

(Ph. D) ÉRTEKEZÉS TÉZISEI



**ADALÉKANYAGOK HATÁSA TÉGLAIPARI TERMÉKEK
EXTRUDÁLÁSÁRA**

(tézislevelet)

Kocserha István
okleveles gépészmérnök

Tudományos vezető:
Dr. Gömze A. László
műszaki tudományok kandidátusa

Doktori Iskola vezetője:
Prof.Dr.Roósz András
egyetemi tanár

**Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola
Miskolc, 2011.**

I. BEVEZETÉS ÉS CÉLKITŰZÉS

A kerámia téglá egyike a legrégebbi építőanyagoknak, története az ókorba nyúlik vissza. Mai ismereteink szerint már 9000 évvel ezelőtt használtak az emberek téglákat, amelyek persze alakjukban egyáltalán nem hasonlítottak a mai termékekhez és csak a napon szárították őket. A téglák égetése kb. Kr.e. 3500 körül kezdődött. Az antik világ számos építménye, többek között Róma sok ma is látható épülete készült ebből az időtálló építőanyagból. Az idők folyamán a téglagyártás folyamata is sokat változott. A kezdeti kézi vályogvetéstől kiindulva a mai téglatermékek (vázkerámiák) előállítása teljesen automatizált, ahol az alakadás a vákuumextruderrel vagy csigaprésszel történik.

A téglákkal szemben támasztott mind mennyiségi mind minőségi igény növekedése előtérbe helyezte az extruderek és extrudercsigák geometriai paramétereinek fejlesztését is, mely törekvés napjainkig folyamatos. A fejlesztések során a különböző méretezési eljárások, valamint a gépek üzemeltetéséhez szükséges energiafelhasználás előzetes becslését célzó számítások mindegyike igényli az alapanyag tribológiai és reológiai tulajdonságainak ismeretét. A fejlesztések tehát nem lehetségesek az agyagok gyártási körülmények közötti viselkedésének megismerése nélkül. Ezek a vizsgálatok azonban ebben az iparágban elég későn, csak az 1960-as évek közepén kezdődtek.

A téglatermékek gyártása során felhasználnak számos olyan szerves vagy szervetlen adalékanyagot, mely az agyag alakíthatóságát, vagy az égetett termék tulajdonságát hivatott befolyásolni. Ebben az irányban végzett anyagtudományi kutatások célja elsősorban a terméktulajdonságok adalékoktól függő leírása és minél nagyobb pontosságú becslése. Ezeket a disszertációban részletesen bemutatom. Kevés azonban az olyan irodalmi forrás, amely téglagyagok esetén tudományos alapossággal vizsgálja és írja le az egyes adalékok hatását az agyag-adalékanyag keverék gyártás közbeni viselkedésére. Erre alapozva a kutatási tevékenységem célja az volt, hogy a téglagyártáshoz használt néhány jellegzetes

adalékanyag hatásmechanizmusát vizsgáljam a nagy képlékenységű agyagok extrudálás közbeni viselkedése során.

Az alakadás során egy relatív elmozdulás történik a szerszám fala és az agyag, agyagkeverék között. A lejátszódó „kölcsonhatás” értelmezésére két megközelítést találhatók meg az irodalmakban. Az egyik szemlélet a Coloumb-féle súrlódást és számítási módszert használja, a másik szemlélet az agyag szerszámban történő áramlásakor a falnál – az érintkezési határfelületen – ébredő nyíróerőt tekinti a folyamathoz tartozó anyagparaméternek.

