

## ОБ ИЗМЕРЕНИИ ВЯЗКОСТИ СЛАНЦЕЗОЛЬНЫХ РАСПЛАВОВ

М. А. КИЙЛЕР

Для определения вязкости силикатных расплавов могут быть применены различные методы. Так, например, без предварительной градуировки прибора абсолютную величину вязкости расплава можно определять методом падающего шарика (методом Стокса). Но для выполнения исследования этим методом требуется весьма сложная аппаратура. Приборы с концентрическими цилиндрами приспособлены для определения либо очень малых (меньше 50 пуаз), либо сравнительно высоких вязкостей. В связи с этим для изучения сланцезольных расплавов, вязкость которых может меняться от 5—10 до нескольких сотен пуаз, они непригодны. Наиболее подходящим для этой цели можно считать прибор с вращающимся шариком конструкции И. В. Гребенщикова, имеющий широкий интервал определяемых вязкостей (от  $10^{-1}$  до  $10^5$  пуаз).

Ввиду отсутствия такого прибора в Академии наук Эстонской ССР нам пришлось изготовить собственными силами более простую установку: вискозиметр с уравновешенным шариком, подобный тому, которым пользовались в своих работах Л. Шартсис и С. Спиннер [2].

Метод уравновешенного шарика является видоизмененным методом Стокса. Вследствие того, что шарик подвешен на проволоке к одному плечу коромысла весов, он движется в расплаве не свободно, а задержанно. Скорость движения шарика зависит от вязкости среды и от величины дополнительной нагрузки, поставленной на чашку весов после уравновешивания последних. Достоинством данного метода по сравнению с методом Стокса является то, что здесь о движении шарика можно судить по перемещению стрелки весов на шкале; недостатком метода — то, что прибор требует градуировки.

Для градуировки вискозиметра был применен раствор канифоли (67%) в трансформаторном масле (33%). Абсолютная вязкость жидкости определялась методом падающего шарика при помощи универсального вискозиметра Гепплера. Для выдерживания постоянной температуры жидкости в течение опыта был применен ультратермостат. Зависимость плотности жидкости от температуры определялась пикнометрическим способом. В дальнейшем этот раствор с установленной вязкостью служил для градуирования вискозиметра (рис. 1).

Платиновый тигель высотой 50 мм и средним диаметром 40 мм, предназначенный для плавления сланцевой золы, был заполнен канифольным раствором в количестве около 35 см<sup>3</sup> и помещен в ультратермостат. Затем в раствор был опущен платиновый шарик 2 диаметром 17,5 мм, подвешенный при помощи платиновой проволоки к левой чашке обычно-

венных аналитических весов 1. Тигель 3 устанавливался таким образом, чтобы шарик находился в центре тигля на 10 мм ниже поверхности жидкости.

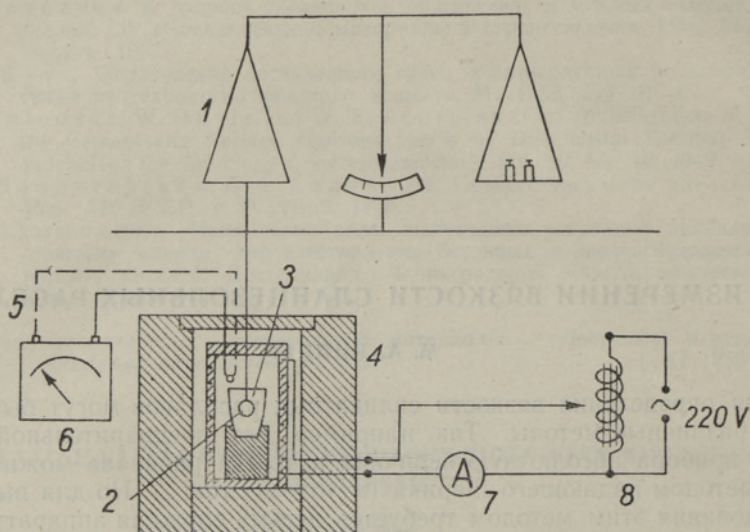


Рис. 1. Схема установки для определения вязкости методом уравновешенного шарика: 1 — аналитические весы; 2 — шарик; 3 — тигель; 4 — печь; 5 — терморезистор; 6 — милливольтметр; 7 — амперметр; 8 — автотрансформатор.

