

ODLEWNICTWO	NORMA BRANŻOWA	BN-74 4027-11
	Badania emalii szklistych	1090
	Oznaczanie ługoodporności	Grupa katalogowa III 89

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie ługoodporności emalii szklistych chemoodpornych, przeznaczonych do powlekania urządzeń i aparatury chemicznej żeliwnej i stalowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Metodę z 5N roztworem wodorotlenku sodowego stosuje się do badań przemysłowych, metodę z 1N roztworem wodorotlenku sodowego do badań rozjemczych.

1.3. Określenia. Ługoodporność jest to odporność emalii szklistej na działanie gorącego roztworu wodorotlenku sodowego.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Wytyczne ogólne

2.1.1. Przygotowanie próbek. Z blachy stalowej walcowanej na zimno grubości $1,5 \pm 2,0$ mm wyciąć 10 próbek w kształcie krążków o średnicy 105 mm z otworem o średnicy 2,5 mm (którego środek powinien znajdować się w odległości 3 mm od brzegu próbki), służącym do zawieszania próbki. Wycięte próbki wyżarzyć w temperaturze $500 \pm 600^{\circ}\text{C}$ przez 10 min, wytrawić w kwasie solnym 10-procentowym przez 2 min, wypłukać starannie wodą i wysuszyć. Przygotowane próbki pokryć dwustronnie przez zanurzenie lub natryskiwanie emalią podstawową na wyroby z blachy stalowej i wysuszyć w suszarce laboratoryjnej lub pospiesznej promiennikowej w temperaturze nie przekraczającej 100°C . Z kolei próbki z wysuszoną emalią podstawową wypalać w pozycji wiszącej w piecu laboratoryjnym w temperaturze właściwej dla danej emalii. Grubość emalii podstawowej po wypaleniu (sprawdzana wg BN-76/4027-08) powinna być jednakowa na wszystkich próbkach. Emalią kryjącą pokryć wszystkie próbki jednostronnie, zwracając uwagę, aby warstwa emalii na brzegach płytki była możliwie cienka. Przy nakładaniu emalii (sposobem mokrym lub pudrowym), po wysuszeniu warstwy emalii, a przed jej wypaleniem, należy usunąć

emalię z pasa odległego od brzegu próbki o $2 + 3$ mm. Emalią kryjącą można pokrywać próbki dwa lub trzykrotnie a nawet czterokrotnie, aż do uzyskania gładkiej i pozbawionej porów lub zanieczyszczeń błyszczącej powierzchni.

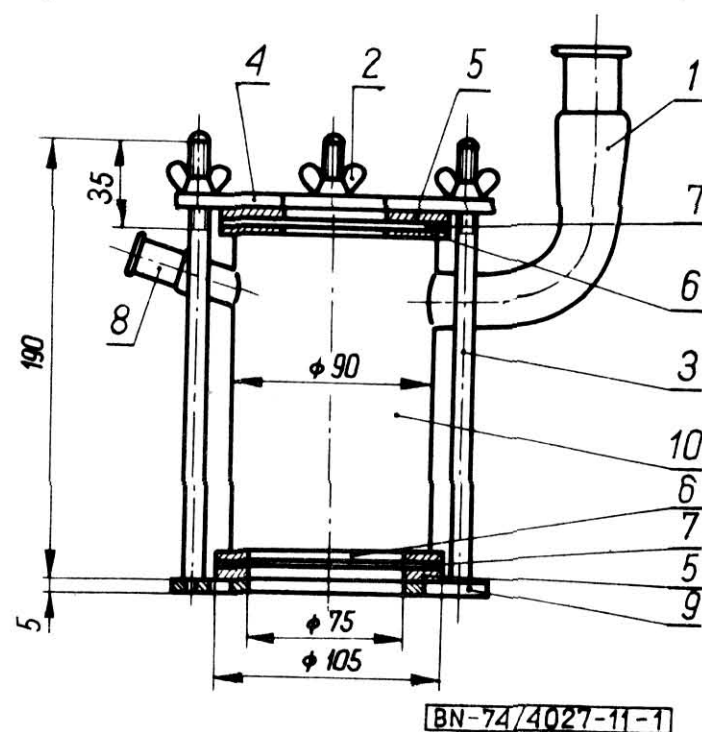
2.1.2. Sprawdzanie szczelności powłoki emalii. Szczelność powłoki emalii na przygotowanych próbkach sprawdzić wg BN-74/4027-13. Do oznaczania ługoodporności emalii przeznaczyć próbki z całkowicie szczelną powłoką emalii.