Ebből kiindulva az adalékanyagok hozzáadásával készített agyagkeverékek vizsgálatán keresztül olyan paramétereket kívántam meghatározni, amelyekkel jellemezhető azok extrudálás közbeni viselkedése. A kitűzött célokat az alábbi vizsgálati tevékenységgel valósítottam meg, melyet az alábbi három csoportba kategorizáltam:

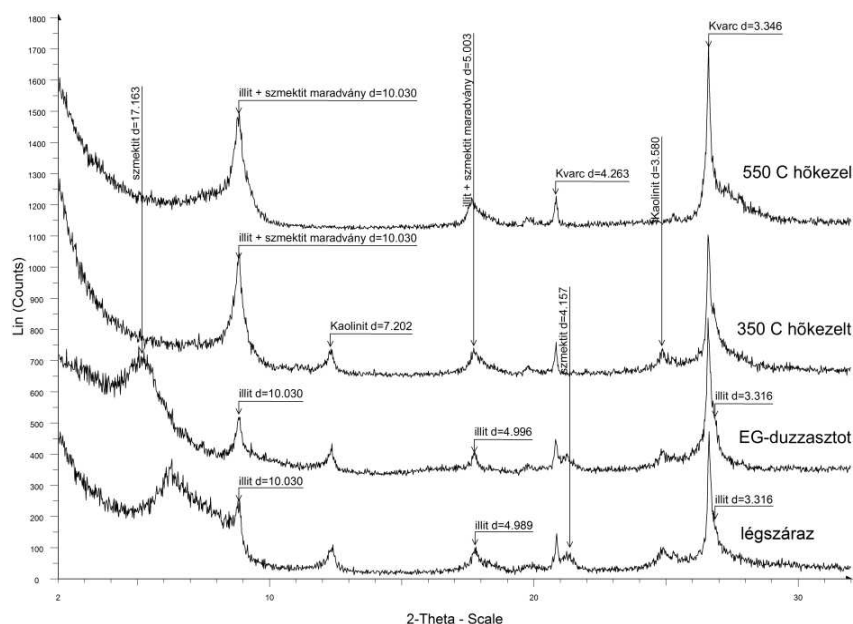
- Az alakadást végző acélszerszám valamint az adalékmentes és adalékolt agyagkeverék kapcsolat jellemzése a minták képlékeny alakváltozási határa alatt végzett súrlódási vizsgálatokon keresztül. A vizsgálattal az extruderek adagoló és szállító részében lejátszódó folyamatok jellemezhetők.
- Az adalékmentes agyag és az adalékolt agyagkeverékeken végzett reológiai vizsgálatok; melyek segítségével az egyes keverékekre jellemző folyástörvények határozhatók meg, miközben az extruderek tömörítő és alakadó (kinyomó) részében az agyag várható viselkedése is megismerhető.
- A műszeres mérések során eredményül kapott paraméterek ellenőrzése az adalékmentes agyag és az adalékolt agyagkeverékek laboratóriumi vákuumextruderen történt kisajtolásán keresztül.

II. AZ ELVÉGZETT VIZSGÁLATOK RÖVID ÖSSZEFOGLALÁSA

A vizsgálatokhoz nagy képlékenységgű agyagásványt (mályi sárga agyag), valamint két soványító adalékot (kvarchomok és téglapor) és két pórusképző adalékanyagot (fűrészpor és darált napraforgó maghéj) felhasználva keverékeket készítettem. A keverékek $w_r=20-24\%$ -os relatív nedvességtartalommal és 0-3-5 m/m%-os adalék mennyiséggel készültek.

Alapanyag vizsgálatok

A kerámia téglagyártás során használt agyagok ásványi összetétele nem homogén, ezért szükség volt a felhasznált téglagyag valamint az adalékanyagok komplex jellemzésére. Erre az értekezésben nagy hangsúlyt fektettem, mert az alapanyagok elemzése nélkül az adalékok hatásmechanizmusa nem érthető meg. Meghatároztam az agyag alakítástechnológiai szempontból fontos morfológiai, szemcseszerkezeti és ásványi jellemzőit. Külön megvizsgáltam az agyag amorf tartalmát, és az ülepitéssel leválasztott $d < 2\mu\text{m}$ átmérőjű szemcsék ásványtartalmát. Több vizsgálaton keresztül bizonyítottam, hogy az általam használt agyagban a kimutatott illit tartalom, nem tisztán illit, hanem az illit mellett jelen van szabálytalan közberétegű illit-szmektit kevert szerkezetű agyagásvány (1.ábra) is. A vizsgált mintákban kimutattam a szubmikron tartományba eső amorf vas-oxid-hidroxidot is, amely szintén hozzájárul a mályi sárga agyag nagy képlékenységéhez.

