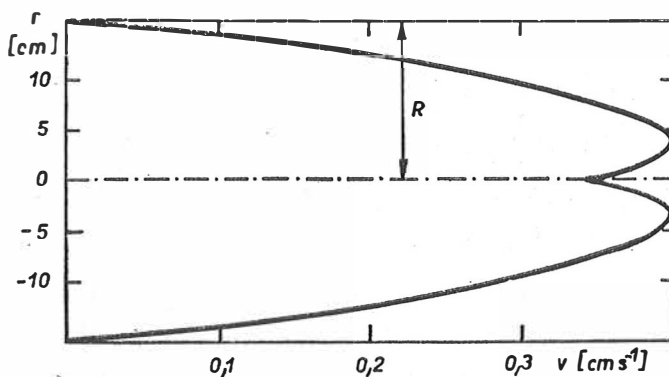
Orientační hodnota gradientu rychlosti  $|\text{grad } v|$  při toku těsta ústím šnekového lisu byla získána z výsledků probarvovací zkoušky [1], [3]. Ze zjištěného profilu a známého času byl vyjádřen rychlostní profil. Při zanedbání poměrů u stěny ústí a ve středovém svazku je tvar rychlostního profilu znázorněn na obr. 2. Z něho vyjádřená přibližná střední hodnota gradientu rychlosti je  $R^{-1} \int_0^R |dv/dr| dr \approx 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Pro výlisk tažený rychlostí 1 cm s<sup>-1</sup> při délce výtlačného šneku a ústí cca 150 cm, je doba prodlení těsta v lisu zhruba 150 s a teplota výlisků přibližně 20–22 °C. Dosazením těchto dat do (1), získá se pro zmenšení tloušťky nehomogenity hodnota

$$\delta/\delta_0 \approx 0,33. \quad (2)$$

Při toku těsta lisem dochází ve šnečích k jeho mísení a hnětení. Míra segregace nehomogenit se zmenšuje, a tím se usnadňuje difúzní vyrovnávání koncentrací. Proto i za čas prodlení těsta v lisu se může částečně snížit intenzita segregace. Ve výliscích bylo stanoveno rozdělení vlhkosti. Vlivem homogenizačního účinku lisu nepřesáhla intenzita segregace hodnotu 2% vlhkosti. Tato hodnota může být ovlivněna velikostí odebíraných vzorků pro stanovení vlhkosti. To znamená, že účinkem šneků se zmenší míra segregace nehomogenity, při zachování např. původní hodnoty intenzity. V odebíraném vzorku je pak stanovena průměrná vlhkost, která nepostihuje rozdíl vlhkostí pro rozměr nehomogenity menší než rozměr vzorku.

Na základě experimentů a zjednodušených představ lze říci, že homogenizací vykalolisovaných koláčů na šnekovém lisu se získají výlisky s nehomogenitami o rozměru cca 1 cm a s rozdílem vlhkostí do 2%.



Obr. 2. Rychlostní profil toku těsta ústím lisu.

#### VYROVNÁNÍ NEHOMOGENIT PO VYTVÁŘENÍ

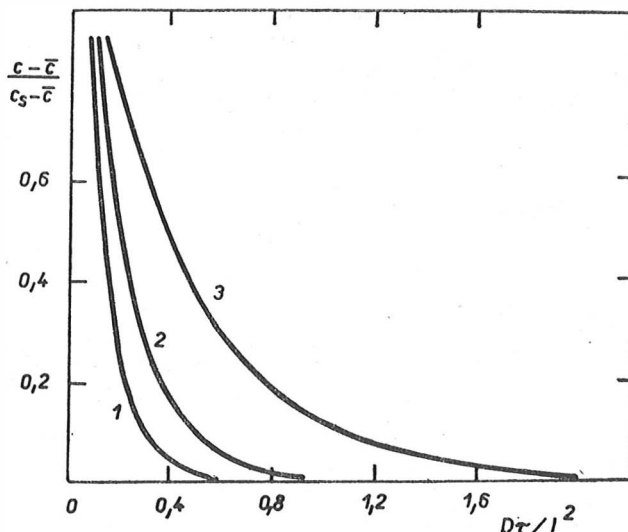
Vytváření výlisků na vakuovém šnekovém lisu je podmíněno nejen určením optimální vytvářecí vlhkosti těsta, ale i maximálně přípustného intervalu jejího kolísání [1]. Určení obou faktorů vystupuje do popředí především u technického porcelánu se zvýšenými mechanickými parametry. Výrobní směs obsahuje vedle živcového taviva a 20–40%  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  i přírodní plastické složky kaoliniticko-montmorilloniticko-illitického typu. Ty jsou pak příčinou citlivosti směsí na výkyvy technologických podmínek. Pro vytváření tažením těchto směsí se např. udává přípustná hodnota kolísání vlhkosti 0,5%. Rozměr nehomogenit (cca 1 cm) a rozdíl vlhkostí (do 2%) ve výlisku umožňuje dosáhnout této hodnoty difúzním vyrovnáváním koncentračních rozdílů za podstatně kratší dobu, než v případě koláčů. Tato výrobní operace se nazývá odležování těsta.

