



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **99195**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 21/27 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 12605**

(22) Дата подання заявки: **24.11.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.05.2015**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.05.2015, Бюл.№ 10**

(72) Винахідник(и):

**Горський Михайло Петрович (UA),
Максим'як Андрій Петрович (UA),
Максим'як Петро Петрович (UA)**

(73) Власник(и):

**ЧЕРНІВЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ЮРІЯ ФЕДЬКОВИЧА,
вул. Коцюбинського, 2, м. Чернівці, 58012
(UA)**

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕРМІНУ ТУЖАВІННЯ ЗРАЗКА ЦЕМЕНТНОГО ТІСТА

(57) Реферат:

Спосіб визначення терміну тужавіння зразка цементного тіста включає періодичне, через рівні проміжки часу, вимірювання характеристик зразка цементного тіста. Під час кожного вимірювання зразок опромінюють випромінюванням, в неперервному режимі. Реєструють фотоакустичний відгук зі сторони, що опромінюється, шляхом вимірювання напруги на п'єзоелектричному здавачі. Визначають час досягнення максимуму напруги фотоакустичного відгуку. Будують залежність часу досягнення максимуму від часу гідратації, за якою визначають динаміку процесу гідратації, що передуює тужавінню цементного тіста та термін його тужавіння.

UA 99195 U

Корисна модель належить до контрольовано-вимірювальної техніки, зокрема до способів визначання термінів тужавіння зразків цементного тіста і може бути використана в будівельній та нафтогазовій індустрії, для перевірки відповідності партії цементу заявленим стандартам. Також може бути використана для дослідження інших полікристалічних структур, що формуються в діапазоні температур від 0 °C до 50 °C в промисловості, медицині (стоматологія, травматологія) та інших галузях.

Відомий найближчий аналог до корисної моделі є стандартний, згідно з ГОСТ 310.3-76, метод визначення термінів тужавіння цементного тіста за допомогою приладу Віка [1]. Ідея способу-прототипу полягає у оцінці твердості цементного тіста, яка проводиться наступним чином. Кожні 10 хв голку приладу приводять у дотик з поверхнею тіста і дають їй можливість вільно занурюватись у тісто. При цьому форму пересувають, щоб голка не потрапляла в одне і те ж місце. Терміном початку тужавіння вважається час від початку зачинення (перемішування порошку цементу з водою) до моменту, коли голка не доходить на 2-4 мм до дна форми. Терміном кінця тужавіння вважається час від початку гідратації до моменту, коли голка занурюється в тісто на 1-2 мм.

Основним недоліком найближчого аналога є те, що отримувані цим методом результати не містять інформації про перебіг процесу гідратації, що передусь початку тужавіння цементного тіста.

В основу корисної моделі поставлена задача вдосконалення способу дослідження цементного тіста шляхом аналізу зразків цементного тіста фотоакустичним способом, що усуває вказані недоліки найближчого аналога, а також наявність інформації про процес гідратації дозволяє розширити можливості способу та провести більш точну оцінку перебігу процесу тужавіння. Фотоакустичний відгук від цементного тіста в процесі гідратації, несе інформацію не лише про час тужавіння, але також і про процес гідратації, що передусь тужавінню, чим значно розширюються діагностичні можливості способу в порівнянні зі способом за допомогою приладу Віка.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб визначення терміну тужавіння зразка цементного тіста включає періодичне, через рівні проміжки часу, вимірювання характеристик зразка цементного тіста, згідно з корисною моделлю, під час кожного вимірювання зразок опромінюють випромінюванням, що добре поглинається цементним тістом, в неперервному режимі, реєструють фотоакустичний відгук зі сторони, що опромінюється, шляхом вимірювання напруги на п'єзоелектричному давачі та визначають час досягнення максимуму напруги фотоакустичного відгуку, будують залежність часу досягнення максимуму від часу гідратації, за якою визначають динаміку процесу гідратації, що передусь тужавінню цементного тіста, та термін його тужавіння. Вимірювання проводять на зразках однакового об'єму, які покривають однакову площу прозорої підкладки, забезпечують однакові умови теплообміну зразків з оточуючим середовищем та використовують однакову електричну схему реєстрації, що забезпечує можливість порівняння результатів отриманих для різних зразків.

