

MATERIAŁY BUDOWLANE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Materiały ogniotrwałe	6760-02
	Oznaczanie porowatości porozymetrem rtęciowym	
		Grupa katalogowa VIII 29

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda oznaczania porowatości otwartej materiałów sypkich porozymetrem rtęciowym, jej rozłożenia w trzech klasach, a mianowicie makroporowatości, porowatości pośredniej i mikroporowatości oraz porowatości całkowitej i gęstości pozornej.

### 1.2. Określenia

**1.2.1. Porowatość otwarta** - wyrażony w procentach stosunek objętości otwartych porów próbki (połączonych z atmosferą), do całkowitej objętości próbki, łącznie z wszystkimi jej porami.

W zakresie porowatości otwartej wyróżnia się: makroporowatość, porowatość pośrednia i mikroporowatość.

**1.2.1.1. Makroporowatość** - pory zapełniane przez rtęć pod ciśnieniem atmosferycznym, lecz nie zapełniane przez rtęć pod próżnią (średnica porów około 14 do 100  $\mu$ )

**1.2.1.2. Porowatość pośrednia** - pory zapełniane przez wodę, lecz nie zapełniane przez rtęć (średnica porów około 2,9 do 14  $\mu$ )

**1.2.1.3. Mikroporowatość** - pory zapełniane przez powietrze, lecz nie zapełniane przez wodę (średnica porów poniżej 2,9  $\mu$ )

**1.2.2. Porowatość całkowita** - wyrażony w procentach stosunek całkowitej objętości porów (otwartych i zamkniętych) próbki do całkowitej objętości próbki łącznie ze wszystkimi jej parami.

**1.2.3. Gęstość pozorna** - wyrażony w  $g/cm^3$  stosunek masy suchej próbki, do całkowitej objętości próbki łącznie ze wszystkimi jej parami.

### 1.3. Normy związane

PN-64/H-04184 Materiały ogniotrwałe. Oznaczanie gęstości

## 2. METODA OZNACZANIA

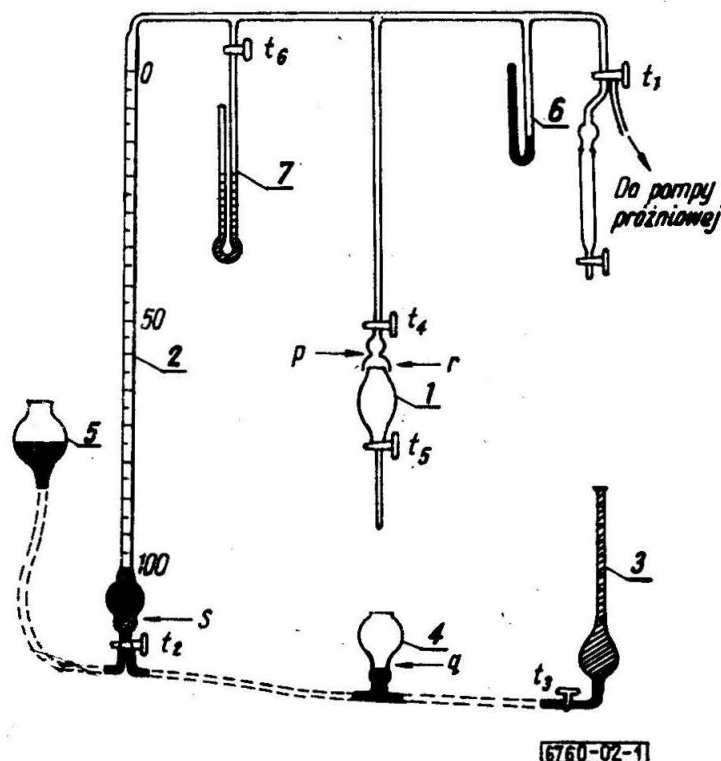
**2.1. Zasada oznaczania** polega na określeni objętości rtęci, powietrza i wody zapełniającej puste przestrzenie w zbiorniku z próbką i obliczeniu objętości pozornej badanej próbki.

## 2.2. Przygotowanie próbki

Próbkę w ilości 70 + 120 g, w zależności od gęstości badanego materiału, należy rozdrobnić na ziarna o średnicy 2 + 5 mm. Objętość próbki po rozdrobieniu powinna wynosić około 100  $cm^3$ . Następnie próbkę należy wysuszyć w temperaturze 110 + 135°C.