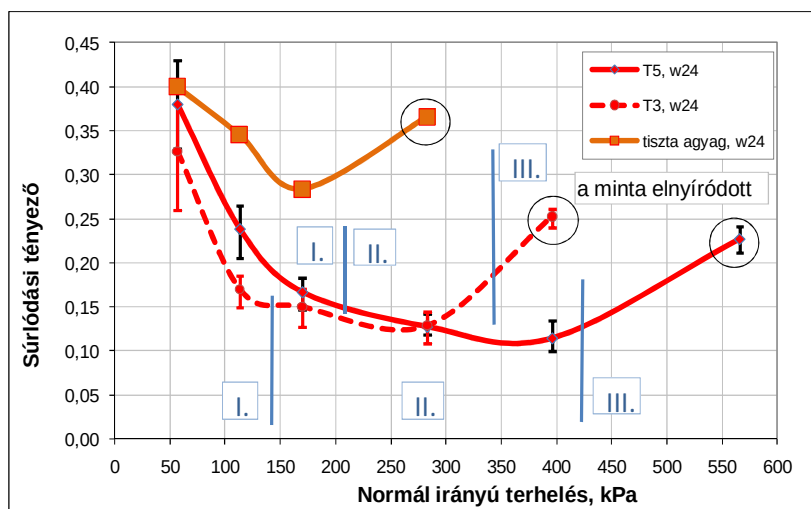


1. ábra

Az agyag $d < 2\mu\text{m}$ szemcseméretű frakciójának XRD vizsgálatának diffraktogramja

Súrlódási vizsgálatok

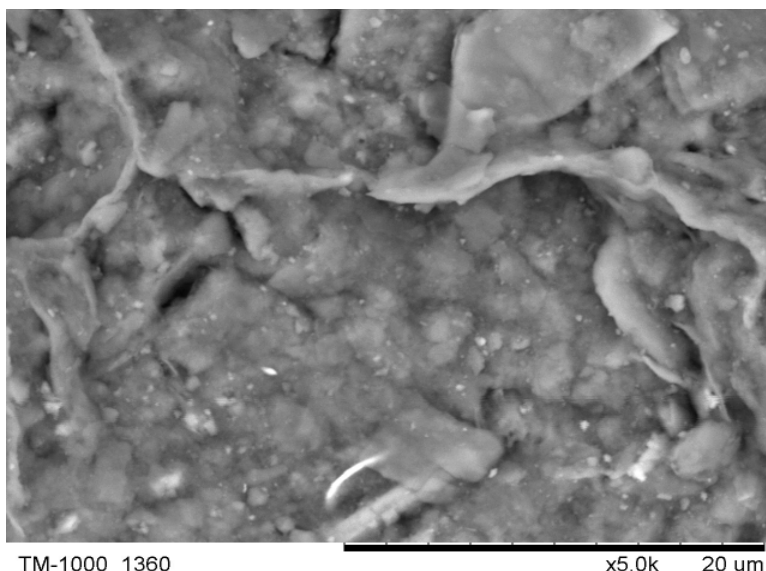
Az téglalakadás – extrudálása – során meglévő agyag-acélszerszám relatív kapcsolatát elemeztem különböző agyag-adalékanyag keverékek súrlódási tulajdonságainak meghatározásával. Megvizsgáltam az adalék nélküli nagy képlékenységgű agyag (mályi sárga agyag), valamint soványító adalékokkal (kvarchomok és téglapor) és pórusképző adalékokkal (frakciózott fűrészpor és napraforgó maghéj) készült agyagkeverékek súrlódási együtthatójának változását acéllapon ($R_m=1\ \mu\text{m}$), növekvő normál irányú terhelés ($\sigma=55\text{--}567\ \text{kPa}$) és állandó csúszási sebesség melletti csúszás esetére. Az adaléknélküli agyag és az agyagkeverékek esetén értelmeztem és magyaráztam a lejátszódó folyamatokat. Ezen vizsgálatok az egyes keverékek képlékeny alakváltozási határa alatt a minták nyíródásáig történtek, egy részben saját fejlesztésű, szabadalmi mintaoltalom alatt álló kombinált "reo-tribométer" berendezésen. Megállapítottam, hogy a súrlódási tényező változása az agyag és a soványító keverékek esetén hasonló tendencia szerint történik, amely három elkülöníthető szakaszra bontható (2. ábra.)