Для полной гомогенизации жидкость, в зависимости от ее вязкости, выдерживалась при постоянной температуре от 5 до 30 минут. Затем, после уравнивания весов, приступали к определению вязкости раствора по скорости движения шарика в нем. Для этого на левую и правую чашку весов поочередно ставили определенную нагрузку. Под действием последней шарик перемещался в расплаве в вертикальном направлении соответственно вниз и вверх.

При постоянной температуре, т. е. при определенной вязкости жидкости, скорость движения шарика в ней зависит только от величины добавочной нагрузки  $G$ . Так как движению шарика в жидкости соответствует определенное перемещение стрелки весов по шкале, то фактически в ходе опытов определялось время, необходимое стрелке для прохождения 10 делений шкалы (по 5 делений в обе стороны от нулевой точки).

Движение стрелки на нашем приборе носило замедленный характер. Достичь в диапазоне указанных 10 делений постоянной скорости движения, которую получили авторы работы [2], нам не удалось. Причиной этого являлось, в первую очередь, наличие у шарика довольно толстого стержня\*, т. е. платиновой трубочки с наружным диаметром 4,5 мм.

Вследствие того, что в жидкости вместе с шариком опускается и поднимается и стержень, действительный вес последнего является непостоянным, вызывая появление добавочной нагрузки  $\pm \Delta G$ , действующей на шарик так же, как и нагрузка  $G$ . Простое рассуждение показывает, что независимо от того, в каком направлении движется шарик, нагрузка, действующая на него, в начале пути всегда имеет величину  $G + \Delta G$ , а в конце пути  $G - \Delta G$ . В промежуточных положениях шарика нагрузка

\* Из-за отсутствия специального шарика был применен шарик, предназначенный для проведения опытов по другому методу.

имеет соответственно и промежуточную величину. Очевидно, что подобное изменение величины нагрузки должно привести к убывающей скорости движения шарика.

Кроме того, большое влияние на скорость движения шарика, особенно в вязких средах, оказывает, по-видимому, и захватывание стержнем некоторого количества жидкости, которое действует в том же направлении, что и добавочная нагрузка  $\Delta G$ . Поэтому замедляющееся движение шарика следует считать в данном случае вполне закономерным явлением.

Так как для измерения скорости движения стрелки должен быть выбран такой участок пути, на котором шарик двигался бы с постоянной скоростью или, по крайней мере, равномерно замедленно, то первоначальное положение шарика, а следовательно и стрелки, должно быть вне области измерения. Поэтому в начале каждого измерения весы выводились из равновесного положения, благодаря чему расплав, захваченный стержнем, получал возможность полностью стечь. Для достижения лучшей воспроизводимости опытов весы выдерживались в таком положении всегда одинаковое время.

В общем, методика измерений, примененная нами, мало отличается от методики, использованной в работе [2]. Имеющиеся расхождения были вызваны наличием в нашей установке шарика, прикрепленного к толстому стержню.

Что касается теории данного метода, то установлено, что при постоянной температуре, т. е. при постоянной вязкости жидкости, скорость движения шарика или стрелки  $v$  прямо пропорциональна величине действующей на шарик нагрузки  $G$ :

$$v = \frac{1}{S} \cdot G, \text{ где } S — \text{ постоянная.}$$

На графике  $G-v$  эта зависимость выражается в виде прямой, проходящей через начало координат (рис. 2), причем  $S$  представляет собой угловой коэффициент прямой

$$S = \frac{G}{v}.$$

Очевидно, чем больше вязкость среды, тем большей должна быть и величина нагрузки, требующейся для сообщения стрелке или шарiku одинаковой скорости движения. Следовательно, чем больше вязкость среды, тем больше и угловой коэффициент прямой  $G-v$ . Целью градуировки прибора и является установление зависимости, существующей между вязкостью среды  $\eta$  и угловым коэффициентом прямых  $G-v$ .