Vyrovnávání koncentrace nehomogenit různých tvarů je popsáno obecným vztahem [4], [5]:

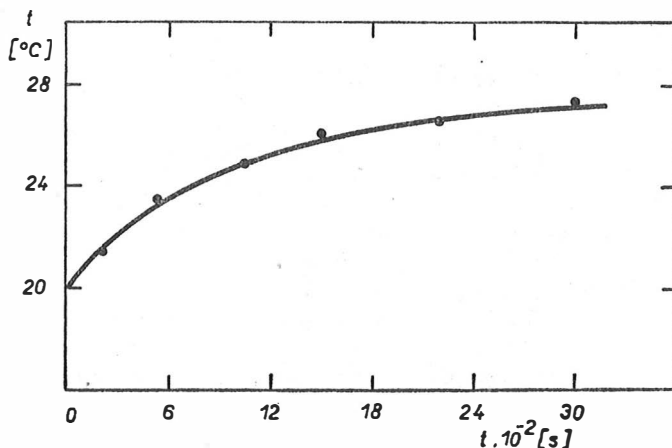
$$\frac{c - \bar{c}}{c_s - \bar{c}} = f(D\tau/l^2), \quad (3)$$

kde  $c_8$  je původní koncentrace a  $\bar{c}$  je střední koncentrace v systému. Grafické vyjádření vztahu (3) pro tři základní symetrie je uvedeno na obr. 3. Pro pokles koncentrace v nehomogenitě tvaru desky z původního rozdílu vlhkosti 2% na 0,5 % má parametr  $D\tau/l^2$  odečtený z grafu na obr. 3 hodnotu 0,66. Čas potřebný na vyrovnání rozdílů koncentrací na konečný rozdíl je proto dán vztahem:

$$\tau \approx 0,66l^2D^{-1}. \quad (4)$$



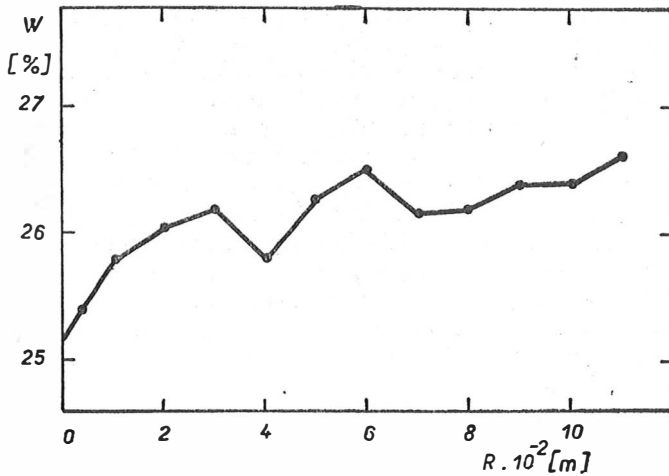
Obr. 3. Závislost  $c = f(D\tau/l^2)$  pro základní symetrie; 1 — koule, 2 — válec, 3 — deska, l — poloviční tloušťka desky, nebo poloměr koule či válce.



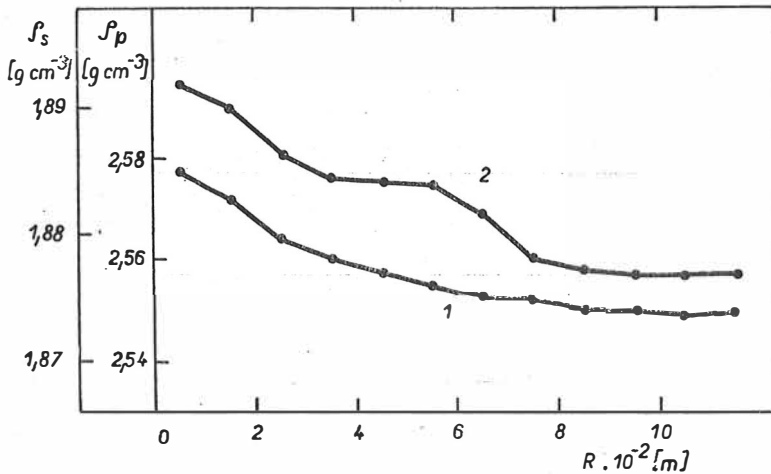
Obr. 4. Časová závislost teploty výtlisků při tažení na vakuovém šnekovém lisu.