2. ábra

Az agyag-téglapor keverékek súrlódási tényezőjének alakulása a normál terhelés függvényében, $w=24$ nedvességtartalom esetén

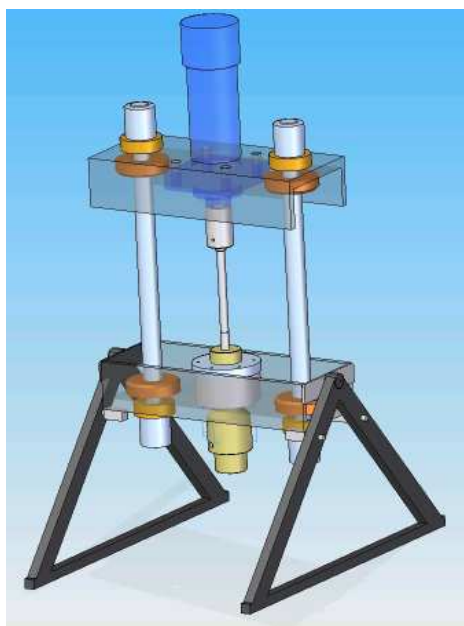
Az egyes keverékekből készült minták felületét pásztázó elektron-mikroszkóppal (SEM) megvizsgálva, megfigyelhető egy agyag-szuszpenzióból álló réteg kialakulása (3. ábra). A réteget alkotó szemcsék szemcseméretét nem lehetett megállapítani, mivel az esetben a szubmikronos tartományba esett.

**3. ábra**

A súrlódási vizsgálatok mintáinak felületén megjelenő agyagszuszpenzióból álló „bordák”

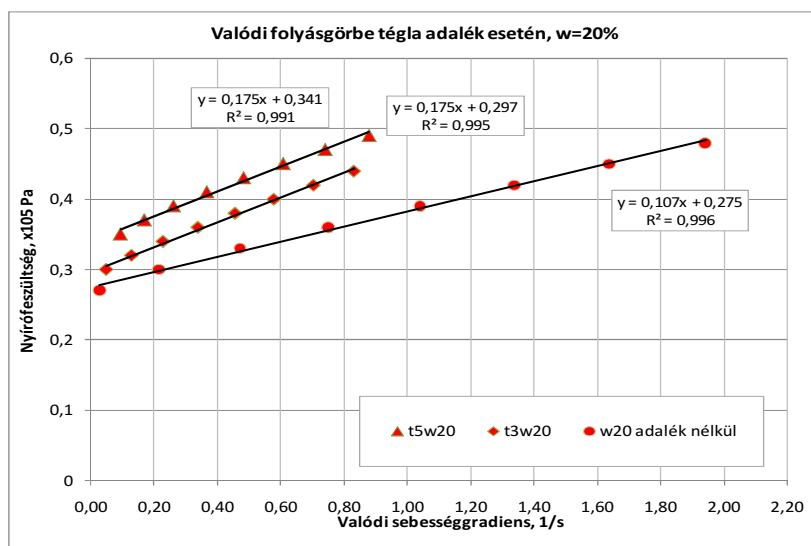
Reológiai vizsgálatok

Az agyagok az extrudálás során az alakadó szerszámban, az extruder présfejében és szájnyílásában megfolynak, viselkedésük a folyástörvények segítségével és a technológiai paraméterek (nyomás, alakítási sebesség, hőmérséklet, összetétel stb...) függvényében leírhatók. Ennek meghatározására az agyagok esetén a kapilláris reométer megfelelő berendezés. Mivel a doktori értekezés készítése során ilyen berendezés nem állt a rendelkezésemre, terveztem és megépítettem egy kapilláris reométert (4. ábra). A berendezés kalibrálása után meghatároztam a keverékek látszólagos folyásgörbéit három különböző átmérővel ($D=3; 4; 5$ mm), de azonos L/D viszonytal (ahol: $L/D=2; 4; 8; 12$) rendelkező kapillárisok segítségével, a téglaiipari extruderekre jellemző $\dot{\gamma} < 30$ 1/s sebességgradiens tartományban. A valódi folyásgörbék meghatározása során jelentős kompenzációs feladatokat eredményezett a kapillárison átfolyó