Для выяснения указанной зависимости был проведен целый ряд опытов при различных температурах, причем измерялось время прохождения стрелкой определенного количества делений шкалы под действием нагрузки различной величины. Для определения скорости движения стрелки  $v$  (в делениях в секунду) вычислялось среднее время движения стрелки как слева направо (шарик опускается), так и справа налево (шарик поднимается). На основе графика «нагрузка — скорость движения стрелки» (рис. 2) вычислялись угловые коэффициенты  $S$  прямых  $G-v$  для каждой температуры жидкости (табл. 2).

Примененный нами метод расчета  $S$  по средней скорости движения стрелки является более удобным и быстрым по сравнению с методом Л. Шартсиса и С. Спиннера [2], которые вычисляли величины  $S$  отдельно для случая опускания ( $S_1$ ) и поднятия ( $S_2$ ) шарика и в дальнейших расчетах применяли величину  $S = \frac{S_1 + S_2}{2}$ . Кроме того, в наших опытах

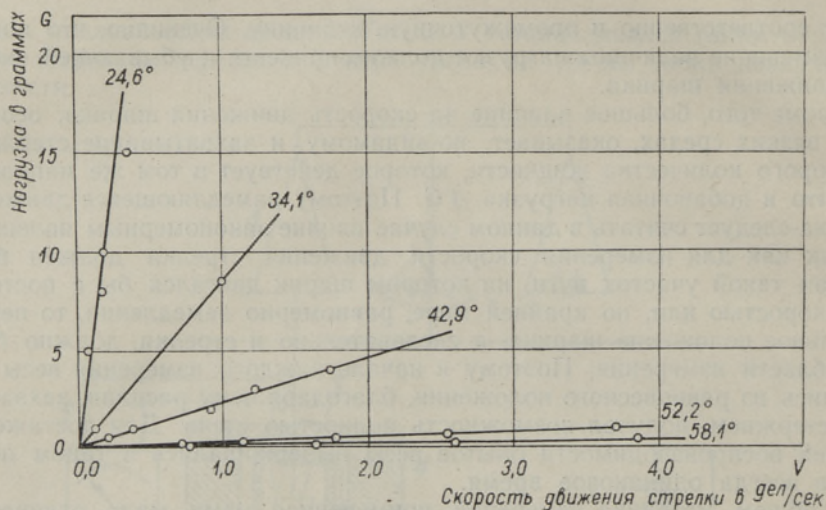


Рис. 2. Зависимость между величиной нагрузки  $G$  и скоростью движения стрелки  $v$  для градуировочного раствора при различных температурах.

зависимость между угловым коэффициентом и вязкостью раствора в координатах  $\lg \eta - (10 + \lg S)$  выражалась не прямой, как в указанной работе, а кривой линией. Для получения прямолинейной зависимости между  $\eta$  и  $S$  градуировочная кривая была представлена нами в координатах  $\lg \eta - \sqrt[6]{S}$  (рис. 3).

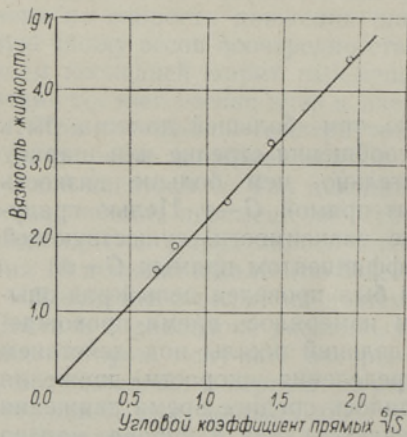


Рис. 3. Градуировочная кривая вискозиметра.

с силикатным расплавом сульфаты удалялись по мере охлаждения тигля. Плавление шихт осуществлялось при температурах 1250—1350° С.

Определение вязкости проводилось в специально изготовленной трубчатой печи с платинородиевой нагревательной спиралью. Для измерения температуры служила Pt—PtRh термopара.

