

Jerzy ZYCH

## LEPKOŚĆ DYNAMICZNA UKŁADÓW WODNO-GLINOWYCH W ZAKRESIE 5 – 50°C, A OPTYMALNA TEMPERATURA MAS WILGOTNYCH Z BENTONITEM

### Abstract

The work presents results of investigations of the effect of temperatures in the range of 5 to 50°C on the dynamic viscosity ( $\eta$ ) of water-clay systems and technological properties of green moulding sands. The viscosity of diluted bentonite suspensions (~15 vol.%), concentrated suspensions (20–25 vol.%), and bentonite pastes (>30 vol.%) was determined using a rotational rheometer (Rheotest 2), a flow rheometer, and an ultrasonic method respectively. The influence of temperature on the viscosity of the bentonite suspensions in the whole range of concentration has a non-monotonic character. The  $\eta=f(T)$  function reaches a minimum at temperature range 25-30°C. This temperature range may be considered as the optimal technological range for the green moulding sand processing. Investigations of technological properties of the moulding sands at temperatures 5 to 60°C revealed, that they reach the best compactibility and the highest values of  $R_m$  and  $R_c$  strengths also at the temperature range 25-30°C.

### 1 Wprowadzenie

Właściwości reologiczne mas formierskich są ściśle związane z właściwościami układu wodno-glinowego. Cechy reologiczne masy z lepiszczem gliniastym decydują o przebiegu procesu przygotowania masy oraz o jakości form. Wytrzymałość masy zależy od powierzchni przekroju mostków łączących ziarna i ich jakości [1,2]. Prawidłowe wykształcenie pojedynczego mostka wymaga dostatecznie dużej plastyczności pasty układu wodno-glinowego.

Właściwości reologiczne płynów lepko-sprężystych i sprężysto-lepkich, do których zalicza się również suspensje i pasty bentonitowe, zależą między innymi od temperatury [3,4,]. Temperatura masy formierskiej waha się w przedziale od kilku (3-5°C) do kilkudziesięciu (40-45°C i więcej) stopni. Chodzi tu o temperaturę masy w stacji przerobu i podczas formowania. Wpływ temperatury na właściwości reologiczne suspensji (i past) bentonitowych jest stosunkowo słabo poznany [5]. Badania suspensji przy użyciu reometrów rotacyjnych wymagają, aby stopień rozcieńczenia był wielokrotnie większy niż stosunek wodno-glinowy występujący w masach formierskich. Badania prowadzone są na suspensjach zawierających co najwyżej 15-20% bentonitów. W masach formierskich układ wodno-glinowy ma konsystencję pasty zawierającej 60-70% gliny (bentonitu). Niestety tradycyjne metody pomiaru lepkości dynamicznej nie pozwalają na badanie właściwości

---

Dr hab. inż. Jerzy ZYCH, prof. nadzw. AGH

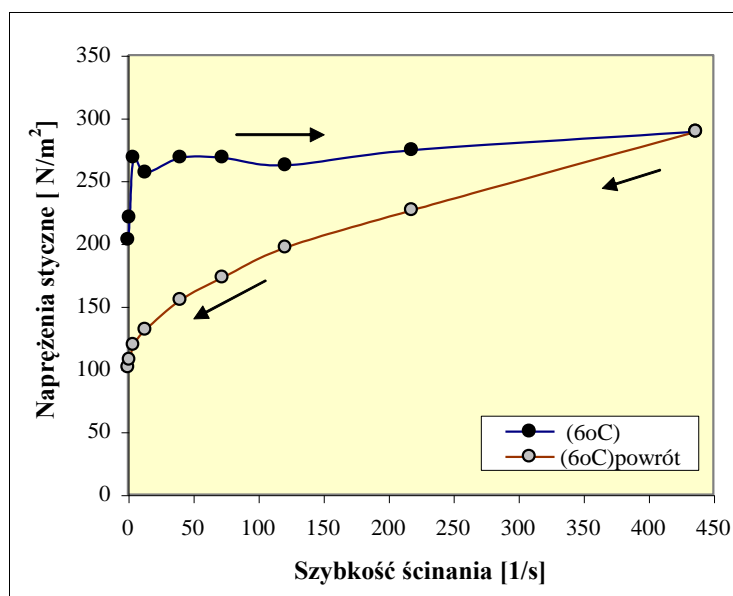
Katedra Tworzyw Formierskich, Technologii Formy i Odlewnictwa Metali Nieżelaznych

reologicznych tak mocnych układów wodno-glinowych. Autor opracował metodę ultradźwiękową, która pozwala badać lepkość dynamiczną mocnych past układu wodno-glinowego [7 – 9] .