Z teplotní závislosti difúzního koeficientu, stanoveného metodou difúzního páru pro tělesa nasycená vodou o různých koncentracích [6], je pro teplotu tělesa 21 °C hodnota difúzního koeficientu  $D = 2 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ . Pro poloviční tloušťku nehomogenity

genity  $l = 0,5$  cm je požadovaný konečný rozdíl vlhkostí dosažen za 23 hodin. Při zvýšení teploty těsta cca o  $5$  °C zkracuje se potřebný čas v důsledku vzrůstu difúzního koeficientu přibližně na poloviční hodnotu. Zkracování doby odležení těsta zvyšováním jeho teploty je však limitováno dalším parametrem určujícím nezávadnost vytváření, tj. teplotou těsta a výlisků. Například pro uvedené směsi technického porcelánu nesmí teplota výlisku přestoupit teplotu  $27$  °C. Příčinou je závislost reologických vlastností těchto směsí na teplotě, protože při vyšší teplotě se



Obr. 5. Rozložení vlhkosti v příčném řezu válcového výlisku.



Obr. 6. Rozložení objemové hmotnosti v příčném řezu válcového výlisku;  
1 — vysušený stav  $\rho_s$ , 2 — vypálený stav  $\rho_p$ .

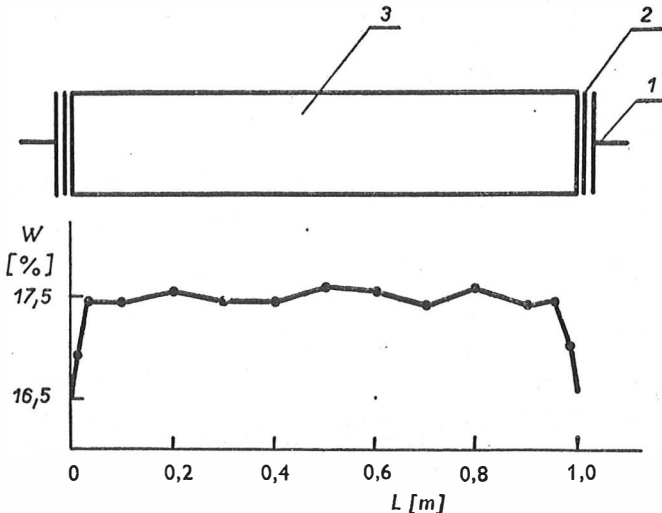
zvyšuje jejich náchylnost ke tvorbě strukturálních vad [1]. Jak ukazuje graf závislosti teploty výlisku na době tažení při konstantní počáteční vlhkosti a počáteční teplotě  $20$  °C porcelánové směsi na obr. 4, dochází v průběhu tažení k nárůstu teploty zhruba

o 7 °C. U dané porcelánové směsi je pak teplota 20 °C při odležování hraniční hodnotou, vzhledem k maximálně přípustné teplotě výlisků při vytváření. Přihlédnutím k uvedeným faktorům pak plyne pro danou porcelánovou směs, že zhruba jednodenním odležením těsta při teplotě 20 °C se dosáhne požadované homogenity vlhkosti pro vytváření na vakuovém šnekovém lisu.

Při vytváření výlisků probíhá ve vakuovém šnekovém lisu v počáteční fázi další homogenizace těsta v podávacím šneku a při protlačování těsta sítím. Lze předpokládat, že koncentrační rozdíl se dále sníží. Při vakuování těsta se však nerovnoměrně odpařuje voda z povrchů sítím protlačených deskových útvarů, a tím se zpětně zvyšují koncentrační rozdíly. Také tok těsta šnekovou komorou a ústím, spojený se třením, vede k různému nahutnění válcových výlisků v příčném řezu a k vytěsnění vody především z povrchových částí. Rozdělení vlhkosti a objemové hmotnosti v příčném řezu válcového tělesa je znázorněno na obr. 5 a 6. Největší změna vlhkosti (0,9%) nastává v povrchové vrstvě o tloušťce cca 2 cm. V daném experimentu může být tato hodnota zvýrazněna i částečným odpařováním vody z povrchu tělesa při tažení. Hodnota difúzního koeficientu při teplotě 27 °C je  $D = 3 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ . Pro pokles vzniklého koncentračního rozdílu na původní hodnotu (0,5%) má parametr  $D\tau/l^2$  odečtený z grafu na obr. 3 hodnotu 0,28. Odpovídající čas je zhruba 3 hodiny. Nehomogenity vlhkosti vzniklé v procesu vytváření na vakuovém šnekovém lisu se za předpokladu, že neprobíhá odpařování vody, stačí zpravidla vyrovnat na původní hodnotu do zahájení další technologické operace v diskontinuální výrobě.