2.2. Metoda z 5N roztworem wodorotlenku sodowego

2.2.1. Zasada oznaczania polega na umieszczeniu dwóch emaliowanych próbek w urządzeniu do oznaczania ługoodporności, ogrzewaniu ich przez 8 h w naczyniu napełnionym 5N roztworem wodorotlenku sodowego, utrzymanym w stanie wrzenia następnie przemyciu i suszeniu oraz zważeniu próbek.

2.2.2. Aparatura i urządzenia

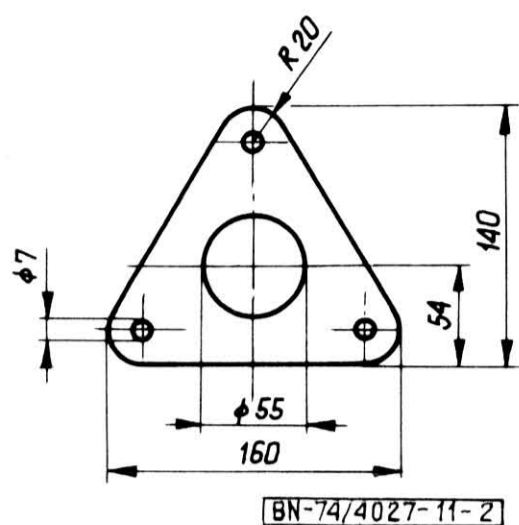
a) Urządzenie do oznaczania ługoodporności (rys. 1).



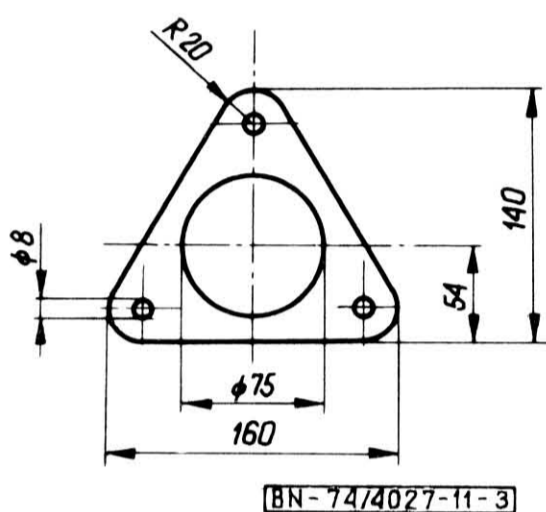
Rys. 1

1 - połączenie do chłodnicy zwrotnej, 2 - nakrętka motylkowa, 3 - pręty stalowe obudowy, 4 - płyta górna ze stali nierdzewnej (wymiały na rys. 2), 5 - pierścień azbestowy, 6 - pierścień gumowy o średnicy zewnętrznej 100 mm, i wewnętrznej 78 mm, 7 - próbka emaliowana, 8 - połączenie do termometru, 9 - płyta dolna ze stali nierdzewnej (wymiały na rys. 3), 10 - cylinder ze szkła odpornego chemicznie lub z kwarcu (rys. 4)