## 2. Badania lepkości dynamicznej układów wodno-glinowych

### 2.1. Stabilności reologicznej suspensji bentonitowej

Badania płynów reologicznych wymaga oceny ich stabilności reologicznej, dla zastosowania właściwie metody badawczej i prawidłowego opisu wyniki pomiarów. Dla oceny stabilności reologicznej płynu (suspensji) wodno - glinowego sporządzano pętlę histerezy krzywych płynięcia. Badania prowadzono przy użyciu reometru rotacyjnego Rheotest 2. Przykład histerezy płynięcia suspensji bentonitowej pokazuje rysunek 1.



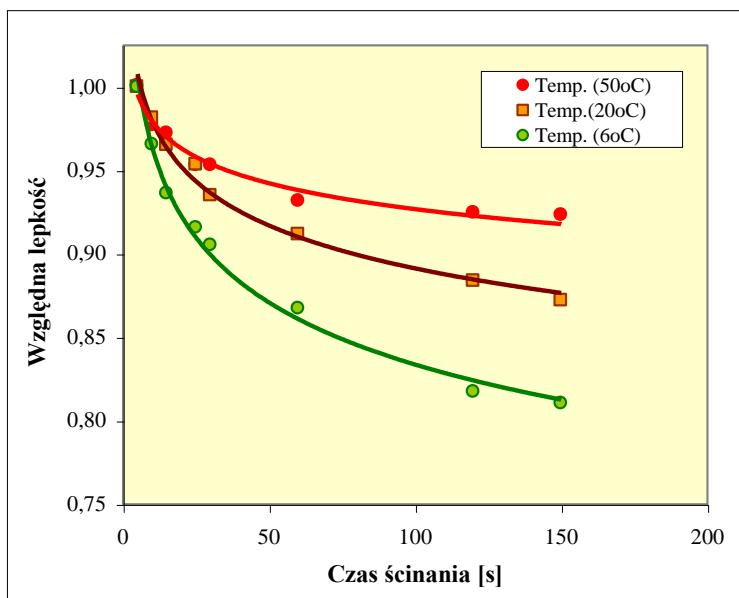
Rys.1. Histereza płynięcia 15% suspensji bentonitowej (temperatura T = 6°C).

Suspensja bentonitowa zachowuje się w sposób charakterystyczny dla płynów tiksotropowych (reologicznie niestabilny) posiadających granicę płynięcia. Lepkość pozorna płynów tiksotropowych zależy nie tylko od wartości naprężenia ścinającego, ale również od „historii” ścinania. Jeśli chce się określić ilościowo zależność lepkości od czasu ścinania, to należy wcześniej badany płyn tiksotropowy doprowadzić do „ściśle ustalonego stanu ścinania”. Układ tiksotropowy musi być wcześniej poddany stałemu natężeniu ścinania, tak długo, aż ustali się szybkość ścinania a lepkość pozorna osiągnie równowagową lepkość ścinania.

### 2.2. Zmiany lepkości w funkcji czasu ścinania i temperatury

Płyny tiksotropowe cechują się zmianą wartości lepkości pozornej w miarę narastania czasu ścinania [3,4,5]. Wykonano, przy użyciu reometru Rheotest 2, badania wpływu czasu ścinania (przy 3 wartościach temperatury) na wartość lepkości dynamicznej dla 20% suspensji bentonitowej (rysunek 2). Największe zmiany lepkości pozornej zachodzą w okresie pierwszych 2 -3 minut ścinania. Można przypuszczać, że jest to okres niezbędny do „zniszczenia” struktury wewnętrznej układu tiksotropowego. Badania zmian lepkości w okresie ścinania potwierdzają tiksotropowość układu wodno-glinowego. Zakres zmian lepkości w

okresie ścinania, zależy od temperatury, rysunek 2. W temperaturze  $T = 5-6^{\circ}\text{C}$  zmiany lepkości wynoszą ponad 25%, natomiast przy  $T = 50^{\circ}\text{C}$  zmiany wywołane ścinaniem są mniejsze i wynoszą  $\sim 5-7\%$ . Powolne lub niewielkie zmiany lepkości podczas ścinania obserwowane przy wysokiej temperaturze są niekorzystne dla procesu przerobu mas formierskich i wykonywania form. W obu operacjach korzystniej jest, aby lepiszcze (spoiwo) cechowało się małą lepkością lub taką lepkością, która się szybko obniża w miarę ścinania w mieszarce podczas mieszania masy.