После нагревания расплава до 1300—1350° в него погружался шарик.

Определение вязкости сланцевых расплавов производилось согласно вышеописанной методике. Были исследованы расплавы (табл. 1), полученные при плавлении сланцевой золы с добавкой золы диктионемового сланца. Составы расплавленных смесей вычислялись исходя из химического состава исходных компонентов шихты (табл. 1). При расчете было учтено то обстоятельство, что при плавлении шихт происходит расслоение расплава, причем большая часть  $SO_3$  и щелочей, а также часть  $CaO$ , имеющихся в золе, входят не в состав силикатного расплава, а образуют отдельную сульфатную фазу, состоящую из  $CaSO_4$ ,  $K_2SO_4$  и небольшого количества  $Na_2SO_4$ . Не смешивающиеся

Таблица 1

## Химический состав исследованных расплавов

Окислы	Зола сланца-кукерсита 100% К*	Зола диктионемового сланца 100% Д*	Расплав 1 100% К*	Расплав 2 90% К+10% Д	Расплав 3 80% К+20% Д	Расплав 4 70% К+30% Д
SiO <sub>2</sub>	28,50	60,56	36,96	39,4	42,0	44,4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,57	17,46	10,17	10,7	11,5	12,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,27	9,74	6,93	7,1	7,4	7,8
CaO	33,74	1,24	41,99	37,9	33,8	29,7
MgO	2,62	1,39	3,31	3,2	2,9	2,7
Na <sub>2</sub> O	0,34	0,23	0,88	1,7	2,4	3,1
K <sub>2</sub> O	2,96	8,04				
SO <sub>3</sub>	7,00	0,82	0,24	—	—	—
CO <sub>2</sub>	9,70	0,00	—	—	—	—
	97,70	99,48	100,48	100,0	100,0	100,0

\* Анализы выполнены сотрудником ИССМ Л. Н. Тамм

Опускание его в расплав (тигель не имел поднимающейся подставки) представляло собой исключительно тонкую операцию, так как при малейшем колебании шарика во время его опускания происходило соприкосновение со стенками тигля, что влекло за собой моментальное прилипание шарика к тиглю. Ввиду того, что при высоких температурах оказалось крайне затруднительным отделение шарика, прилипшего к тиглю, приходилось иногда заново повторять опыт. Термопара устанавливалась в печи на расстоянии 1 см от поверхности жидкости.

Так как в процессе нагревания из расплава выделяется газообразный SO<sub>2</sub>, ведущий к сильному увеличению объема расплавленной массы, повышение температуры в печи должно быть очень медленным, особенно в случае более вязких расплавов. В ходе работы было установлено, например, что нагревание расплава 4 со скоростью большей, чем 1° в минуту, ведет к бурному вспениванию его.

Результаты определения вязкости сланцезольных расплавов приведены в табл. 2. Зависимость вязкости расплавов от температуры изображена графически на рис 4.

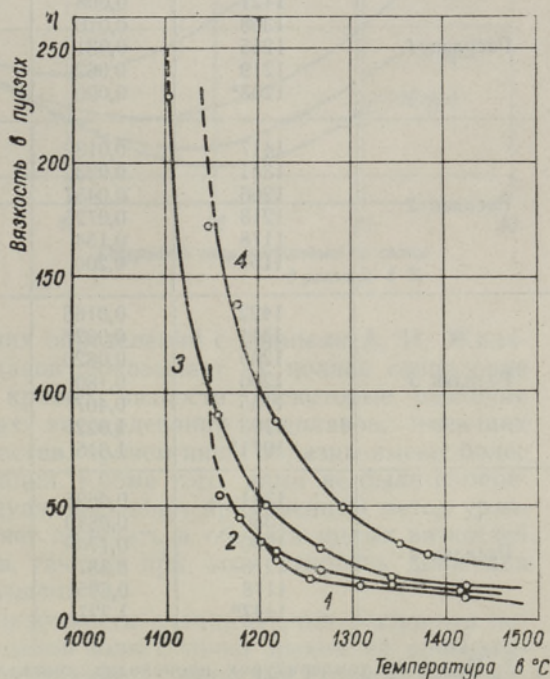


Рис. 4. Вязкость сланцезольных расплавов в зависимости от температуры: 1 — 100% сланцевой золы + 0% золы диктионемового сланца; 2 — 90% сланцевой золы + 10% золы диктионемового сланца; 3 — 80% сланцевой золы + 20% золы диктионемового сланца; 4 — 70% сланцевой золы + 30% золы диктионемового сланца