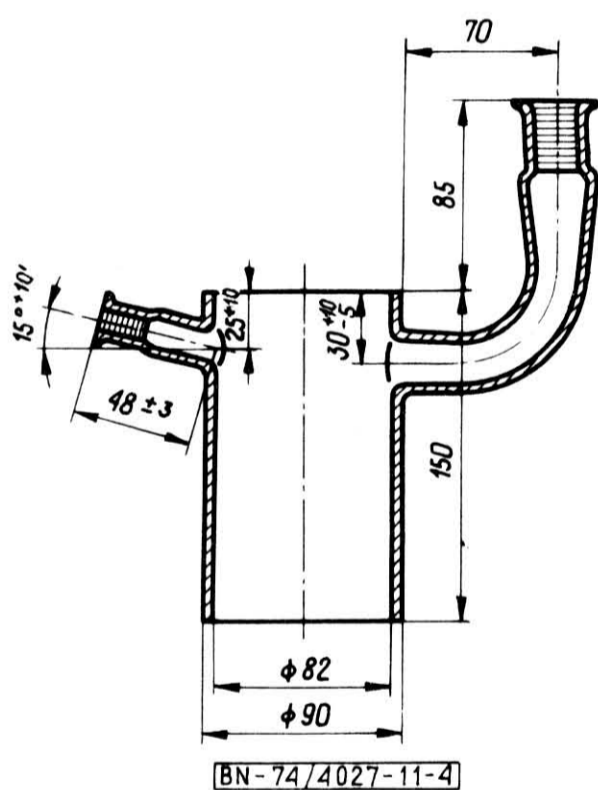
Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa – Kraków
Ustanowiona przez Dyrektora Instytut Odlewnictwa dnia 19 lutego 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 lipca 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1974 poz. 73)



Rys. 2



Rys. 3



Rys. 4

- b) Termometr o zakresie temperatur $0 \pm 150^{\circ}\text{C}$.
- c) Chłodnica zwrotna.
- d) Suszarka z termoregulacją.
- e) Kuchenka elektryczna o średnicy płytki grzejnej minimum 170 mm lub palnik gazowy.

2.2.3. Roztwory i odczynniki

a) Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 5N – 200,0 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 . Po ostygnięciu zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Roztwór w kolbie chronić przed dostępem dwutlenku węgla. Przed każdorazowym użyciem należy przygotować świeży roztwór.

b) Kwas octowy cz. d. a., roztwór 5-procentowy: rozcieńczyć kwas octowy 100- lub 80-procentowy wodą destylowaną.

c) Alkohol etylowy, roztwór 96-procentowy.

2.2.4. Wykonanie oznaczania. Emaliowane próbki opłukać wodą destylowaną, następnie alkoholem etylowym i suszyć przez 2 h w temperaturze 120°C . Z kolei próbki włożyć do eksykatora i po ostygnięciu zważyć z dokładnością do 0,2 mg. Założyć 2 próbki do urządzenia do oznaczania ługoodporności (rys. 1), przy czym próbka badana stanowi dno cylindra, a druga próbka (niebadana) jego przykrywkę. Obie próbki założyć stronami pokrytymi emalią do wnętrza cylindra. Docisnąć śruby mocujące, założyć termometr i wlać przez otwór przeznaczony do założenia chłodnicy 350 cm^3 wrzącego 5N roztworu wodorotlenku sodowego, a następnie założyć chłodnicę, przez którą należy przepuszczać wodę. Roztwór wodorotlenku sodowego ogrzewać przez 8 h, utrzymując go w temperaturze wrzenia. Po upływie 8 h przerwać ogrzewanie roztworu wodorotlenku sodowego, złuzować śruby mocujące, wyjąć termometr, odłączyć chłodnicę, zdjąć górną próbkę i wylać roztwór z cylindra. Cylinder przepłukać wodą destylowaną o temperaturze 40°C . Wyjąć dolną próbkę i przemyć ją przy użyciu miękkiej gąbki zimnym 5-procentowym roztworem kwasu octowego i na końcu zimną wodą destylowaną. Usunąć bardzo ostrożnie z próbki i ewentualne resztki gumy z pierścienia uszczelniającego, ponownie przepłukać próbkę wodą destylowaną i alkoholem etylowym. Próbki suszyć w temperaturze 120°C przez 2 h, następnie włożyć do eksykatora i po ostygnięciu zważyć z dokładnością do 0,2 mg.