Корисна модель пояснюється кресленнями, де на фіг. 1 наведено схематичне зображення давача, де 1 - BaTiO_3 , 2 - струмопровідні обкладки, 3 - контакти; на фіг. 2 наведено експериментальна схема вимірювань де 4 - кювета зі зразком, 5 - прозора підкладка, 6 - п'єзоелектрик, 7 - світлоподільник, 8 - лазер, 9 - фотодіод, 10 - підсилювачі, 12 - АЦП, 11 - комп'ютер, 13 - лінза для зміни діаметра освітлюваної ділянки зразка. Електричну схему заміщення вимірювального пристрою, яка використовувалась у теоретичному розрахунку фотоакустичного відгуку при п'єзоелектричному детектуванні, зображено на фіг. 3. На фіг. 4. наведено принцип визначення величин U_{\max} та t_{\max} . На фіг. 5. наведено типову залежність напруги на обкладинках давача від часу опромінення зразка (б) та відповідна залежність потужності опромінення від часу (а). На фіг. 6 наведено приклад зміни величини t_{\max} під час гідратації, для водоцементних відношень 0,3 та 0,325.

Традиційно при фотоакустичних дослідженнях використовується неперервне опромінювання зразка гармонійно модульованим випромінюванням. Результати численних теоретичних та експериментальних робіт свідчать, що амплітуда фотоакустичного відгуку зменшується при збільшенні частоти модуляції. Для вимірювання фотоакустичного відгуку необхідна висока потужність випромінювання, що призводить до нагріву досліджуваного зразка та може впливати на процеси, що проходять в ньому і спотворювати результати досліджень. З цієї точки зору більш прийнятним є опромінення зразка лише під час кожного вимірювання, постійним випромінюванням малої потужності.

Для реєстрації фотоакустичного відгуку використовуються чутливі мікрофони або п'єзоелектричні давачі. Ми використали відгук п'єзоелектричний давач (далі - давач), виготовлений на основі пресованого сегнетоелектричного порошкоподібного BaTiO_3 , який є

сумішшю кристаликів з випадковим розташуванням кристалографічних осей (фіг. 1). Вимірювання проводилось в схемі, зображеній на фіг. 2. Зразок 4 опромінюється He-Ne лазером 8. Поглинуте випромінювання нагріває зразок в кюветі 4, від якого нагрівається прозора підкладка 5. Деформація підкладки реєструється п'єзокерамікою, сигнал від якої через підсилювач 10 та АЦП 12 записується в комп'ютер 11. Потужність випромінювання, через світлоподільник 7, вимірюється фотоприймачем 9, сигнал від якого через підсилювач 10 та АЦП 12 записується в комп'ютер 11. Основними характеристиками фотоакустичного відгуку на постійне освітлення при п'єзоелектричному детектуванні (фіг. 4) є максимум напруги на обкладинках давача U_{\max} та час її досягнення t_{\max} .

Згідно з [2] напруга фотоакустичного відгуку для прозорої підкладки, яка має форму прямокутного паралелепіпеда висотою l , з основою у вигляді квадрата зі стороною A , дорівнює:

$$U(t) = \frac{eP_0}{S_{sp}^2 c_p \rho_s} \frac{\alpha_T c_{te}}{C_0} \int_0^t \exp\left(\frac{t'-t}{R_0 C_0}\right) \int_0^A \int_0^A F(x, y, z, t') dx dy \Big|_{z=0} dt', \quad (1)$$

$$\text{де } F(x, y, z, t') = \int_{A-s/2}^{A+s/2} \int_{A-s/2}^{A+s/2} \int_0^l \delta(z-1) G(x, y, z, \xi, \eta, \zeta, t') d\xi d\eta d\zeta. \quad (2)$$

$$G(x, y, z, \xi, \eta, \zeta, t') = G_1(x, \xi, t') G_2(y, \eta, t') G_3(z, \zeta, t'), \quad (3)$$

$$G_1(x, \xi, t') = \frac{1}{A} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{\pi n x}{A}\right) \cos\left(\frac{\pi n \xi}{A}\right) \exp\left(-\frac{\pi^2 n^2 \alpha_T t'}{A^2}\right) \right], \quad (4)$$

$$G_2(y, \eta, t') = \frac{1}{A} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{\pi n y}{A}\right) \cos\left(\frac{\pi n \eta}{A}\right) \exp\left(-\frac{\pi^2 n^2 \alpha_T t'}{A^2}\right) \right], \quad (5)$$

$$G_3(z, \zeta, t') = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\rho_n(z) \rho_n(\zeta)}{\|\rho_n\|^2} \exp(-\alpha_T v_{0n}^2 t'), \quad (6)$$

$$\rho_n(x) = \cos(v_{0n}) + \frac{k_1}{v_{0n}} \sin(v_{0n} x), \quad (7)$$

$$\|\rho_n\|^2 = \frac{k_2}{2v_{0n}} \frac{v_{0n}^2 + k_1^2}{v_{0n}^2 + k_2^2} + \frac{k_2}{2v_{0n}^2} + \frac{l}{2} \left(1 + \frac{k_2^2}{v_{0n}^2} \right), \quad (8)$$