Как видно из этого графика, экспериментальные точки весьма хорошо располагаются на кривых, что свидетельствует о полной применимости данного метода для определения вязкости расплавов, по крайней мере в интервале от 10 до 300 пуаз.

Результаты определений показывают, что расплав 1, полученный при плавлении сланцевой золы, имеет при высоких температурах (выше 1250°) весьма низкую (10—25 пуаз) вязкость, мало изменяющуюся с температурой. При охлаждении расплава до 1200° происходит внезапно резкое увеличение вязкости, вызванное интенсивной кристаллизацией расплава.

Таблица 2  
Определение вязкости методом уравновешенного шарика

Жидкость	Температура Т°С	Угловой коэффициент прямых $G - v$		Вязкость	
		S	$\frac{6}{\sqrt{S}}$	lg $\eta$	$\eta$ пуаз
Градуировочный раствор	58,1	0,097	0,678	1,58	38
	52,2	0,259	0,798	1,90	79
	42,9	2,21	1,141	2,51	324
	34,1	8,60	1,432	3,29	1950
	24,6	53,96	1,944	4,45	27 900
Расплав 1	1421	0,008	0,447	1,02	10,5
	1308	0,016	0,502	1,18	15,0
	1255	0,031	0,560	1,28	19,1
	1219	0,062	0,628	1,44	27,2
	1203*	0,090	0,670	1,53	33,5
Расплав 2	1417	0,0139	0,490	1,12	13,2
	1341	0,0232	0,534	1,22	16,6
	1266	0,0457	0,598	1,36	22,9
	1218	0,0725	0,646	1,47	29,5
	1178	0,154	0,732	1,66	45,7
1157*	0,200	0,765	1,74	54,3	
Расплав 3	1422	0,0166	0,505	1,21	16,2
	1341	0,0327	0,566	1,29	19,5
	1265	0,0820	0,659	1,50	31,6
	1206	0,180	0,751	1,71	50,7
	1155	0,407	0,861	1,96	90,2
	1103	1,022	1,038	2,36	229
1071*	1,615	1,083	2,64	437	
Расплав 4	1381	0,0695	0,641	1,46	28,8
	1350	0,0889	0,668	1,52	33,1
	1290	0,1709	0,745	1,69	49,0
	1218	0,387	0,854	1,94	87,1
	1178	0,695	0,941	2,14	138
	1147*	1,227	1,035	2,35	172

\* При этих температурах происходит кристаллизация расплава, в связи с чем значения вязкости имеют только условный характер.

Добавление к сланцевой золе золы диктионемового сланца приводит к некоторому увеличению вязкости расплава (расплавы 2, 3 и 4), причем кривая вязкости становится более пологой. Влияние добавки золы диктионемового сланца на вязкостные свойства расплавов изображено на рис. 5. Из рассмотрения этих данных следует, что для доведения расплава до вязкости 10 пуаз требуется наиболее низкая температура в случае чистого сланцезольного расплава. Но вязкости порядка несколь-

ких сотен пуаз можно получить даже при температурах около  $1100^{\circ}$  для расплавов, содержащих около 20% золы диктионемового сланца.

В ходе работы было установлено, что благодаря невысокой вязкости сланцезольные расплавы сравнительно хорошо кристаллизуются, причем кристаллизационная способность более кислых расплавов оказывается меньшей.