Rys. 2. Wpływ temperatury suspensji na zmiany lepkości względnej w okresie przedłużonego ścinania Szybkość ścinania 67,5 [1/s]

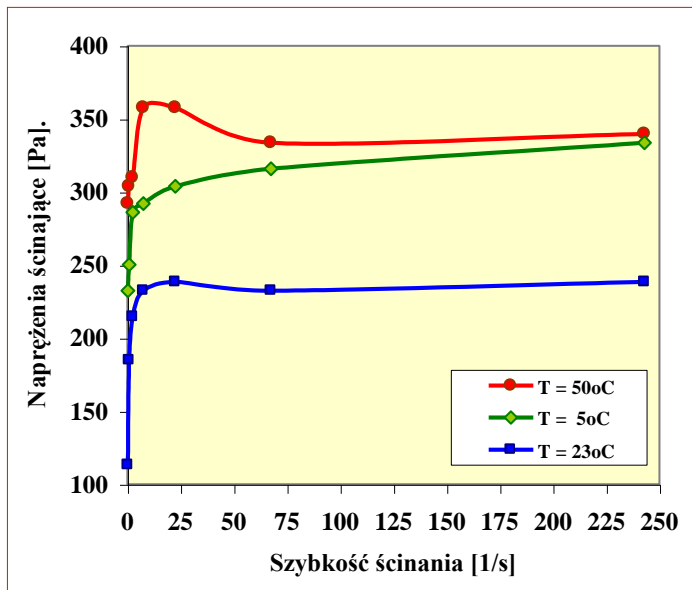
### 2.3. Badania wpływu temperatury na lepkość układów wodno-glinowych

Zmiany temperatury suspensji bentonitowej powodują również zmiany lepkości i wartości naprężeń ścinających. Istotny jest przebieg tych zmian w zakresie temperatury, który występuje w realnych (przemysłowych) warunkach, w temperaturze, która może wahać się w granicach od kilku stopni ( $3-5^{\circ}\text{C}$ ) do kilkudziesięciu ( $40-50^{\circ}\text{C}$ ). Badania wpływu temperatury ( $4-60^{\circ}\text{C}$ ) na lepkość dynamiczną układów wodno-glinowych przeprowadzono trzema metodami: metodą ścinania (reometr rotacyjny), metodą przepływów w kapilarach i metodą ultradźwiękową. Pierwsze dwie metody wykorzystano dla badań suspensji, trzecią – do badań past bentonitowych.

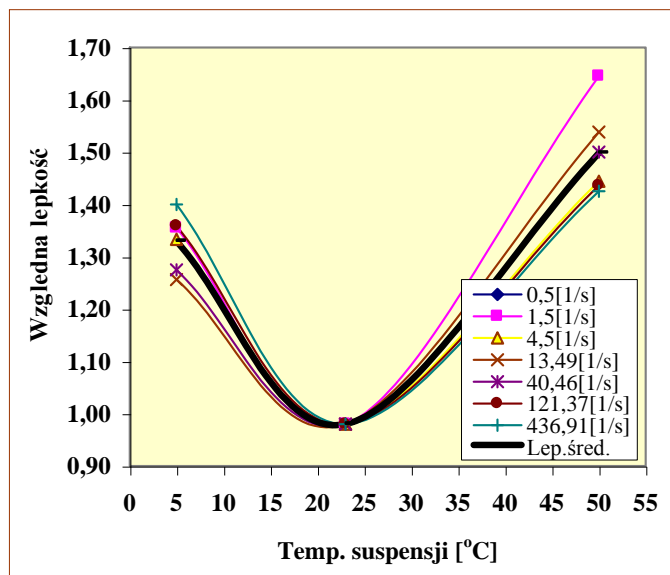
#### 2.3.1. Pomiary z użyciem reometru rotacyjnego Rheotest 2