де v_n - додатні корені трансцендентного рівняння:

$$\frac{\operatorname{tg}(v_0 l)}{v_0} = \frac{k_1 + k_2}{v_0^2 - k_1 k_2}, \quad (9)$$

де k_1, k_2 - коефіцієнти теплообміну через нижню і верхню грань прозорої підкладки.

Математичне моделювання згідно з (1) показує, що зміна величини t_{\max} відбувається тільки за рахунок зміни коефіцієнта теплообміну k_2 сторони прозорої підкладки, яка прилягає до зразка. Зміна даного коефіцієнта відбувається лише за рахунок зміни фізичних властивостей цементного тіста. Будуючи залежність величини t_{\max} від часу, що пройшов з моменту зачинення, для досліджуваного зразка, ми отримуємо криву, яка описує зміни фізичних характеристик зразка цементного тіста з часом (фіг. 5).

Для забезпечення можливості порівняння результатів вимірювань, проведених для різних зразків, дослідження необхідно проводити на зразках однакового об'єму, які покривають однакову площу прозорої підкладки, забезпечити однакові умови теплообміну зразків з оточуючим середовищем та використати однакову електричну схему реєстрації

Приклад конкретного виконання корисної моделі:

Для дослідження процесу гідратації були виготовлені зразки цементного тіста зі значенням водоцементного відношення 0,3 та 0,325. Для кожного водоцементного відношення проводилися фотоакустичні вимірювання та вимірювання часу тухавіння за глибиною занурення голки Віка. Фотоакустичні вимірювання кожного зразка проводились в автоматичному режимі кожні 5 хв. Тривалість освітлення при кожному вимірюванні була в 1,5 рази більша за t_{\max} . На фіг. 6 наведено приклад залежності напруги на обкладинках давача та потужності випромінювання від часу для вимірювання одного значення U_{\max} та t_{\max} .

На фіг. 5 наведено зміну t_{\max} під час тужавіння цементного тіста (графік), вертикальними лініями відмічено початок та кінець тужавіння згідно з приладом Віка, суцільні лінії для водоцементного відношення 0,3 та пунктирні для 0,325.

В інтервалі 50-100 хв t_{\max} повільно зростає, що відповідає накопиченню кристалів твердої фази та повільному зниженню коефіцієнт конвективної теплопередачі системи цемент-вода. Далі, у міру зрощування і впорядкування кристалів твердої фази коефіцієнт відбивання світла істотно збільшується, в той час, як коефіцієнт конвективної теплопередачі системи практично досягає насичення. Тому і маємо на графіку ділянку різкого зростання t_{\max} в інтервалі 100-200 хв. Прилад Віка реєструє початок і кінець тужавіння в тому інтервалі часу, в якому величина t_{\max} досягає ustalених значень однак під часу початку та кінця процесу тужавіння t_{\max} змінюється, що дозволяє визначати час тужавіння.

Таким чином порівнюючи графіки між собою видно, що динаміка протікання процесу гідратації вища у цементного тіста з водоцементним відношенням 0,3. Дане водоцементне відношення є нормальним для даної партії цементу (виміряне згідно з ГОСТ 310.1-76) і забезпечує кращі механічні властивості в порівнянні з водоцементним відношенням 0,325. Отже порівняльний аналіз процесу гідратації з використанням даного способу дозволяє не лише визначити терміни тужавіння цементного тіста але й спрогнозувати механічні властивості отриманого цементного каменю та зробити порівняння зразків цементу для визначання партії з найкращими механічними властивостями після тверднення.

Джерело інформації:

1. ГОСТ 310.1-76. Цементы. Методы испытаний. Общие положения.

2. Gorsky, M.P.; Maksimyak, P.P., Cement hydration investigation by method of piezoelectric photoacoustics, Applied Optics, Vol. 53 Issue 10, pp. B159-B166 (2014).