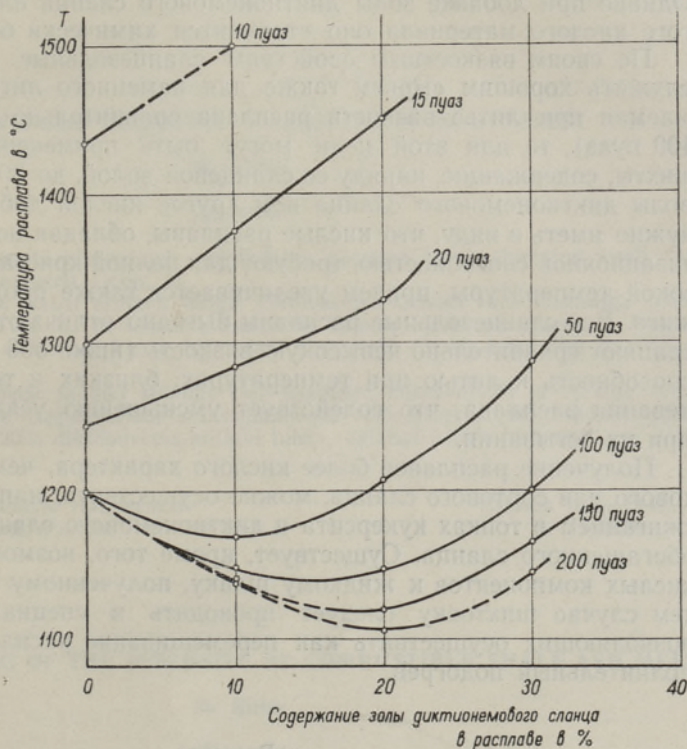


Рис. 5.

Влияние добавки золы диктионемового сланца на вязкость сланцезольных расплавов.

Сравнение результатов наших определений с данными А. И. Жилина<sup>[1]</sup> для сланцезольных расплавов показывает их полное совпадение в отношении общего характера кривых вязкости. Некоторые различия обнаруживаются в температурах затвердевания расплавов, имеющих почти одинаковый химический состав, причем наши образцы имеют более низкие температуры кристаллизации. Кроме того, нами не были измерены значения вязкости менее 10 пуаз, поскольку примененный метод уравновешенного шарика не позволяет получать в области малых вязкостей вполне достоверных результатов, так как при этом скорость движения шарика становится слишком большой\*.

Имеющиеся у нас данные по вязкости сланцезольных расплавов позволяют произвести оценку сланцевой золы с точки зрения ее пригодности для переработки в жидком состоянии в различные строительные материалы.

Сланцезольные расплавы, имеющие невысокую вязкость, являются приемлемым сырьем для производства шлаковой ваты<sup>[1]</sup>. Наиболее пригоден для этих целей сланцезольный расплав 1. Требованиям, предъявляемым соответствующей технологией (вязкость расплава 4—30 пуаз при  $1350$ — $1400^{\circ}$ ), отвечают также и более кислые шихты, содержащие

\* В расплаве возникают турбулентные потоки.

до 20% золы диктионемового сланца. Последнее обстоятельство имеет значение в том случае, когда шлаковой вате предъявляют определенные требования в отношении ее химической стойкости, например при использовании ее в контакте с вяжущими веществами. Сланцезольное стекло, полученное при быстром охлаждении расплава 1, химически малостойко: оно интенсивно реагирует со щелочами и легко растворяется в кислотах. Однако при добавке золы диктионемового сланца или какого-либо другого кислого материала оно становится химически более стойким.

По своим вязкостным свойствам сланцезольные расплавы должны служить хорошим сырьем также для каменного литья. Так как допускаемая при литье вязкость расплава сравнительно велика (от 100 до 400 пуаз), то для этой цели могут быть применены и более кислые шихты, содержащие, наряду со сланцевой золой, до 30 и более процентов золы диктионемового сланца или другой кислой добавки. Но при этом нужно иметь в виду, что кислые расплавы, обладающие пониженной кристаллизационной способностью, требуют для полной кристаллизации более высокой температуры, причем увеличивается также продолжительность отжига. Все сланцезольные расплавы выгодно отличаются тем, что они сохраняют сравнительно невысокую вязкость (ниже 300 пуаз) и тем самым способность к литью при температурах, близких к температуре затвердевания расплава, что содействует уменьшению усадки литых изделий при их остывании.