Po sporządzeniu 15% suspensji, całość objętości podzielono na trzy porcje. Każdą porcję przetrzymywano przez  $\sim 2\text{h}$  w innej temperaturze: pierwszą w temperaturze otoczeniu ( $T = 23^{\circ}\text{C}$ ), drugą w komorze grzewczej ( $T = 50^{\circ}\text{C}$ ), a trzecią - w chłodziarce ( $T=5^{\circ}\text{C}$ ). Sposób przygotowania i prowadzenia badań związany jest z tiksotropowymi cechami suspensji bentonitowych. Wyniki pomiarów zamieszczono na rysunkach 3 i 4. Najniższe wartości naprężeń ścinających (i związanej z nimi pozornej lepkości) uzyskiwano wtedy, gdy temperatura oscylowała wokół wartości  $23-25^{\circ}\text{C}$ , rysunek 4. Zarówno podwyższenie temperatury, jak i jej obniżenie prowadziło do zwiększenia lepkości suspensji i wzrostu wartości naprężeń ścinających. Dla dokładniejszego wyznaczenia temperatury, przy której lepkość suspensji osiąga minimum, należałoby wykonać dodatkowe pomiary w zakresie

temperatury bliskim temu, przy którym stwierdzono występowania obniżonej lepkości (w pobliżu  $T = 23-25^{\circ}\text{C}$ ).



Rys. 3. Wpływ temperatury i szybkości ścinania na naprężenia ścinające (15% bentonitu). Badania z użyciem reometru rotacyjnego Rheotest 2.



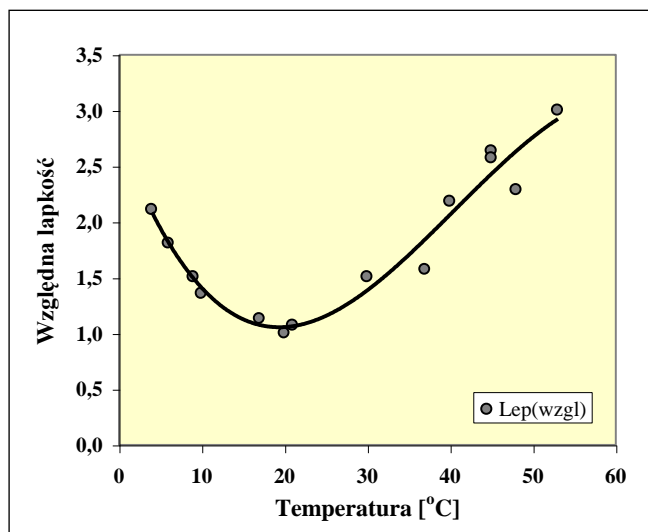
Rys. 4. Wpływ temperatury na lepkość (względną) 15% - towej suspensji bentonitowej

### 2.3.2 Pomiary z użyciem reometru kapilarnego (typu Umstättera)

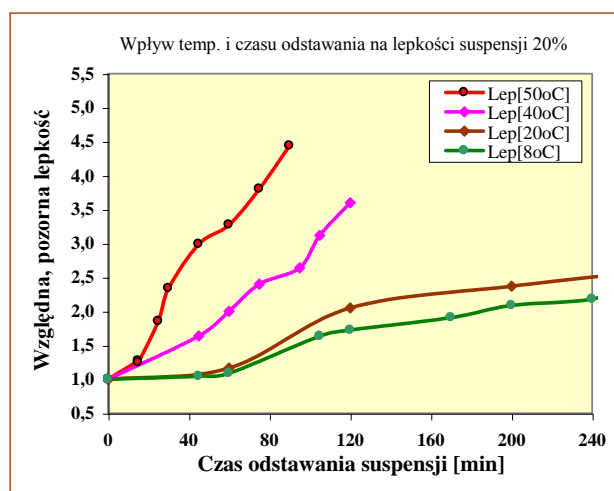
Z technologicznego punktu widzenia ważna jest lepkość, którą posiada suspensja przed poddaniem jej procesowi ścinania, lepkość strukturalna, którą poprawniej jest wyznaczać przy użyciu reometrów kapilarnych. Proces destrukcji struktury tiksotropowej układu wodno-glinowego jest duży mniejszy przy przepływie laminarnym (w kapilarze) niż przy ścinaniu w reometrze rotacyjnym. Dla celów pomiarowych zbudowano prosty reometr kapilarny, wykorzystując ideę Umstättera [3]. Prowadzone pomiary miały na celu wyznaczenie względnych wartości lepkości, dlatego pomiary mogły być prowadzone na prototypowym stanowisku pomiarowym. Posługiwanie się względnymi wartościami

określanych lepkości pozwala ograniczyć błędy wynikające z uproszczonej metodyki badawczej.