25

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб визначення терміну тужавіння зразка цементного тіста, що включає періодичне, через рівні проміжки часу, вимірювання характеристик зразка цементного тіста, який **відрізняється** тим, що під час кожного вимірювання зразок опромінюють випромінюванням, що добре поглинається цементним тістом, в неперервному режимі, реєструють фотоакустичний відгук зі сторони, що опромінюється, шляхом вимірювання напруги на п'єзоелектричному давачі, визначають час досягнення максимуму напруги фотоакустичного відгуку, будують залежність часу досягнення максимуму від часу гідратації, за якою визначають динаміку процесу гідратації, що передуює тужавінню цементного тіста та термін його тужавіння.

2. Спосіб визначення терміну тужавіння зразка цементного тіста за п. 1, який **відрізняється** тим, що вимірювання проводять на зразках однакового об'єму які покривають однакову площу прозорой підкладки, забезпечують однакові умови теплообміну зразків з оточуючим середовищем та використовують однакову електричну схему реєстрації.

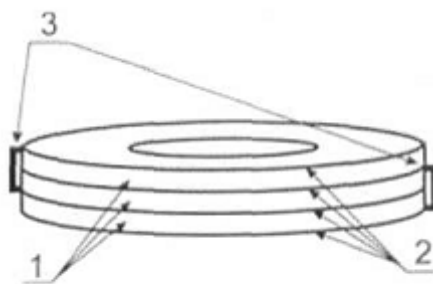
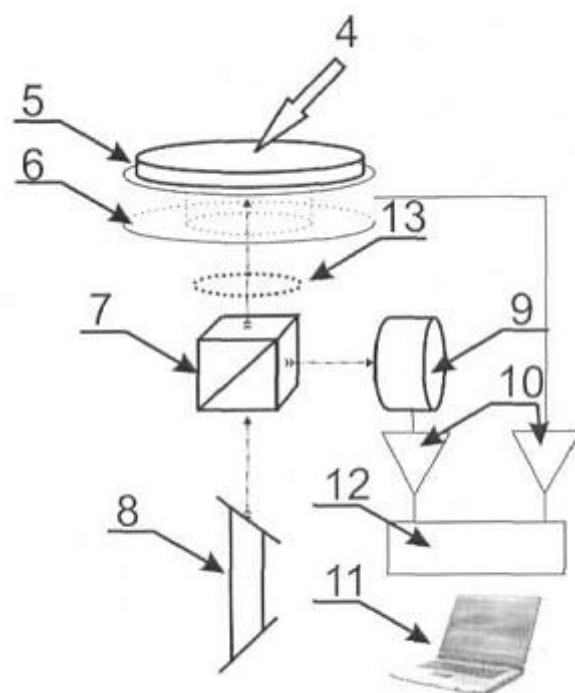
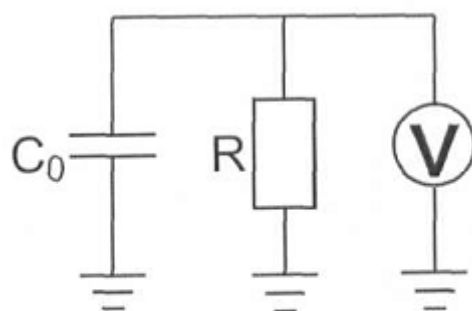