**2.3. Aparatura pomiarowa i przyrządy.** Porozymetr rtęciowy schematycznie podano na rysunku. Porozymetr rtęciowy składa się: ze zbiornika 1 o objętości około 100  $cm^3$ , z biurety 2 o objętości około 100  $cm^3$ , wykalibrowanej z dokładnością do 0,1  $cm^3$ , ze zbiorników 3, 4, i 5, manometru 7 wypełnionego olejem, manometru rtęciowego 6 oraz kurków:  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ ,  $t_4$ ,  $t_5$ ,  $t_6$ .

Przed przystąpieniem do pracy z porozymetrem rtęciowym należy napełnić go rtęcią oraz wykalibrować zbiornik 1.



Schemat porozymetru rtęciowego

Instytut Materiałów Ogniotrwałych

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Materiałów Ogniotrwałych dnia 7 stycznia 1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 10 czerwca 1965 r.

(Mon. Pol. nr 30/1965 poz. 169)

### 2.3.1. Napełnianie porozymetru rtęciowego

Do zbiornika 5 należy wlać rtęć, po czym otworzyć kurek  $t_2$  dla połączenia zbiornika 5 z biuretą 2 i doprowadzić rtęć do połowy wysokości biurety. Następnie kurek  $t_2$  przestawić tak, aby biureta 2 była połączona ze zbiornikiem 4, otworzyć  $t_3$  przy zbiorniku 3 i doprowadzić rtęć poza  $t_3$ , następnie kurek  $t_3$  zamknąć. W zbiorniku 4 rtęć doprowadzić do poziomu  $q$ , po czym połączyć przy pomocy kurka  $t_2$  biuretę 2 ze zbiornikiem 4 i doprowadzić rtęć w biurecie 2 do 0.

### 2.3.2. Kalibrowanie zbiornika 1

Rtęć z biurety 2 wprowadzić do zbiornika 4 ( $100 \text{ cm}^3$ ), zamknąć kurek  $t_2$ , podnieść zbiornik 4 do zbiornika 1. Otworzyć  $t_1$  dla połączenia z pompą próżniową i włączyć pompę. Następnie powoli otworzyć kurek  $t_4$  i  $t_5$  i doprowadzić rtęć w zbiorniku 1 do punktu  $p$ , po czym zamknąć  $t_4$  i  $t_5$ , wyłączyć pompę i zlikwidować próżnię przez przestawienie kurka  $t_1$  na połączenie z powietrzem. Opuścić zbiornik 4. Jeżeli poziom rtęci w zbiorniku 4 znajduje się poniżej  $q$ , należy doprowadzić kilka  $\text{cm}^3$  rtęci do biurety 2 ze zbiornika 5, a następnie poziom rtęci w zbiorniku 4 wyrównać do  $q$ .

Odczytać ilość dodanych  $\text{cm}^3$  rtęci, w ten sposób otrzymamy wartość  $A$  czyli objętość zbiornika 1. Jeżeli po napełnieniu zbiornika 1 w naczyniu 4 rtęć znajduje się powyżej  $q$ , ilość tę należy doprowadzić do biurety 2 i odjąć od  $100 \text{ cm}^3$ , które poprzednio zostały wprowadzone do zbiornika 4.

Wartość  $A$  może być poniżej lub powyżej  $100 \text{ cm}^3$ , zależnie od wielkości zbiornika 1. Kalibrowanie należy przeprowadzić tylko raz przy uruchomieniu aparatury.

### 2.4. Wykonanie oznaczania

Wysuszoną i odważoną próbką napełnić zbiornik 1 aż do brzegów, przy równoczesnym potrząsaniu.

Złożyć zbiornik 1 do porozymetru. Rtęć w biurecie 2 doprowadzić do 0, a w zbiorniku 4 do punktu  $q$ , następnie należy:

- 1) odczytać poziom rtęci w biurecie 2 ( $x_1$ ),
- 2) zamknąć  $t_1$ ,
- 3) podnieść zbiornik 4 tak, aby zamurzyć dolną część kapilary zbiornika 1 w rtęci,
- 4) otworzyć  $t_4$  i  $t_5$ ,
- 5) otworzyć  $t_2$  i połączyć biuretę 2 ze zbiornikiem 4,
- 6) po napełnieniu kapilary rtęcią do poziomu  $t_5$ , zamknąć ten ostatni,
- 7) otworzyć  $t_1$  na powietrze. Po wyrównaniu poziomów w biurecie 2 i zbiorniku 4 zamknąć  $t_2$ ,
- 8)  $t_1$  przestawić na połączenie z pompą próżniową,
- 9) ewakuować układ przez 10 min,

10) otworzyć  $t_5$  i napełnić zbiornik 1 rtęcią aż do poziomu  $p$  (przez około 2 min), zamknąć  $t_4$  i  $t_5$ ,