2.2.5. Obliczanie wyników. Ługoodporność emalii (L) w mg/cm^2 obliczyć wg wzoru

$$L = \frac{a_1 - a_2}{F} \quad (1)$$

w którym:

- a_1 – masa próbki badanej przed ogrzewaniem, mg,
- a_2 – masa próbki badanej po 8 h ogrzewania, mg,
- F – pole powierzchni emaliowanej próbki, cm^2 .

2.2.6. Dopuszczalna różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku średniego. Jeżeli wartość ługoodporności jednej z badanych próbek odbiega więcej niż o 20% od średniej arytmetycznej, należy je odrzucić przy ustaleniu ostatecznej wartości ługoodporności. W przypadku gdy wartość ługoodporności 2 badanych próbek odbiega więcej niż o 20% od średniej arytmetycznej, należy ponownie przeprowadzić oznaczanie przy użyciu nowych próbek.

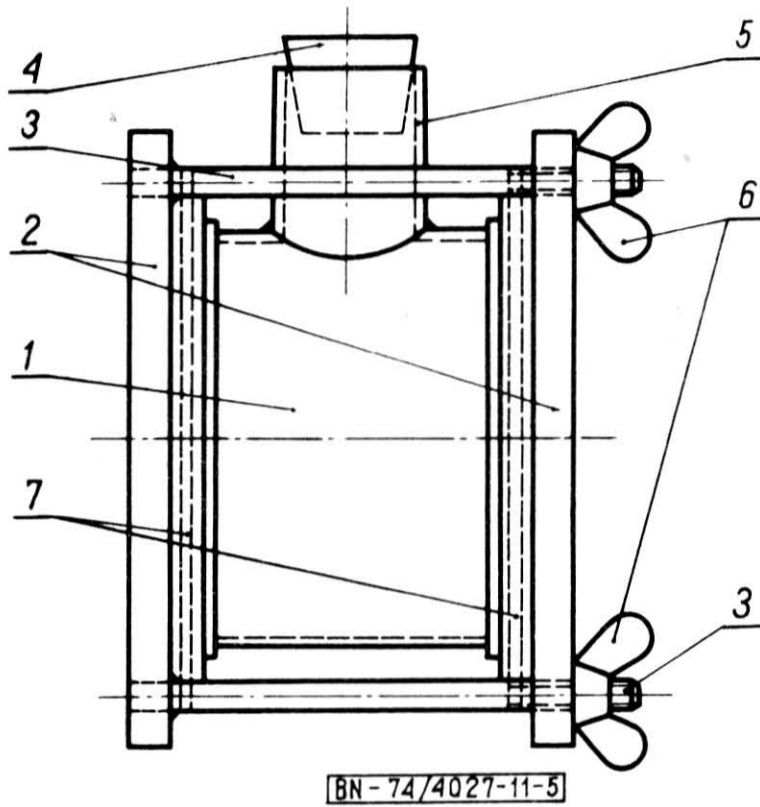
2.2.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników 4 kolejnych oznaczeń zgodnych z 2.2.6.

2.3. Metoda z 1N roztworem wodorotlenku sodowego

2.3.1. Zasada oznaczania polega na umieszczeniu dwóch emaliowanych próbek w urządzeniu do oznaczania ługoodporności, ogrzewaniu ich przez 48 h w naczyniu napelnionym 1N roztworem wodorotlenku sodowego o temperaturze 80°C . Następnie przemyciu i suszeniu oraz zważeniu próbek.