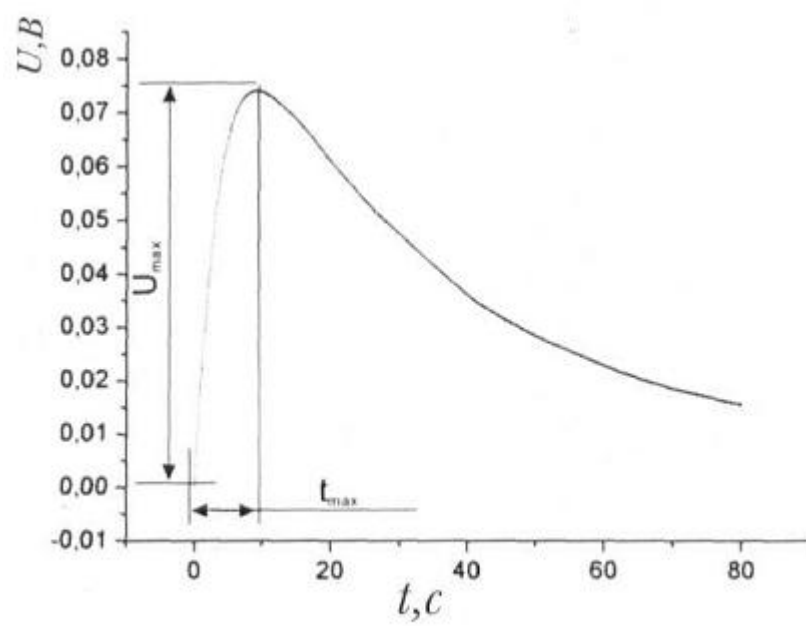
Fig. 1



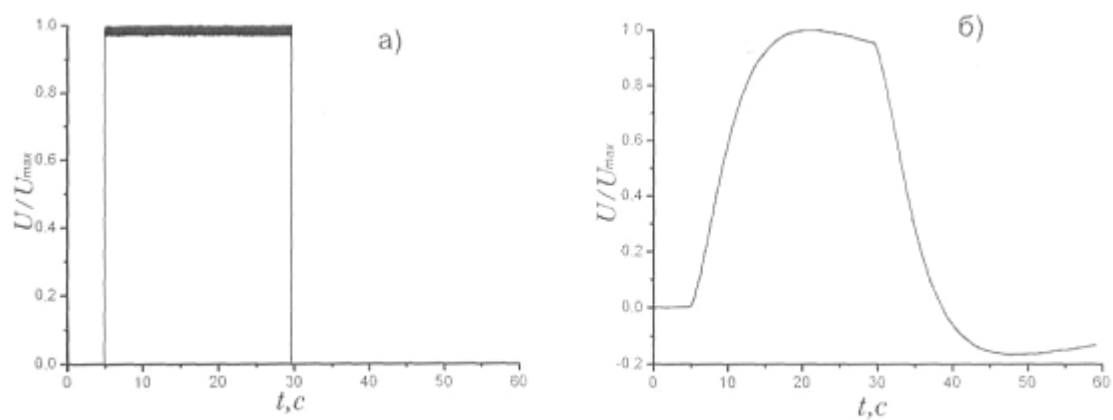
Фиг. 2



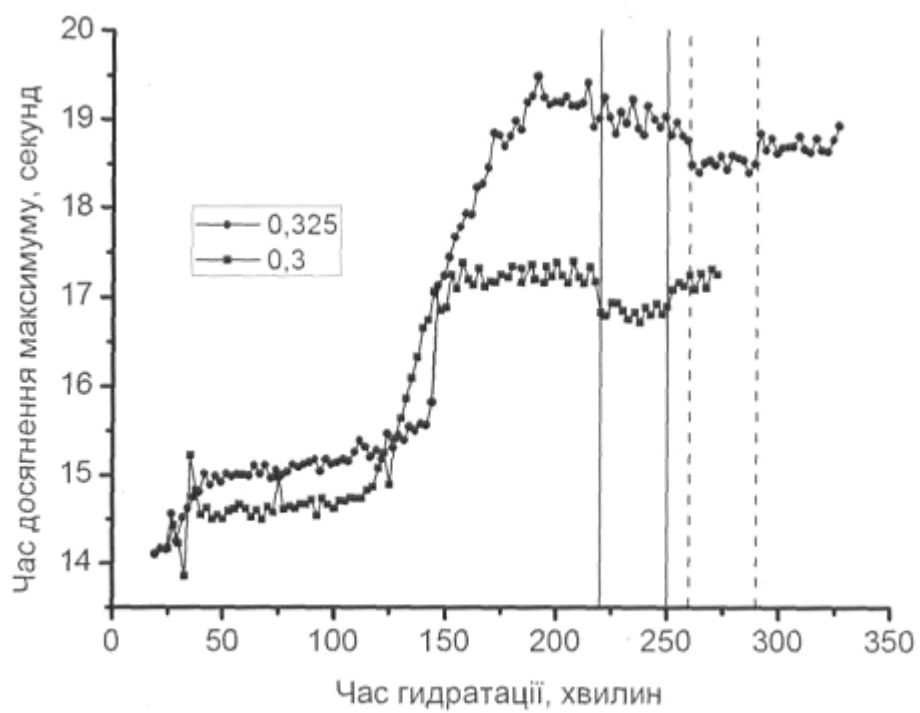
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фіг. 6

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601