**4. ábra**

A doktori értekezés készítése során kifejlesztett kapilláris reométer

anyagmennyiség nyírt és csúszási komponensének meghatározása. Négy, az irodalomban található kompenzációs eljárást (Mooney-, Jastrebsky-, Crawford-, Geiger-féle) megvizsgálva megállapítottam, hogy a vizsgált nagy képlékenyséű agyagkeverékek esetén, a fal melletti csúszási sebesség meghatározása a Geiger-féle eljárással lehetséges. Így az agyagkeverékek viselkedését leíró valódi folyásgörbe és az ebből származtatható reológiai modell meghatározható volt. Az adalékmentes és az adalékolt agyag deformációját okozó nyírófeszültség és a vizsgált alakítási sebességtartományon vett sebesség-gradiensek között az összefüggés lineáris (5. ábra). A kapott eredmények szerint az adalékolás nem változtatja meg az agyag reológiai modelljét, azaz az agyag-adalékanyag keverékek szintén Bingham modellel jellemezhetők. Az adalék anyagok az agyag folyáshatárát és a viszkozitás értékeit növelik vagy csökkentik a használt adalékok típusától és mennyiségétől függően.



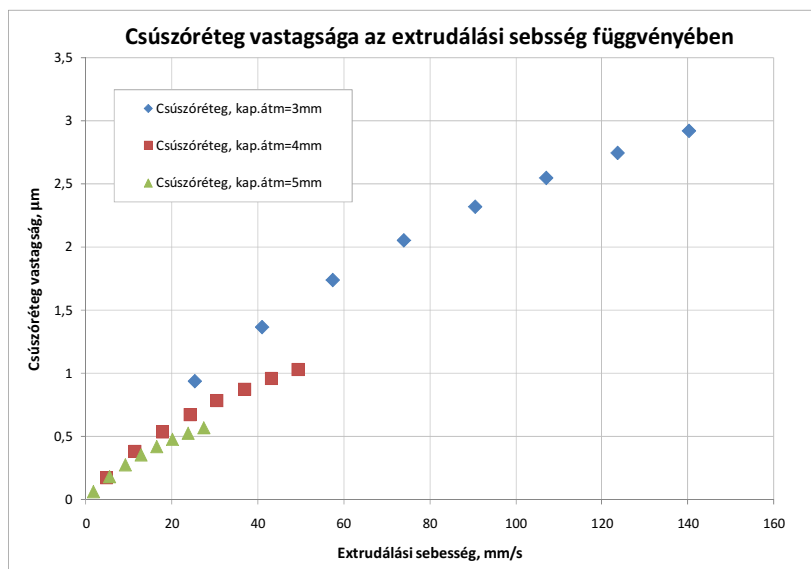
5. ábra

*A téglapor adalékkal készült keverékek valódi folyásgörbéje
w=20 nedvességtartalom esetén*

Felületi réteg vizsgálatok

A súrlódási és a kapilláris reométeren történt mérések egyaránt jeleztek egy, a szerszámfal mellett kialakuló vékony csúszó réteg jelenlétét. A réteget a mintákra ható normál irányú terhelés következtében felületre áramló finom agyag-szuszpenzió alkotja, melyet a SEM vizsgálatok is alátámasztottak. Az irodalomban található virtuális réteg vastagság számítási módot, rotációs viszkozitás mérési eljárással kiegészítve meghatároztam a réteg vastagságát és változási jellegét, a különböző keverékek esetén. A számítások alapján az extrudálási sebesség

növelésének függvényében a felületen kialakuló csúszó réteg vastagsága is növekszik (6. ábra). Megállapítottam továbbá, hogy az agyagban jelen lévő $d < 2\mu\text{m}$ agyagásvány frakció és az ettől a frakciótól egy nagyságrenddel nagyobb szemcseméretű frakció ($15\mu\text{m} < d < 45\mu\text{m}$) eltérő folyástörvény szerint viselkedik.