11) opuścić zbiornik 4 do dolnej pozycji. Otworzyć  $t_2$  i wyrównać poziom rtęci w zbiorniku 4 do znaku  $q$ ,

12) zlikwidować próżnię przez połączenie  $t_1$  z powietrzem,

13) odczytać poziom rtęci w biurecie 2 ( $x_2$ ),

14) otworzyć  $t_2$  i przelać nieco rtęci z biurety 2 do zbiornika 4, zamknąć  $t_2$ ,

15) podnieść zbiornik 4 do kapilary zbiornika 1 tak, aby kapilara była zanurzona,

16) otworzyć  $t_5$ ,

17) gdy rtęć w zbiorniku 1 dojdzie do  $t_4$  zamknąć  $t_5$ ,

18) otworzyć  $t_4$  bardzo wolno, następnie otworzyć  $t_5$  i doprowadzić rtęć do punktu  $p$  podpuszczając nadmiar rtęci do zbiornika 4,

19) opuścić zbiornik 4 w dół,

20) wyrównać poziom rtęci w zbiorniku 4 do punktu  $q$ , przez odprowadzenie nadmiaru do biurety 2,

21) odczytać poziom rtęci w biurecie ( $x_3$ ),

22) połączyć biuretę 2 ze zbiornikiem 5, przez obrót kurka  $t_2$ ,

23)  $t_2$  zamknąć, gdy rtęć osiągnie poziom  $S$ ,

24) otworzyć  $t_6$ ,

25) zamknąć  $t_1$ ,

26) podnieść zbiornik 4 do kapilary zbiornika 1,

27) otworzyć  $t_5$ . Podczas wypływania rtęci ze zbiornika 1 do zbiornika 4, otworzyć  $t_2$  łącząc zbiornik 5 z biuretą 2 i podwyższyć zbiornik 5 tak, aby na manometrze 7 nie było różnicy ciśnienia. Po osiągnięciu przez rtęć poziomu  $t_5$ , zamknąć  $t_5$  i  $t_2$ ,

28) po 10 min od chwili opróżnienia zbiornika 1 wyrównać poziom oleju w manometrze 7 przez podniesienie zbiornika 5 lub odpuszczenie rtęci do zbiornika 5, manipulując kurkiem  $t_2$ ,

29) zamknąć  $t_6$ ,

30) otworzyć  $t_1$  na powietrze,

31) odczytać poziom rtęci w biurecie 2 ( $x_4$ ),

32) otworzyć  $t_2$  i rtęć przelać z biurety 2 do zbiornika 5, aż do osiągnięcia poziomu  $S$ ; zamknąć  $t_2$ ,

33) połączyć zbiornik 4 z biuretą 2 przez obrót kurka  $t_2$ ,

34) przelać rtęć ze zbiornika 4 do biurety 2, aż do osiągnięcia poziomu  $q$ ,

35) zamknąć  $t_2$ ,

36) odczytać poziom rtęci w biurecie 2 ( $x_5$ ),

37) zbiornik 3 zapełnić wodą i odczytać poziom wody w zbiorniku 3 ( $x_6$ ),

- 38) podnieść zbiornik 4 do kapilary zbiornika 1,  
 39) otworzyć  $t_5$  i bardzo wolno wylać rtęć z kapilary do zbiornika 5; opuścić zbiornik 4 z powrotem,  
 40) zamknąć  $t_1$ ,  
 41) podnieść zbiornik 3 tak, aby kapilara zbiornika 1 zanurzyła się w wodzie,  
 42) otworzyć  $t_2$  wypuszczając rtęć z biurety 2 do zbiornika 4; gdy woda osiągnie poziom  $t_5$ , ten ostatni zamknąć,  
 43) otworzyć  $t_1$  na powietrze,  
 44) gdy rtęć w biurecie 2 osiągnie poziom S, zamknąć  $t_2$ ,  
 45)  $t_1$  przestawić za połączenie z pompą próżniową,  
 46) ewakuować zbiornik 1 przez 8 min,  
 47) zamknąć  $t_4$ ,  
 48) otworzyć  $t_1$  na powietrze,  
 49) operując jednocześnie kurkami  $t_5$  i  $t_3$ , napełnić zbiornik 1 do poziomu  $t_4$  (około 1 min). Jednocześnie należy podnieść zbiornik 4 tak, aby rtęć wpływając do zbiornika 3, wypychała wodę do zbiornika 1,  
 50) zamknąć  $t_5$  i  $t_3$ ,  
 51) przelać rtęć ze zbiornika 3 do zbiornika 4, aż do osiągnięcia poziomu q,  
 52) otworzyć  $t_4$ ,  
 53) po 15 min od chwili rozpoczęcia zasysania wody, otworzyć  $t_5$ ,  
 54) odstawić zbiornik 3 do poprzedniego położenia,  
 55) odczytać stan wody w zbiorniku 3 ( $x_7$ ).

