

CERAMIKA BADANIA	N O R M A B R A N Ź O W A	<b>BN-82</b>
	Ceramika Metody badań	<b>7001-08</b>
	Oznaczanie nasiąkliwości i porowatości	Zamiast BN-69/7001-08
		Grupa katalogowa 0819

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie nasiąkliwości i porowatości otwartej i całkowitej wypalonych materiałów i wyrobów ceramicznych.

**1.2. Rodzaje metod.** Rozróżnia się dwie metody oznaczania nasiąkliwości i porowatości:

- a) nasywanie próbek wodą przez gotowanie,
- b) nasywanie próbek wodą w urządzeniu próżniowym.

**1.3. Zakres stosowania metody.** Metodę należy wybrać w zależności od wymagań normy przedmiotowej dla materiałów i wyrobów, dla których badanie jest wykonywane.

### 1.4. Określenia

**1.4.1. nasiąkliwość ( $N$ )** — stosunek masy wody wchłoniętej przez próbkę do masy tej próbki w stanie suchym przed nawilżeniem.

**1.4.2. porowatość otwarta ( $P_o$ )** — stosunek objętości porów napełnionych wodą w czasie badania do objętości próbki.

**1.4.3. porowatość całkowita ( $P_c$ )** — stosunek objętości porów otwartych i zamkniętych do objętości próbki.

## 2. METODY BADAŃ

**2.1. Zasada metody** polega na wypełnieniu otwartych porów badanej próbki wodą, w wyniku gotowania (metoda wg 1.2a) lub zastosowania podciśnienia (metoda wg 1.2b).

### 2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Laboratoryjna suszarka elektryczna z regulacją temperatury.
- b) Termometr z podziałką 0,5 °C,
- c) Waga techniczna z dokładnością do 0,01 lub analityczna.
- d) Eksykator z CaCl<sub>2</sub>,
- e) Naczynie do gotowania o pojemności 2 ÷ 3 l, z siatką metalową wkładaną na dno,
- f) Miękka tkanina wchłaniająca wodę,
- g) Urządzenie próżniowe z manometrem o zakresie 0 ÷ 300 hPa,

h) Waga hydrostatyczna.

i) Zlewka szklana mieszcząca swobodnie jedną próbkę.

k) Podstawka do ustawienia zlewki nad szalką wagi technicznej (w przypadku braku oryginalnej wagi hydrostatycznej).

l) Sprzęt i materiały do oznaczania gęstości wg PN-64/H-04184.

m) Cienka nylonowa nitka.

### 2.3. Pobieranie i przygotowanie próbki do badań

**2.3.1. Pobieranie i przygotowanie próbki do badań surowców ilastych.** Pobieranie próbki surowca ilastego należy wykonać wg BN-64/7011-09, w ilości 0,5 ÷ 1,0 kg. Próbkę wysuszyć do stanu powietrznosuchego, rozgnieść w moździerzu, przetrzeć przez sito o boku oczka 4 mm, doprowadzić do stanu plastycznego, ujednolicić i odpowietrzyć w sposób praktykowany w laboratoriach ceramicznych. Uformować próbki o dowolnym kształcie, zwracając uwagę, aby po wypaleniu nie ważyły mniej niż 15 g. Wypalić w temperaturze wymaganej normą przedmiotową dla surowca lub w innej ustalonej temperaturze.

**2.3.2. Pobieranie i przygotowanie próbek mas ceramicznych.** Masę ceramiczną w ilości 0,5 ÷ 1,0 kg należy przygotować w sposób przewidziany technologią produkcji lub pobrać próbkę masy bezpośrednio przed stanowiskiem formowania wyrobów. Uformować kształtki jak w 2.3.1 i wypalić w temperaturze przewidzianej procesem technologicznym.

**2.3.3. Pobieranie i przygotowywanie próbek z wyrobów gotowych.** Z każdego wyrobu należy przygotować pięć próbek przez wycięcie lub wyłupanie. W przypadku większych wyrobów, próbki należy pobrać z różnych jego miejsc. Probki nie powinny zawierać wgłębień i pęknięć zatrzymujących wodę. Probki szklawione dwustronnie powinny mieć nie mniej niż 1/3 powierzchni bocznej wolnej od szkliwa. Pojedyncza próbka powinna ważyć nie mniej niż 15 g. Dla wyrobów bardzo spieczonych, dla których ważenie próbki powinno odbywać się na wadze analitycznej, masa próbki może wynosić nie mniej niż 8 g.

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki  
Ustanowiona przez Ministerstwo Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1983 poz. 4)

## 2.4. Wykonanie oznaczania

**2.4.1. Wykonanie oznaczania nasiąkliwości ( $N$ ) metodą nasycania próbek wodą przez gotowanie.** Oznaczenie należy wykonać równoległe na co najmniej 5 próbkach. Probki oczyścić sprężonym powietrzem, ewentualnie suchym pędzelkiem lub szczotką, a następnie wysuszyć w temperaturze  $105 \pm 110$  °C do stałej masy. Wysuszone próbki ostudzić w eksykatorze do temperatury pokojowej. Do nasycania próbek stosować wodę destylowaną.