Dla określenia lepkości wyznaczano czas przepływu określonej porcji suspensji przez kapilarę o średnicy 4,0 mm przy zachowaniu stałej różnicy ciśnień na wejściu i wyjściu kapilary. Dla ograniczenia wpływu związanego z tiksotropowymi właściwościami suspensji pomiary w różnych temperaturach wykonywano przy zachowaniu stałego czasu pozostawiania suspensji w stanie „bez mieszania”. Przykłady uzyskanych wyników wpływu temperatury na lepkość przedstawiono na rysunku 5. Najniższą lepkość osiąga suspensja w temperaturze ~ 20°C. Zwiększanie stężenie suspensji (powyżej 22-23%) wymaga stosowania w pomiarach bardzo dużej różnicy ciśnień kapilarnych. Temperatura suspensji decyduje również o szybkości, z jaką układ tiksotropowy powraca do stanu równowagi, po wcześniejszym mieszanii. Im wyższa temperatura tym krótszy czas dojścia układu wodno-glinowego do stanu równowagi strukturalnej. Wyniki badań prowadzonych w tym obszarze pokazano na rysunku 6. Szybkie zmiany lepkości układu wodno-glinowego w okresie odstawiania oznaczają również krótką trwałość korzystnego efektu przebudowy struktury uzyskanego w wyniku procesu mieszania (ścianania) masy z bentonitem.



Rys. 5. Wpływ temperatury na względną lepkość 22% suspensji bentonitowej wyznaczoną metodą przeplywową (kapilarną).

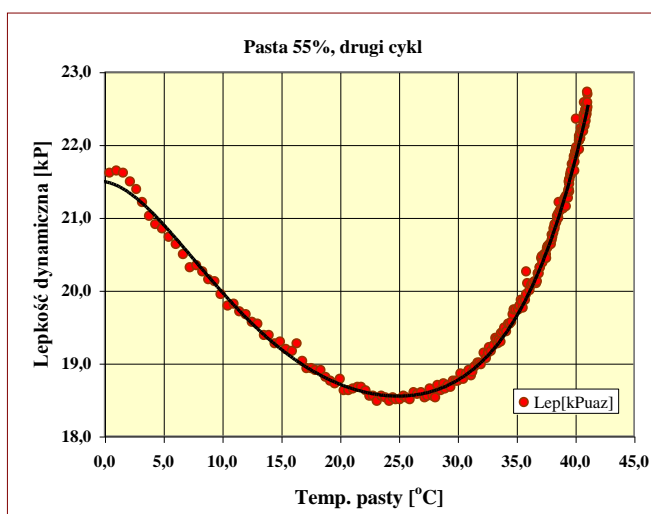


Rys. 6. Wpływ temperatury i czasu odstawiania na względną lepkość 20% suspensji bentonitowej wyznaczoną metodą przeplywową.

### 2.3.3 Pomiary lepkości dynamicznej metodą ultradźwiękową

Dla suspensji mocnych, które praktycznie są gliniastymi pastami, istnieją podstawy teoretyczne do badań lepkości z użyciem techniki ultradźwiękowej. Nie są to jednak badania rutynowe. Wcześniej takich badań nie prowadzono. Znana jest natomiast metoda ultradźwiękowa, w której wykorzystuje się fale ścinające (poprzecznych) dla określania lepkości płynów lepko-sprężystych, stabilnych reologicznie [6].

Opracowano nową, ultradźwiękową metodę badań lepkości dynamicznej past, w tym past utworzonych przez układy wodno – glinowe [7,8,9], opartą na pomiarze prędkości fali podłużnej. Stosując opisaną metodę wyznaczono wpływ temperatury na lepkość dynamiczną pasty bentonitowej pozostającej podczas pomiaru w stanie „bez mieszania”. Technika ultradźwiękowa pozwala na prowadzenie badań lepkości dynamicznej bez ścinania i przepływu ośrodka, którego lepkość jest wyznaczana. Daje to nowe możliwości badań lepkości układów tiksotropowych, do których należą układy wodno-glinowe. Rysunek 7 przedstawia wyniki badań wpływu temperatury na lepkość pasty bentonitowej o stężeniu 55%. Pasta osiąga minimalną lepkość przy temperaturze  $T \cong 25^{\circ}\text{C}$ . Podobnie jak i przy niższych stężeniach, układ wodno-glinowy osiąga minimum lepkości dynamicznej przy temperaturze w zakresie  $20 - 30^{\circ}\text{C}$ . Zarówno poniżej tego zakresu jak i powyżej lepkość dynamiczna jest wyraźnie wyższa.