Po zakończeniu pomiaru, należy wyczyścić zbiornik 1. Próbkę zanieczyszczoną rtęcią umieszcza się na sicie i przepłukuje wodą zbierając rtęć do parownicy. Zbiornik wysuszyć i przygotować do następnego pomiaru.

Sprawdzić szczelność pompy.

Dla prac ruchowych wystarczy oznaczanie makroporowatości i sumy porowatości pośredniej i mikroporowatości, wobec tego nie należy przeprowadzać oznaczenia z wodą (nie wykonywać czynności od punktu 37 + 55).

**2.5. Obliczanie wyników.** Na podstawie wartości otrzymanych w toku oznaczania należy obliczyć objętość pozorną ( $V$ ) badanego materiału:

- a) w rtęci pod próżnią ( $V_{Hg \text{ pr.}}$ )

$$V_{Hg \text{ pr.}} = A - (x_2 - x_1)$$

- b) w rtęci pod ciśnieniem atmosferycznym ( $V_{Hg}$ )

$$V_{Hg} = A - (x_3 - x_4)$$

- c) w wodzie ( $V_{H_2O}$ )

$$V_{H_2O} = V_{Hg} - (x_7 - x_6)$$

- d) w powietrzu ( $V_{\text{pow.}}$ )

$$V_{\text{pow.}} = V_{Hg} - (x_5 - x_4)$$

w którym:

$A$  - objętość zbiornika 1 od znaku p do końca kapilary,  $\text{cm}^3$ ,

$x_1$  do  $x_7$  - wartości odczytane w czasie pomiaru.

**2.5.1. Porowatość otwarta ( $P$ )** stanowi sumę trzech części składowych wyznaczonych poniżej podanych wzorów:

- a) makroporowatość ( $P_1$ ) należy obliczyć w procentach

$$P_1 = 100 - \frac{100 V_{Hg}}{V_{Hg \text{ pr.}}}$$

- b) porowatość pośrednią ( $P_2$ ) należy obliczyć w procentach

$$P_2 = \frac{100 V_{Hg}}{V_{Hg \text{ pr.}}} - \frac{100 V_{H_2O}}{V_{Hg \text{ pr.}}}$$

- c) mikroporowatość ( $P_3$ ) należy obliczyć w procentach

$$P_3 = \frac{100 V_{H_2O}}{V_{Hg \text{ pr.}}} - \frac{100 V_{\text{pow.}}}{V_{Hg \text{ pr.}}}$$

- d) porowatość otwartą ( $P$ ) należy obliczyć w procentach

$$P = P_1 + P_2 + P_3$$

- e) sumę porowatości pośredniej i mikroporowatości ( $P_4$ ) obliczyć w procentach

$$P_4 = \frac{100 V_{Hg}}{V_{Hg \text{ pr.}}} - \frac{100 V_{\text{pow.}}}{V_{Hg \text{ pr.}}}$$

- f) porowatość otwartą ( $P$ ) w tym przypadku wynosi w procentach

$$P = P_1 + P_4$$

**2.5.2. Porowatość całkowita ( $P$ )** należy obliczyć w procentach

$$P_0 = \left(1 - \frac{e_p}{q}\right) \cdot 100$$

w którym:

$e_p$  - gęstość pozorna próbki,  $\text{g/cm}^3$ ,

$e$  - gęstość próbki,  $\text{g/cm}^3$  (wg PN-64/H-04184),

2.5.3. Gęstość pozorna ( $e_p$ ) należy obliczyć wg wzoru

$$e_p = \frac{m}{V_{\text{Hg pr}}}$$

w którym:

$m$  - masa suchej próbki, g.

2.5.4. Wynik. Za wynik badania należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch oznaczeń, wyliczoną

z następującą dokładnością:

- porowatość otwarta do 0,1%,
- porowatość całkowita do 0,1%,
- gęstość pozorna do 0,01  $\text{g/cm}^3$ .

2.5.5. Dokładność oznaczania. Dopuszczalna różnica między wynikami:

Porowatość i gęstość	Dla jednego laboratorium	Dla różnych laboratoriów
Porowatość otwarta	0,5%	1%
Porowatość całkowita	0,5%	1%
Gęstość pozorna	0,02 $\text{g/cm}^3$	0,04 $\text{g/cm}^3$

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania IV

Poprawiono oczywiste błędy.