#### VYROVNÁNÍ NEHOMOGENIT PO ZATUHOVÁNÍ

Vlhkostní nehomogenity v procesu sušení, resp. zatuhování výlisků na vlhkost vhodnou pro jejich obrábění, jsou výsledkem vzniku gradientu vlhkosti v tělese při odpařování vody [2]. Rozměrné výlisky z technického porcelánu se zatuhují elektroodporově [7]. S použitím plastických přívodních elektrod [8] je po skončení procesu



Obr. 7. Rozložení vlhkosti v podélném řezu válcového tělesa po elektroodporovém zatuhování; 1 — kovová elektroda, 2 — plastická elektroda, 3 — těleso.

v objemu tělesa maximální rozdíl vlhkosti 1 % [9]. Rozložení vlhkosti v podélném řezu válcového tělesa ze směsi technického porcelánu po elektroodporovém zatuňování je znázorněno na obr. 7. Teplota tělesa při zatuňování byla 42 °C. Nehomogenity vlhkosti v tělese jsou soustředěny především do stykových částí tělesa s elektrodou a mají rozměr 5 cm. Hodnota difúzního koeficientu pro tuto teplotu v případě, že dále již neprobíhá odpařování vody, je  $D = 8 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ . Parametr  $D\tau/l^2$  odečtený z grafu na obr. 3 pro pokles koncentračního rozdílu z 1 % na 0,5 % je 0,4. Odpovídající čas je zhruba 9 hodin, kdy by mělo být docíleno dostatečné homogenity vlhkosti v tělese pro nezávadnost operace obrábění. V tělesech při jejich obrábění bylo stánoveno rozložení vlhkosti po dvanácti hodinovém odležení. Bylo zjištěno, že maximální rozdíl vlhkostí nepřesahuje 0,5 %. Vypočtená a experimentálně stanovená doba odležení jsou v dobré shodě, uváží-li se, že do výpočtu nebyl zahrnut časový pokles teploty tělesa po ukončení elektroodporového zatuňování.

#### ZÁVĚR

Z experimentálních výsledků a provedených výpočtů na základě zjednodušených představ lze závěrem konstatovat, že pro kvantitativní popis homogenizačního procesu vlhkosti při výrobě keramiky plastickou cestou je nutné znát počáteční velikost, tvar a rozdělení koncentrací nehomogenit, difúzní koeficient a jeho teplotní závislost, dobu prodlení nehomogenity v dané operaci, rozložení rychlosti a teplotu těsta v daných podmínkách. Obtížnost určení skutečného tvaru a velikosti nehomogenity, především po zpracování těsta ve šnekových lisech, neumožňuje přesný kvantitativní popis homogenizačního procesu. Experimentálně dosažitelné informace však stačí pro orientační výpočet časové náročnosti homogenizační operace výrobního postupu dané keramické směsi. Umožňují vzájemné porovnání a volbu homogenizačních postupů z hlediska jejich účinnosti a kapacity výroby.

#### Literatura

- [1] Havrda J., Hanykýř V. a dal.: *Sborník XXI. Konference o porcelánu*, s. 82—95. DT ČSTV Plzeň 1979.
- [2] Havrda J., Hanykýř V., Tůma P.: *Sklář a keramik (1980)* (v tisku).
- [3] Havrda J., Hanykýř V., Stehlík L.: *Sklář a keramik (1980)* (v tisku).
- [4] Hlaváč J.: *Silikáty* 20, 267 (1976).
- [5] Crank J.: *The Mathematics of Diffusion*. Oxford 1964.
- [6] Havrda J., Oujří F.: *Silikáty (1981)* (v tisku).
- [7] Hanykýř V., Havrda J.: *Proceedings on the 7th International Meeting on Modern Ceramics Technologies*, Elsevier, Amsterdam 1980.
- [8] Havrda J., Cvilink Z., Rakovský P.: *Autorské osvědčení č. 194 105, ČSSR 1979*.
- [9] Hanykýř V., Havrda J., Kuneš K.: *Chemický průmysl (1980)* (v tisku).