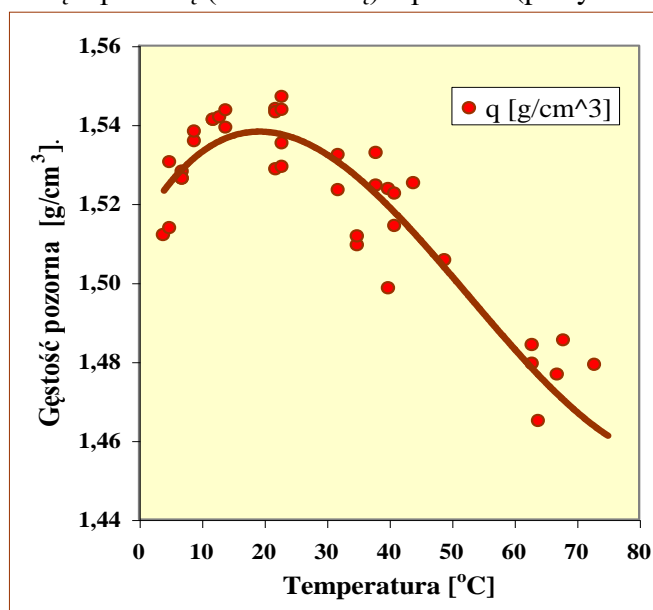
Rys. 7. Wpływ temperatury na lepkości dynamiczną pasty bentonitowej (55%) – badania metodą ultradźwiękową.

## 3. Wpływ temperatury na właściwości technologiczne wilgotnych mas bentonitowych

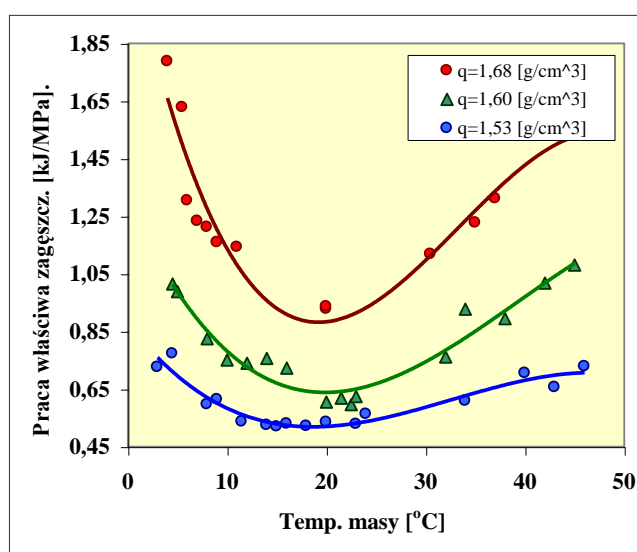
### 3.1 Wpływ temperatury masy na zagęszczalność masy

Na rysunku 8 pokazano wyniki badań wpływ temperatury na gęstość pozorną masy bentonitowej, osiąganą przy stałej energii zagęszczania (3-krotne uderzenie znormalizowanego ubijaka). Pomimo użycia stosunkowo dużej energii zagęszczania nie można było uzyskać jednakowego zagęszczenia masy posiadającej różną temperaturę z zakresu  $5-75^{\circ}\text{C}$ . Przy „optymalnej” temperaturze, oscylującej wokół  $25^{\circ}\text{C}$ , uzyskano największą gęstość pozorną masy ( $\sim 1,54 \text{ g/cm}^3$ ). Zarówno obniżenie temperatury jak i jej podwyższenie powoduje trudności z zagęszczeniem jej do wartości uzyskiwanej przy „optymalnej” temperaturze. Opory zagęszczania schłodzonej lub nagrzanej masy są wyraźnie

większe, co skutkuje trudnościami w uzyskiwaniu dobrego zagęszczenia masy. Opory te związane są ze zwiększoną lepkością (strukturalną) lepiszcza (pasty bentonitowej).



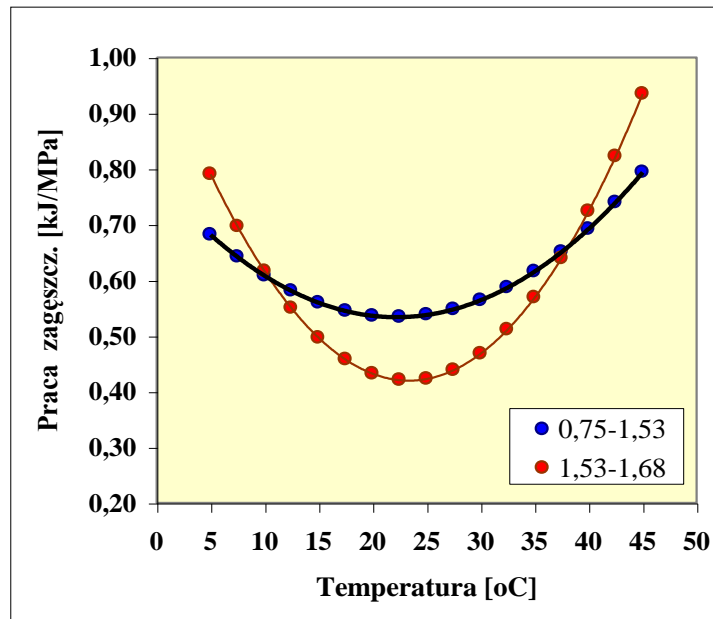
Rys. 8. Wpływ temperatury na gęstość pozorną masy ( $W = 4,0\%$ ) uzyskaną przy użyciu stałej energii zagęszczania (3 – krotne uderzenie ubijaka).