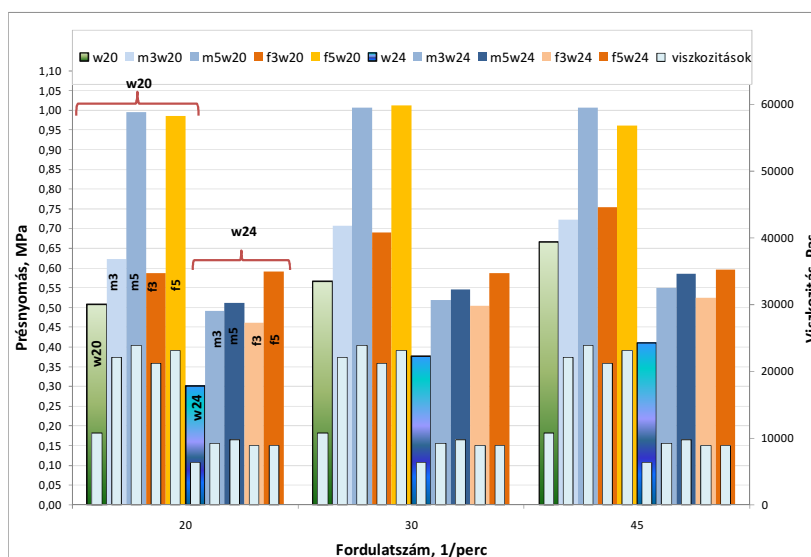


6. ábra

A csúszóréteg vastagságának változása a $w=20\%$ -os nedvességtartalmú adalékmentes agyag esetén

Extrudálási vizsgálatok

A mérések ellenőrzését a KEMA PVP5/s laboratóriumi vákuumextruder segítségével végeztem, ahol valamennyi vizsgált keveréket kiextrudálva megállapítottam, hogy a műszeres mérések során kapott eredmények jó korrelációt mutatnak az extruderen mért eredményekkel (7. ábra).



7. ábra

A présnyomás, a csigafordulat és a viszkozitás összefüggése pórusképző adalékok esetén

III. ÚJ TUDOMÁNYOS ERDMÉNYEK (AZ ÉRTEKEZÉS TÉZISEI)

1. A mályi sárga agyagból készített légszáraz állapotú, etilén-glikolos kezeléssel átesett, majd 350°C és 550°C-on hevített orientált preparátum mintákon végzett röntgen pordiffrakciós vizsgálatokkal kimutattam, hogy az agyag illit mellett tartalmaz szabálytalan közberétegű illit-szmektit kevert szerkezetű agyagásványt is. A kevert szerkezetű ásvány jobb vízmegkötő képessége javítja az agyag plasztikusságát.
2. A 20 és 24% közötti nedvességtartalommal rendelkező, 40% képlékeny ásványi alkotót tartalmazó téglagyag, valamint a 3 és 5 m/m%-ban, $d < 1\text{mm}$ szemcseméretű kvarchomokkal és téglaporral adalékolt agyagkeverékek (továbbiakban soványítóval adalékolt) mintáinak, $R_m = 1\mu\text{m}$ átlagos felületi érdességű acélfelületen, állandó csúszási sebességgel végzett súrlódási vizsgálataival, majd az ezt követő SEM vizsgálatok alapján megállapítottam, hogy a normál irányú terhelés növekedésének hatására, a mintákban a nem kristályrácsban kötött nedvességtartalom súrlódó felületre történő áramlása a minták folyáshatára alatti értékeken megindul. A nedvesség felületre áramlása csökkenti a súrlódási tényezőt.
 - 2.a. Kimutattam, hogy a nagy képlékenységgű téglagyag valamint a soványítóval adalékolt agyagkeverékek súrlódási tényezőjének változása a mintára ható normál irányú terhelés változásának függvényében három szakaszra osztható, melyek az alábbiak:
 - I. Kezdeti erősen csökkenő szakasz;
 - II. Kvázi állandó értékű szakasz;
 - III. Nyíródási szakasz, ahol a falsúrlódás megszűnik, a keverék nyíródása megindul.Az egyes szakaszok az extruder adagoló, tömörítő és kinyomó szakaszainak feleltethetők meg.