Probki zważyć z dokładnością do 0,01 g na wadze technicznej lub do 0,001 g na wadze analitycznej i umieścić na siatce w naczyniu do gotowania, zawierającym taką ilość wody, aby próbki zanurzone były do  $\frac{1}{3}$  swej wysokości.

Probki o kształcie płaskim lub wydłużonym ustawić do nasycenia i gotowania w pozycji pionowej.

Po upływie pół godziny dolać tyle wody, aby próbki były zanurzone do  $\frac{2}{3}$  swojej wysokości. Po upływie następnej pół godziny dolać tyle wody, aby próbki zostały całkowicie pokryte wodą, z nadmiarem na wyparowanie części wody w początkowym okresie gotowania. Probki gotować przez dwie godziny z umiarkowaną intensywnością wrzenia, uzupełniając ilość wody tak, aby nie dopuścić do odsłonięcia próbek. Po zakończeniu gotowania próbki pozostawić w wodzie do powolnego studzenia w ciągu trzech godzin. Jeżeli po tym czasie temperatura wody i próbek jest wyższa od pokojowej, dolewać zimną wodę, aby w ciągu jednej godziny ochłodzić wodę w naczyniu i próbkę do temperatury pokojowej.

Po co najmniej czterech godzinach od zakończenia gotowania, próbki kolejno wyjmować z wody, wycierać wilgotną tkaniną chłonącą wodę, zważyć ( $m_n$ ) z dokładnością do 0,015 g na wadze technicznej lub do 0,001 g na wadze analitycznej.

Jeżeli nasiąkliwość próbki jest równa lub większa niż 8 %, badanie należy uznać za zakończone. Jeżeli nasiąkliwość próbki jest mniejsza niż 8 %, próbkę należy włożyć do wody i pozostawić zanurzoną w wodzie (całkowicie) do następnego dnia; zważyć po upływie doby od rozpoczęcia gotowania i obliczyć nasiąkliwość.

Jeżeli na dnie naczynia, w którym gotowały się próbki, znajdują się okruchy próbek, badanie należy powtórzyć.

**2.4.2. Obliczanie wyników oznaczania.** Nasiąkliwość ( $N$ ) pojedynczych próbek należy obliczyć, w procentach, wg wzoru

$$N = \frac{m_n - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

$m_s$  — masa próbki suchej,

$m_n$  — masa próbki nawilżonej.

Wynik badania danego materiału stanowi średnią arytmetyczną nasiąkliwości co najmniej pięciu próbek.

W zależności od wielkości pojedynczych wyników, nasiąkliwość badanego materiału określić:

a) w przypadku gdy nasiąkliwość pojedynczych próbek nie przekracza wielkości 1,0 — obliczyć średnią wszystkich wyników,

b) w przypadku gdy nasiąkliwość pojedynczych próbek jest większa niż 1,0 — średnią należy obliczyć tylko wtedy, jeżeli różnica między skrajnymi wielkościami pojedynczych wyników nie przekracza wielkości dopuszczalnych podanych niżej, dla nasiąkliwości mieszczących się w odpowiednich zakresach:

zakres nasiąkliwości, %	dopuszczalna różnica, %
od 1 do 3	0,5
od 3 do 6	1,0
od 6 do 10	2,0
od 10 do 15	3,0
od 15 do 20	4,0
od 20 do 30	5,0

jeżeli nasiąkliwość serii pojedynczych próbek znajduje się w dwu lub więcej zakresach, przyjmując do oceny różnicę dopuszczalną dla zakresu o mniejszych wielkościach;

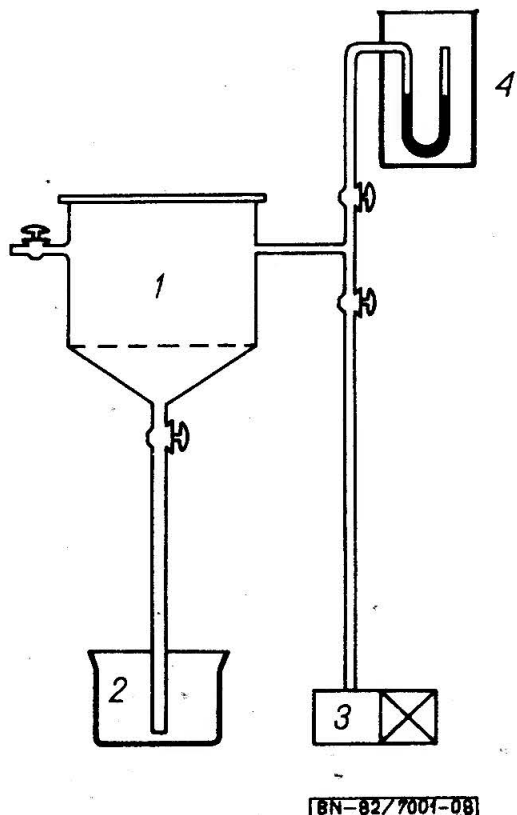
jeżeli różnice między pojedynczymi wynikami są większe od podanych wyżej zakresów, badanie należy powtórzyć; w przypadku ponownego uzyskania różnic większych od dopuszczalnych dla danego zakresu, nasiąkliwość badanego materiału zapisać jako mieszczącą się między skrajnymi wielkościami wyników pojedynczych — zapisać wynik najmniejszy i największy „od — do“