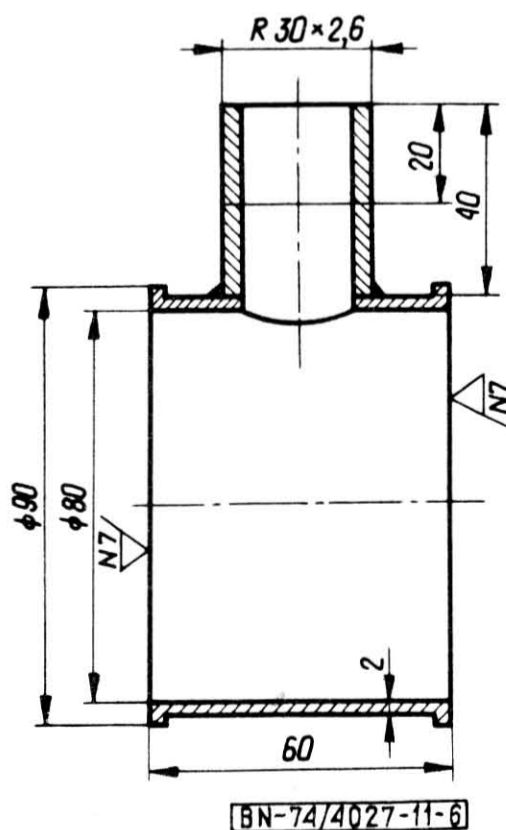
2.3.2. Aparatura i urządzenia

a) Urządzenie do oznaczania ługoodporności wg rys. 5.

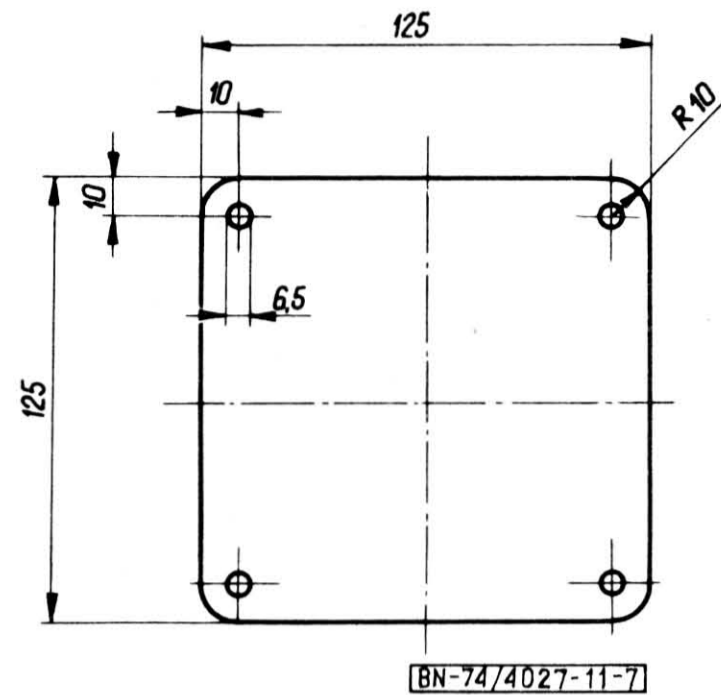


Rys. 5

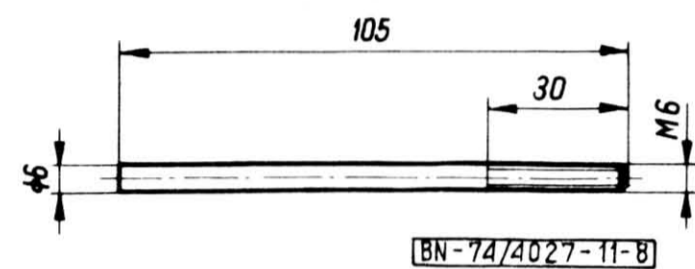
1 - cylinder ze szkła odpornego chemicznie lub z kwarcu o średnicy wewnętrznej 80 mm (wymiar na rys. 6), 2 - płyty stalowe (wymiar na rys. 7), 3 - pręt stalowy obudowany (wymiar na rys. 8), 4 - korek gumowy, 5 - króciec do napełniania cylindra, 6 - nakrętki motylkowe, 7 - badane próbki w pierścieniu gumowym



Rys. 6



Rys. 7



Rys. 8

b) Termostat umożliwiający utrzymanie temperatury w granicach $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