- 2.b. Az egyes agyagkeverékek súrlódási tényezője a szerszámfelületre történő feltapadásig, azaz a kvázi állandó értékű szakaszon értelmezhető.
- 2.c A 24%-os nedvességtartalmú adalékmentes és a soványítókkal adalékolt keverékek acéllapra történő feltapadása jelzi, hogy a keverékek az extrudálás során a csigán és az alakadó szerszámon is feltapadnak. A kvarchomok esetén 400kPa (3 és 5m/m%-os adalékolás), míg téglapor esetén 400kPa (3m/m%-os adalékolás) és 566kPa (5m/m%-os adalékolás) feletti normál irányú terhelés után falsúrlódás helyett, a falnál megtapadt vékony réteg feletti nyírás valósul meg. Az előbbieket alapján ettől a nyomásértéktől nem a súrlódási tényező, hanem a fal melletti csúsztatófeszültség a folyamatot leíró technológiai paraméter.
3. A kapilláris reometriai mérésekkel kimutattam, hogy a 20 és 24% közötti nedvességtartalmú nagy képlékenységgű téglagyaghoz, 3 és 5 m/m%-ban hozzáadott soványító anyagok (kvarchomok, téglapor) és pórusképző anyagok (darált napraforgó maghéj és osztályozott fűrészpor) nem változtatták meg az adalékmentes agyag folyási tulajdonságait leíró reológiai modellt, a téglaiipari extruderek esetén fellépő $\dot{\gamma} < 30$ 1/s sebességgradiens tartományban. Az egyes adalékok csak a modell paramétereire – a viszkozitás és a folyáshatár értékekre – voltak hatással. Az adalékolt agyag tehát szintén Bingham-féle anyagként modellezhető.
- 3.a A $d < 1$ mm szemcseméretű kvarchomok 3 és 5 m/m%-os bekeverése a 20% nedvességtartalmú agyag viszkozitását 7-30%-os mértékben csökkenti. Adagolása tehát azonos nedvességtartalom esetén lágyabbá teszi az agyagot. Az ugyanilyen mennyiségű téglapossal történő adalékolás a viszkozitás értéket közelítően 60%-kal növeli meg, rontva a képlékenységet.

- 3.b A $d < 1\text{mm}$ szemcseméretű fűrészpor és darált maghéj 3 és 5 m/m%-os adagolása, 30-40% közötti mértékben növelte viszkozitás értéket az adalékmentes agyaghoz viszonyítva.
- 3.c A reometriai mérések során, a 20 és 24%-os nedvességtartalmú soványítókkal valamint pórusképzőkkel 3 és 5 m/m%-ban adalékolt keverékek esetén megállapítottam, hogy a kapillárisban történő áramlás, nyírással kevert dugós áramlással jellemezhető, melyben a térfogatáram fő komponense a fal melletti csúszással továbbított anyagmennyiség.
- 3.d Számítással igazoltam, hogy a soványítókkal valamint pórusképzőkkel 3 és 5 m/m%-ban adalékolt keverékek esetén, a kapillárison keresztülhaladó teljes anyagáram csúszási komponensét továbbító csúszási sebesség, a Geiger-féle összefüggéssel adható meg.
4. A felületi csúszóréteget, legnagyobb részben alkotó, $d < 2\mu\text{m}$ méretű agyagásványokat tartalmazó agyagszuszpenziók viszkozitás mérésével és a rétegvastagság számítás együttes alkalmazásával kimutattam, hogy az extrudátumok felületén kialakuló csúszóréteg vastagsága növekszik az extrudálási sebesség növelésével.
5. Laboratóriumi extruderen állandó présfejgeometria, de különböző extrudercsiga fordulatszámok alkalmazása mellett a prëshengeren történt nyomásméréssel megállapítottam, hogy a kvarchomokkal, a téglaporral valamint a fűrészporral és a maghéjjal adalékolt agyag esetén, a nedvességtartalom és a bekevert adalékmennyiség függvényében mérhető nyomások értékeinek változása, a reológiai mérések során meghatározott viszkozitás és folyáshatár értékek változásával tendenciózusan azonos. Az extruderben kialakuló nyomások tehát függenek a bekevert adalék típusától.