#### ГОМОГЕНИЗАЦИЯ ВЛАЖНОСТИ В КЕРАМИЧЕСКОМ ТЕСТЕ

Пржи Гаврда

*Кафедра технологии силикатов Химико-технологического института, Прага*

Работа занимается количественным описанием гомогенизации влажности в насыщенном водой керамическом тесте при производстве технической керамики пластическим способом. На основании экспериментальных результатов и на основании упрощенных представлений рассматриваются неомогенности влажности, образующиеся после фильтрования через фильтр-пресс, формования на ленточном прессе и электросопротивительном застывании пресс-изделия. Знание коэффициента диффузии и его темпера-

турной зависимости в насыщенной тесте является основой для расчета гомогенизационной операции, требующей большой затраты времени, основывающейся на диффузионном выравнивании различий его влажности в тесте.

Сопоставляя результаты из расчетов с экспериментальными данными, устанавливается, что для количественного описания процесса гомогенизации необходимо располагать начальным размером, формой и распределением концентраций негомогенностей коэффициентом диффузии и его температурной зависимостью, временем выдержки негомогенности в данной операции, расположением скорости и температурой насыщенной керамической смеси в данных условиях. Экспериментальным путем полученные данные достаточны для предварительного расчета времени гомогенизации и предоставляют возможность взаимного сопоставления и подбора приемов гомогенизации с точки зрения их эффективности и мощности производства.

*Рис. 1. Деформации негомогенности формы плиты напряжением при сдвиге.*

*Рис. 2. Скоростной профиль потока теста через мундштук пресса.*

*Рис. 3. Зависимость  $c = f(D\tau/l^2)$  для основной симметрии; 1 — шар, 2 — цилиндр,*

*3 — плита,  $l$  — половинная толщина плиты или параметр шара или цилиндра.*

*Рис. 4. Временная зависимость температуру прессованных изделий при формировании в ленточном вакуум-прессе.*

*Рис. 5. Распределение влажности в поперечном сечении цилиндрического изделия.*

*Рис. 6. Распределение объемной массы в поперечном сечении цилиндрического изделия;*

*1 — высушенное состояние  $\rho_s$ , 2 — состояние после обжига  $\rho_p$ .*

*Рис. 7. Распределение влажности в продольном сечении цилиндрического тела после электросопротивительного застывания; 1 — металлический электрод, 2 — пластический электрод, 3 — тело.*

## MOISTURE HOMOGENIZATION IN CERAMIC PASTE

Jiří Havrda

*Department of the Technology of Silicates, Institute of Chemical Technology, Prague*

The study is concerned with quantitative description of moisture homogenization in water-saturated ceramic paste in the manufacture of technical ceramics by the forming of plastic materials. On the basis of experimental results and on that of simplifying assumptions, an analysis is made of moisture homogenization due to filter pressing, pug press forming and electric resistance curing of the mouldings. Knowledge of the diffusion coefficient and that of its temperature dependence in saturated paste is a basis for calculating the time requirements for homogenization by so-called maturing which is based on diffusive equalization of moisture differences in the paste.

A comparison of the theoretical results with those obtained in the experiments allows to conclude that for a quantitative description of the homogenizing process it is necessary to know the initial size, shape and distribution of inhomogeneity concentrations, the diffusion coefficient and its temperature dependence, the time of inhomogeneity dwell in the given operation, and the speed distribution and temperature of the saturated ceramic mix under the given conditions. The experimentally available information is satisfactory for a rough calculation of the time of homogenization and allows to compare mutually and select the most suitable homogenizing process from the standpoint of its efficiency and from that of production capacity.

*Fig. 1. Deformation of a plate-shaped inhomogeneity by shear stress.*

*Fig. 2. Velocity profile of paste flow through the press die.*

*Fig. 3. Relationship  $c = f(D\tau/l^2)$  for the principal symmetries;*

*1 — sphere, 2 — cylinder, 3 — plate*

*$l$  — half-thickness of plate or sphere or cylinder radius.*

*Fig. 4. Time dependence of the temperature of pressings prepared in a vacuum auger machine.*

*Fig. 5. Moisture distribution in a cross section of a cylinder-shaped pressing.*

*Fig. 6. Apparent density distribution in the cross section of a cylindrical pressing:*

*1 — dried state,  $\rho_s$ , 2 — fired state  $\rho_p$ .*

*Fig. 7. Moisture distribution in the cross section of a cylindrical body after electric-resistance curing;*

*1 — metal electrode, 2 — plastic electrode, 3 — body.*