2.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 1N: 40,00 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , po ostygnięciu zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Roztwór w kolbie chronić przed dostępem dwutlenku węgla. Przed każdym użyciem należy przygotować świeży roztwór.

b) Kwas octowy cz. d. a., roztwór 5-procentowy: rozcieńczyć kwas octowy 100- lub 80-procentowy wodą destylowaną.

c) Alkohol etylowy, roztwór 96-procentowy.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Emaliowane próbki opłukać wodą destylowaną, następnie alkoholem etylowym i suszyć przez 2 h w temperaturze 120°C . Z kolei próbki włożyć do eksykatora i po ostygnięciu zważyć z dokładnością do 0,2 mg. Założyć dwie próbki do urządzenia do oznaczania ługoodporności (rys. 5), przy czym obie próbki badane założyć stronami pokrytymi emalią do wnętrza cylindra. Docisnąć śruby mocujące, włożyć urządzenie do termostatu o temperaturze $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$ na 15 min, następnie wlać około 320 cm^3 1N roztworu wodorotlenku sodowego ogrzanego do temperatury $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$ do cylindra, przy czym roztwór powinien całkowicie zakrywać powierzchnie badanych próbek, i zatkać cylinder korkiem gumowym. Cylinder ponownie włożyć do termostatu o temperaturze $80 \pm 1^{\circ}\text{C}$ i od tego momentu cylinder z badanymi próbkami napełniony roztworem wodorotlenku sodowego pozostaje w

termostacie przez 48 h. W czasie przeprowadzania oznaczania należy kontrolować temperaturę termostatu za pomocą termometru. Po upływie 48 h wyjąć cylinder z termostatu, wylać roztwór wodorotlenku sodowego, przepłukać wodą destylowaną o temperaturze 40°C, zluźnić śruby mocujące i wyjąć obie badane próbki. Próbki przemyć za pomocą miękkiej gąbki zimnym 5-procentowym roztworem kwasu octowego i na końcu zimną wodą destylowaną. Usunąć bardzo ostrożnie ewentualne resztki gumy z pierścienia uszczelniającego, ponownie przepłukać próbki wodą destylowaną i alkoholem etylowym. Próbki suszyć przez 2 h w temperaturze 120°C, następnie włożyć do eksykatora i po ostygnięciu zważyć z dokładnością do 0,2 mg.

2.3.5. Obliczanie wyników. Ługoodporność emalii (L) w mg/cm² · doba obliczyć wg wzoru

$$L = \frac{a_1 - a_2}{F \cdot 2} \quad (2)$$

w którym:

- a_1 – masa próbki badanej przed ogrzewaniem, mg,
- a_2 – masa próbki badanej po 48 h ogrzewania, mg,
- F – pole powierzchni emaliowanej próbki, cm².

2.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami nie powinna przekraczać 15% wyniku średniego. Jeżeli wartość ługoodporności jednej z badanych próbek odbiega więcej niż o 15% od średniej arytmetycznej, należy je odrzucić przy ustaleniu ostatecznej wartości ługoodporności. W przypadku gdy wartość ługoodporności dwóch badanych próbek odbiega więcej niż o 15% średniej arytmetycznej, należy ponownie przeprowadzić oznaczanie przy użyciu nowych próbek.

2.3.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników 4 kolejnych oznaczeń zgodnych z 2.3.6.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Instytut Odlewnictwa, Kraków.

2. Normy związane
BN-76/4027-08 Emalie szkliste. Badania. Oznaczanie grubości
BN-74/4027-13 Badania emalii szklistych. Wykrywanie wad nieciągłości prądem wysokiego napięcia

3. Normy zagraniczne

NRF DIN 51 1156 Prüfung von Email. Bestimmung der Beständigkeit gegen heisse Natronlauge

4. Uwagi do wydania II. Wydanie bez zmian.

5. Autorzy projektu normy – doc. dr Jan Buciewicz, mgr inż. Halina Pawłowska, mgr inż. Zygmunt Smoleń, mgr inż. Edmund Zdebski – Instytut Odlewnictwa, Kraków.