IV. AZ EREMÉNYEK HASZNOSÍTHATÓSÁGA

A kutatási tevékenység eredményei és a kifejlesztett berendezések hasznosítása egyaránt lehetséges mind oktatási, kutatási és ipari területen. A vizsgálataim során feltárt folyamatok és az anyagparaméterek meghatározása hozzájárul az alakadási technológia tervezhetőségéhez, az alakító acélszerszám-agyag kapcsolat jobb megértéséhez.

A jelenlegi oktatási struktúrán belül, a BSc szinten folyó szilikátechnológus képzés, Téglá- és Cserépipari Technológiák tárgyban, valamint MSc szinten a Kerámiák Anyagvizsgálata tárgyon belül az elkészített kapilláris reométer jelenleg is használatban van.

A kutatási területen történő felhasználhatóság egyik jelentős szegmense az extruder présfejében és szájnyílásában lejátszódó folyamatok áramlástan szimulációjához a meghatározott reológiai és súrlódási paraméterek felhasználhatók, amely egyben számomra a továbblépési irányt is jelenti.

A kutatási és ipari terület összekapcsolható, hiszen a kapilláris reométer alkalmas nemcsak téglagyagok, hanem valamennyi extrudálendő kerámia massa, pl. oxidkerámia szűrők vizsgálatához.

V. A TÉMÁBAN MEGJELENT PUBLIKÁCIÓIM

1. I.Kocserha, L.A.Gömze: Friction properties of clay compounds. *Applied Clay Science*, Elsevier, Vol.48/3, pp.425-430, **angol nyelvű cikk**, *IF:2,303*, 2010
2. I. Kocserha, F.Kristály: Effects of Extruder Head's Geometry on the Properties of Extruded Ceramic Products. *Materials Science Forum* Vol.659., pp.499-504, **angol nyelvű cikk**, 2010
3. F.Kristály,I.Kocserha: Correlations between combustion type additives and expansion after extrusion of clay bricks.*Materials Science Forum* Vol. 659., pp.43-48, **angol nyelvű cikk társszerző**, 2010
4. V.Orosz, I.Kocserha, R.Géber,Cs.Paróczai: Examination of tile industrial usability of high-quartz content clay. *Materials Science Forum* Vol. 659., pp.67-72, **angol nyelvű cikk társszerző**, 2010
5. R.Géber, I.Kocserha, V.Orosz, A.Simon,Cs.Paróczai: Optimization of the mixing ratio of two different clays used for ceramic roof tiles. *Materials Science Forum* Vol. 659., pp.477-482, **angol nyelvű cikk társszerző**, 2010
6. Kocserha I., Gömze A.L, Agyagásványok külső súrlódási együtthatójának alakadás-technológiai jelentősége és mérése. *Anyag- és Kohómérnöki Tudományok* Miskolc, 31. kötet, **magyar nyelvű cikk**, 2003
7. I. Kocserha: Friction properties of clay minerals. *Proceeding of International Conference of PhD Students*, ISBN 963 661 585 3Ö, pp.347-353., **angol nyelvű cikk**,2003
8. Dr.Gömze A. L. (50%); Kocserha I. (25%); Dr. Czél Gy. (25%): Kombinált reo- és tribométer berendezés, 2434 lajstromszámú **szabadalmi mintaoltalom**, 2002
9. I.Kocserha, Dr. L.A. Gömze: How the Productivity of Vacuumextruders Depends on Technological Parameters, *MicroCad kiadvány*, **angol nyelvű cikk**, 2000
10. Kocserha I., Dr. Gömze A. L. Kema Pvp5/s Kerámiaipari vákuumextruder diagnosztikai vizsgálata. *Építőanyag*, LII.évf./1, pp.20-23, **magyar nyelvű cikk**, 2000