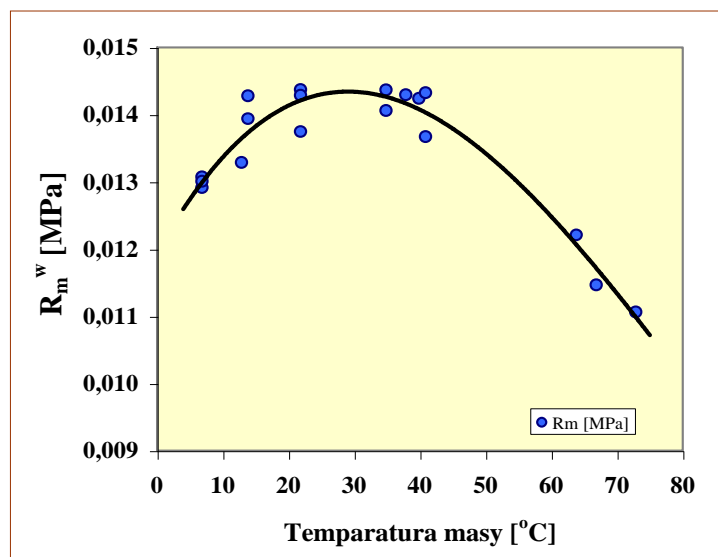
Rys. 9. Wpływ temperatury masy ( $W=3,9\%$ ) na wartość pracy właściwej jej zagęszczania do wartości gęstości pozornej:  $\rho_o = 1,53$ ;  $\rho_o = 1,60$  i  $\rho_o = 1,68$  [g/cm³].

Jedną z miar zagęszczalności masy może być wartość energii, którą należy zużyć, dla zwiększenia stopnia zagęszczenia masy o jednostkową wartość zwana pracą właściwą zagęszczania ( $dE/d\rho_o$ ), lub ilość energii potrzebnej do jednostkowego zwiększenia wytrzymałości masy ( $dE/dR_m$ ). Na rysunku 9 pokazano wpływ temperatury na wartość pracy właściwej zagęszczania wyznaczony dla masy o wilgotności 3,9%. Wpływ temperatury nie jest zbyt duży w początkowej fazie zagęszczania masy, np. do osiągnięcia gęstości  $\rho_o = 1,53$ g/cm³. Wpływ ten nasila się i wyraźnie uwidacznia przy dążeniu do osiągnięcia wysokiego stopnia zagęszczenia (np.  $\rho_o = 1,68$ g/cm³). Proces „dochodzenia” do uzyskania do uzyskania wybranej gęstości pozornej można rozpatrywać etapowo, dzieląc go np. na dwa

etapy. Przykład takiego, podejścia z punktu widzenia pracy właściwej zagęszczania, zaprezentowano na rysunku 10. Proces zagęszczania podzielono na etap zagęszczania do  $\rho_0 = 1,53\text{g/cm}^3$  i etap dalszego zagęszczania od  $1,53\text{g/cm}^3$  do  $1,68\text{g/cm}^3$ . Wahania temperatury masy, szczególnie jej podwyższenia, utrudniają dogęszczania masy w górnym zakresie wartości  $\rho_0$ . Ogólnie można stwierdzić, iż wpływ temperatura masy na jej zagęszczalność nasila się wtedy, gdy dąży się do uzyskania wysokiego stopnia zagęszczenia. Druga faza zagęszczania obejmuje (umownie) głównie proces formowania się mostków łączących ziarna. Jest to okres plastycznych odkształceń pasty bentonitowej. W tym drugim etapie zagęszczania ważną rolę odgrywa lepkość dynamiczna pasty, oraz jej granica plastyczności. Im wyższe wartości tych parametrów (właściwości) tym trudniej zbudować połączenie ziarn.