Получение расплавов более кислого характера, чем расплав золы рядового или сортового сланца, можно осуществить, например, совместным сжиганием в топках кукуерсита и диктионемового сланца или сжиганием обогащенного сланца. Существует, кроме того, возможность добавления кислых компонентов к жидкому шлаку, полученному в топке. В последнем случае шихтовку следует проводить в специальных смесителях, позволяющих осуществить как перемешивание расплава, так и его дополнительный подогрев.

### Выводы

1. Для определения вязкости сланцезольных расплавов может быть с успехом применен метод уравновешенного шарика.
2. Расплав, полученный при плавлении золы горючего сланца, обладает при температурах выше 1250° невысокой вязкостью (25—10 пуаз).
3. Добавка к сланцевой золе золы диктионемового сланца приводит к увеличению абсолютной вязкости расплава, причем кривая изменения вязкости в зависимости от температуры становится более пологой.
4. Сланцевая зола может явиться исходным материалом для производства как шлаковой ваты, так и литых каменных изделий. Для получения химически более стойкой продукции могут быть применены шихты с добавкой диктионемового сланца в количестве до 20% (для шлаковой ваты) и более (для каменного литья).
5. Невысокая вязкость сланцезольных расплавов способствует процессу их кристаллизации.

Настоящая работа выполнена под руководством доктора геолого-минералогических наук Н. Л. Дилакторского, которому автор выражает свою искреннюю благодарность.



## ЛИТЕРАТУРА

1. А. И. Жилин, Минеральная вата, 1953 г.
2. L. Shartsis and S. Spinner, Viscosity and Density of Molten Optical Glasses, Journ. Res. Nat. Bur. Stand., Vol. 46, No. 3, 1951.

Институт строительства и строительных материалов  
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию  
2 XI 1956

## PÕLEVKIVITUHA SULAMITE VISKOOSUSE MÕOTMISEST

M. Kiiler

Resümees

Põlevkivituha sulamite viskoossuse mõõtmiseks kasutati tasakaalustatud kuuli meetodil põhinevat viskosimeetrit (joon. 1).

Uuritavad sulamid saadi erineva hulga diktüoneema-kiltkivi tuha lisandiga põlevkivituha sulatamisel. Tuhkade ja sulamite keemiline koostis on antud tabelis 1. Andmed sulamite viskoossuse olenevuse kohta temperatuurist (tab. 2) on kujutatud graafiliselt joonisel 4.

Ainult põlevkivituhaast saadud sulamit võib kasutada mineraalvati ja valatud kivide tootmiseks. Materjalide happekindluse suurendamiseks võib mineraalvati tootmisel põlevkivituhaale lisada kuni 20% diktüoneema-kiltkivi tuha, valatud kivide tootmisel aga veelgi rohkem, 30—40%.

Eesti NSV Teaduste Akadeemia  
Ehituse ja Ehitusmaterjalide Instituut

Saabus toimetusse  
2. XI 1956

## ON THE MEASURING OF THE VISCOSITY OF COMBUSTIBLE SHALE ASH MELTS

M. Kiiler

Summary

For measuring the viscosity of combustible shale ash melts a viscometer, based on the counterbalanced-sphere method, was used (Fig. 1).

The investigated melts were obtained in the process of melting of combustible shale ash by addition of different quantities of Dictyonema-shale ash. The chemical composition of the ashes and melts are given on Table 1. Data concerning the dependence of the viscosity of melts on temperature (Table 2) are graphically expressed on Fig. 4.

For the manufacture of mineral wool and cast stones melts obtained from combustible shale ash may be used too.

In order to increase the acid-resistance of materials in the manufacture of mineral wool it is advisable to admix up to 20% of Dictyonema shale ash to the melt, whereas for the manufacture of cast stones an even higher percentage — up to 30—40% — may be added.

Academy of Sciences of the Estonian SSR,  
Institute of Building and Building-Materials

Received  
Nov. 2, 1956