c) w przypadku nasiąkliwości większych, niż 30 %, — wynik należy zapisać zakresem skrajnych wielkości nasiąkliwości pojedynczych próbek (przykłady zapisu wyniku — wg tablicy).

Nasiąkliwość pojedynczych próbek, %	Zapis wyniku końcowego %
0,2; 0,7; 0,9; 1,0; 1,0	0,76
0,2; 0,7; 0,9; 1,0; 1,1	0,2 — 1,1
0,3; 0,9; 1,0; 1,1; 1,0	0,3 — 1,1
1,2; 1,7; 1,3; 1,5; 1,1	1,1 — 1,7
1,2; 1,6; 1,3; 1,5; 1,1	1,34
3,2; 3,7; 4,3; 3,9; 4,0	3,2 — 4,3
5,8; 6,5; 6,2; 6,8; 7,5	5,8 — 7,5

**2.4.3. Wykonanie oznaczania nasiąkliwości ( $N$ ) metodą nasycania próbek w urządzeniu próżniowym.** Oznaczenie należy wykonać równoległe na co najmniej pięciu próbkach. Probki oczyszczone, wysuszone i zważone jak w 2.4.1 ułożyć na siatce w komorze próżniowej urządzenia pokazanego schematycznie na rysunku.

Komorę zamknąć i po uruchomieniu pompy próżniowej wytworzyć podciśnienie 25 hPa, a następnie podwyższyć ciśnienie do 250 hPa. Z małą szybkością wprowadzać wodę do komory próżniowej aż do całkowitego zanurzenia próbek. Podciśnienie utrzymywać przez 5 min, po czym wyrównać ciśnienie w komorze



1 — komora próżniowa, 2 — zbiornik z wodą, 3 — pompa próżniowa z silnikiem, 4 — manometr

z ciśnieniem atmosferycznym. Po upływie jednej godziny nasycone próbki wyjąć z wody, wilgotną tkaniną chłonącą wodę usuwać jej nadmiar z powierzchni próbek, próbki ważyć z dokładnością do 0,01 g na wadze technicznej lub do 0,001 g na wadze analitycznej. Wynik obliczyć jak w 2.4.2.

**2.4.4. Wykonanie oznaczania porowatości ( $P$ ).** Próbki nasycone wodą i zważone wg 2.4.1 lub 2.4.3 zważyć z dokładnością do 0,01 g na wadze hydrostatycznej lub na wadze technicznej, z zastosowaniem możliwie naj-

lżejszej nici nylonowej jako uchwytu próbki do zawieszenia jej na belce wagi ponad szalką tak, aby próbka swobodnie i całkowicie zanurzyła się w wodzie w czasie ważenia.

Oznaczyć gęstość badanego materiału wg PN-64/H-04184.

**2.4.5. Obliczanie wyników oznaczania.** Porowatość otwartą ( $P_o$ ) pojedynczych próbek obliczyć, w procentach, wg wzoru

$$P_o = \frac{m_n - m_s}{m_n - m_w} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

$m_s$  — masa próbki suchej,

$m_n$  — masa próbki nasyconej wodą,

$m_w$  — masa próbki nasyconej wodą, ważonej w wodzie.

Porowatość całkowitą ( $P_c$ ) obliczyć, w procentach, wg wzoru

$$P_c = \frac{d - d_p}{d} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

$d_p$  — gęstość pozorna próbki obliczona ze wzoru  $\frac{M_s}{(m_n - m_w)} \cdot d_w^{-1}$

$d$  — gęstość badanego materiału (ciężar właściwy),

$d_w$  — gęstość wody.

Wynik badania porowatości stanowi średnia arytmetyczna co najmniej 5 próbek. Średnią obliczyć jak w 2.4.2.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/7001-08

- wyłączono z normy metodę porozymetryczną,
- niezależniono metodę badania od wielkości nasiąkliwości,
- określono czas badania,
- określono warunki obliczania średniej wyników badania.

3. Normy związane

PN-64/H-04184 Materiały ogniotrwałe. Oznaczanie gęstości  
BN-64/7011-09 Surowce ceramiczne. Pobieranie i przygotowanie średnich próbek laboratoryjnych

4. Autorzy projektu normy: mgr inż. Grażyna Kochlik, inż. Kazimierz Michalski — Instytut Szkła i Ceramiki Filia w Pruszkowie