Rys. 10. Wpływ temp. masy na pracę właściwą zagęszczania w zakresach gęstości: 1- od nasypowej ( $\rho_0 = 0,75$ ) do  $\rho_0 = 1,53$ ; 2- od  $\rho_0 = 1,53$  do  $\rho_0 = 1,68\text{g/cm}^3$ . (Przebiegi wyznaczone o równania regresji z opracowania wyników pomiarów pokazanych na rysunku 9).



Rys. 11. Wpływ temperatury wilgotnej masy z bentonitem na wytrzymałość na ściskania  $R_c^w$ . Próbkki wykonane przez trzykrotne uderzenie ubijaka,  $W = 4,0\%$ .



### 3.1 Wpływ temperatury masy na wytrzymałość

Próbki do badań wytrzymałości w wybranym zakresie zmian temperatury wykonywano masy z wstępnie nagrzanej lub schłodzonej do temperatury pomiaru. Próbki  $\varnothing 50 \times 50 \text{ mm}$  wykonywano przez trzykrotne uderzenie znormalizowanym ubijakiem. Następnie wykonywano pomiar wytrzymałości  $R_c^w$ , wyniki pomiarów zamieszczono na rysunku 11. Zmiany wytrzymałości wynikają z różnych stopni zagęszczenia masy, uzyskiwanych przy zastosowaniu tej samej energii zagęszczania (patrz rys.8). Wyższa lepkość pasty wodno-glinowej utrudnia budowanie dobrze wykształconych mostków spoiwa, co stanowi główny powód mniejszej wytrzymałości masy.

## 4. POSUMOWANIE

Lepiszczce bentonitowe stanowiące materiał wiążący wilgotnych mas formierskich tworzy z wodą tiksotropowe układy, reologicznie niestabilne. Lepkość dynamiczna (strukturalna) tych układów, niezależnie od stężenia, jest funkcją ich temperatury. Układy wodno-glinowe osiągają minimalną lepkość w temperaturze  $\sim 25^\circ\text{C}$ . Obniżenie lepkości materiału wiążącego poprawia zagęszczalność masy, pozwala uzyskać wyższe zagęszczenia masy przy użyciu tej samej energii zagęszczania.

W świetle uzyskanych wyników badań można uznać, że wilgotne masy formierskie mają najlepsze właściwości technologiczne wtedy, gdy ich temperatury osiąga **wartość  $T \sim 25^\circ\text{C}$** . **Taką temperaturę mas wilgotnych można uznać za optymalną**, przy jej utrzymaniu przygotowanie mas (mieszanie) będzie wykonywane przy zużyciu najmniejszej ilości energii. Podobnie proces zagęszczania masy posiadającej optymalną temperaturę w formie będzie wymagał również zużycia mniejszej ilości energii niż wtedy, gdy ta temperatura jest wyższa lub niższa.

### Literatura:

1. LEWANDOWSKI J.L.: „Wpływ pola styku ziarn na wytrzymałość syntetycznych mas formierskich w stanie wilgotnym oraz anizotropia właściwości wytrzymałościowych”. Zeszyty Naukowe AGH, Rozprawy, 1063, nr 18.
2. LEWANDOWSKI J. L.: Tworzywa na formy odlewnicze, Wyd. Akapit, Kraków 1997.
3. KEMBŁOWSKI Z.: „Reometria płynów nienewtonowskich”. WNT. W-wa (1973).
4. MALKIN A. JU.: „Rheology Fundamentals” ChemTec Publishing, Canada (1994).
5. HOWARD A. BARNES: „Thixotropy-a review”, J. Non-Newt. Mech., 70 (1997) s.1-33.
6. ŚLIWIŃSKI .A.: ”Ultradźwięki i ich zastosowanie”. WNT, Warszawa (2001).
7. ZYCH J.: „Thixotropie von Bentonitpasten und Nassformsanden – Ultraschalluntersuchungen”, Giessereiforschung. 2005. Nr 3 s. 42-47.
8. ZYCH J.: ”Synteza zastosowań techniki ultradźwiękowej w analizie kinetyki wybranych procesów zachodzących w tworzywach formierskich”; AGH Kraków (2007), Rozprawy Monografie 163, ISSN 0867-6631.
9. ZYCH J.: “The optimum temperature of bentonite moulding sands in relation to the rheological properties of water-clay systems” Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava. Řada hutnická = Transactions of the VSB – Technical University of Ostrava. Metallurgical Series; ISSN 0474-8484. — 2009 R. 52 č. 2 s. 363–370.

*Badania wykonane w ramach pracy Nr 10.10.170. 346*