



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 30.12.77 (P. 203622)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 16.07.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1982

Int. Cl.² G01N 15 08

Twórcy wynalazku: Mieczysław Rękas, Andrzej Sadowski

Uprawniony z patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Kraków (Polska)

Środek do oznaczania porowatości materiałów ceramicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do oznaczania porowatości materiałów ceramicznych, zwłaszcza wyrobów wapiennych i dolomitowych.

Sposób określania porowatości materiałów ceramicznych metodą przepływu elektrolitu przez pory materiału został opisany w pracy N.F. Astbury, V.J. Owen (X International Ceramic Congress Transactions Stockholm 1966, 547). W podanej pracy stosowano 0,1 mclowy roztwór wodny siarczuanu potasowego. Określono wielkość oraz rozkład porów w ceglach budowlanych mullitowych oraz w kafłach ściennych.

Opisany roztwór nie nadaje się do stosowania w wyrobach podatnych na działanie wody jak np. wyroby wapienne lub dolomitowe, gdyż następuje reakcja pomiędzy wodą a tlenkami wyjściowymi pozostającymi w badanym materiale. W konsekwencji jest rzeczą niemożliwą uzyskanie wiarygodnych i powtarzalnych wyników.

Celem wynalazku jest opracowanie środka nie wchodzącego w reakcje z tlenkami pozostałymi w badanym materiale.

Istota wynalazku polega na tym, że środek stanowi mieszaninę 0,5 — 1,5 n chlorku litu lub nadchloranu litu w dwumetylofermamidzie, względnie mieszaninę 0,5 — 1,5 n nadchloranu litu w czterobutyrolaktanie.

Dzięki zastosowaniu środka, według wynalazku, uzyskuje się powtarzalne wyniki porowatości materiałów ceramicznych. Ponadto możliwy jest po-

2

miar porowatości materiałów podatnych na działanie wody jak np. wyroby wapienne lub dolomitowe.

Oznaczanie porowatości prowadzi się przez pomiar kinetyki adsorpcji kapilarnej oraz szybkości przepływu roztworu elektrolitu przez próbkę badanego materiału. Do oznaczania porowatości materiałów ceramicznych wykorzystuje się urządzenie do oznaczania porowatości według wzoru użytkowego W-58 771. Zasada pomiaru jest następująca: roztwór elektrolitu przepuszcza się przez materiał ceramiczny umieszczony między elektrodami i mierzy zmiany natężenia prądu przepływającego przez układ pomiarowy w funkcji czasu. Następnie bada się szybkość przepływu elektrolitu pod wpływem przyłożonego nadciśnienia.

Zestaw równań z pracy Astbury'ego i Owen'a pozwala na wyliczenie: porowatości całkowitej, najmniejszego i największego promienia porów, rozkładu porów względem promienia, stosunek największego do najmniejszego promienia w danym porze, powierzchnię porów oraz współczynnik krętości osiowej porów. Chlorek litu oraz nadchloran litu wykazują w zastosowanych rozpuszczalnikach duże przewodnictwo elektryczne. Rozpuszczalniki pozostają obojętne w stosunku do badanego materiału i charakteryzują się odpowiednim dla badanego materiału wartościami współczynnika lepkości oraz napięcia powierzchniowego.

Przykład I. Spiek tlenku wapnia w kształcie walca o wymiarach $\phi = 35$ mm, $h = 30$ mm umieszcza się pomiędzy elektrodami przyrządu i przepuszcza przez niego jednomolowy roztwór chlorku litu w dwumetyloformamidzie. Mierzy się natężenie prądu w funkcji czasu. W czasie 1500 s zmiany natężenia prądu wynosiły od 0 do 0,31 mA. Szybkość przepływu elektrolitu pod nadciśnieniem $2 \cdot 10^4$ Pa wynosiła 10 cm³/min.

W oparciu o uzyskane wyniki pomiarów wyliczono:

najmniejszy promień porów (μm)	— 1,45
największy promień porów (μm)	— 24,7
porowatość całkowita (%)	— 35,7
powierzchnię właściwą porów (cm ² /g)	— 59
współczynnik krętości osiowej	— 7,1

Przykład II. Próbkę z przykładu I bada się jednomolowym roztworem nadchloranu litu w analogicznych warunkach jak w wyżej wymienionym przykładzie. Uzyskano powtórzenie wyników.

Przykład III. Spiek tlenku magnezu w kształcie walca o wymiarach $\phi = 35$ mm, $h = 30$ mm umieszcza się pomiędzy elektrodami przyrządu i przepuszcza przez niego jednomolowy roztwór nadchloranu litu w czterobutyrolaktanie. Mierzy się natężenie prądu w funkcji czasu. W czasie 1250 s zmiany natężenia prądu wynosiły od 0 do 33 mA. Szybkość przepływu elektrolitu pod nadciśnieniem $2 \cdot 10^4$ Pa wynosiła 9 cm³/min.

W oparciu o uzyskane wyniki pomiarów wyliczono:

najmniejszy promień porów (μm)	— 1,30
największy promień porów (μm)	— 19,6
porowatość całkowita (%)	— 29,3
powierzchnia właściwa porów (cm ² /g)	— 64,6
współczynnik krętości osiowej	— 4,2

Przykład IV. Próbkę z przykładu III bada się znanym 0,1 molowym roztworem wodnym siarczanu potasowego. Nie uzyskano zależności czasowej natężenia prądu z powodu małej lepkości roztworu. Natężenie końcowe wynosi 1,30 mA. Szybkość przepływu wynosiła 95 cm³/min. Próbkę częściowo rozpuszcza się w roztworze. Uzyskane wyniki pozwalają wyznaczyć tylko: porowatość całkowitą, powierzchnię właściwą i współczynnik krętości osiowej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek do oznaczenia porowatości materiałów ceramicznych zawierających związek nieorganiczny, **znamienny tym**, że stanowi go mieszanina 0,5 — 1,5 molowa chlorku litu w dwumetyloformamidzie.

2. Środek do oznaczania porowatości materiałów ceramicznych zawierających związek nieorganiczny, **znamienny tym**, że stanowi go mieszanina 0,5 — 1,5 molowa nadchloranu litu w dwumetyloformamidzie.

3. Środek do oznaczania porowatości materiałów ceramicznych zawierających związek nieorganiczny, **znamienny tym**, że stanowi go mieszanina 0,5 — 1,5 molowa nadchloranu litu w czterobutyrolaktanie.