

MATERIAŁY BUDOWLANE	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Materiały ogniotrwałe	6760-10
	Oznaczanie zawartości mulitu i korundu	Grupa katalogowa VIII 29

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest chemiczna metoda oznaczania zawartości mulitu, korundu i łącznej zawartości fazy szklistej, wliczając kwarc i krystobalit w glinokrzemianowych wyrobach ogniotrwałych zawierających powyżej 35%  $Al_2O_3$ .

**1.2. Zasada metody.** W celu oznaczenia fazy szklistej oraz sumy mulitu i korundu jedną część próbki poddaje się trawieniu mieszaniną kwasu fluorowodorowego i solnego w temperaturze pokojowej, w ciągu 15 min.

W celu oznaczenia korundu drugą część próbki wytrawia się gorącym kwasem fluorowodorowym w ciągu 50 min.

Z pozostałości po rozpuszczeniu drogą wycień określa się zawartość mulitu, korundu i fazy szklistej łącznie z kwarcem i krystobalitem.

### 1.3. Normy związane

PN-69/H-04154 Analiza chemiczna materiałów ogniotrwałych glino-krzemianowych

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Przygotowanie próbki.** Próbkę należy przygotować wg PN-69/H-04154.

### 2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Woda destylowana.
- b) Kwas solny (1,19) cz.d.a.
- c) Kwas fluorowodorowy 40-procentowy, cz.d.a.
- d) Mieszanina kwasów solnego i fluorowodorowego w stosunku 1+1.

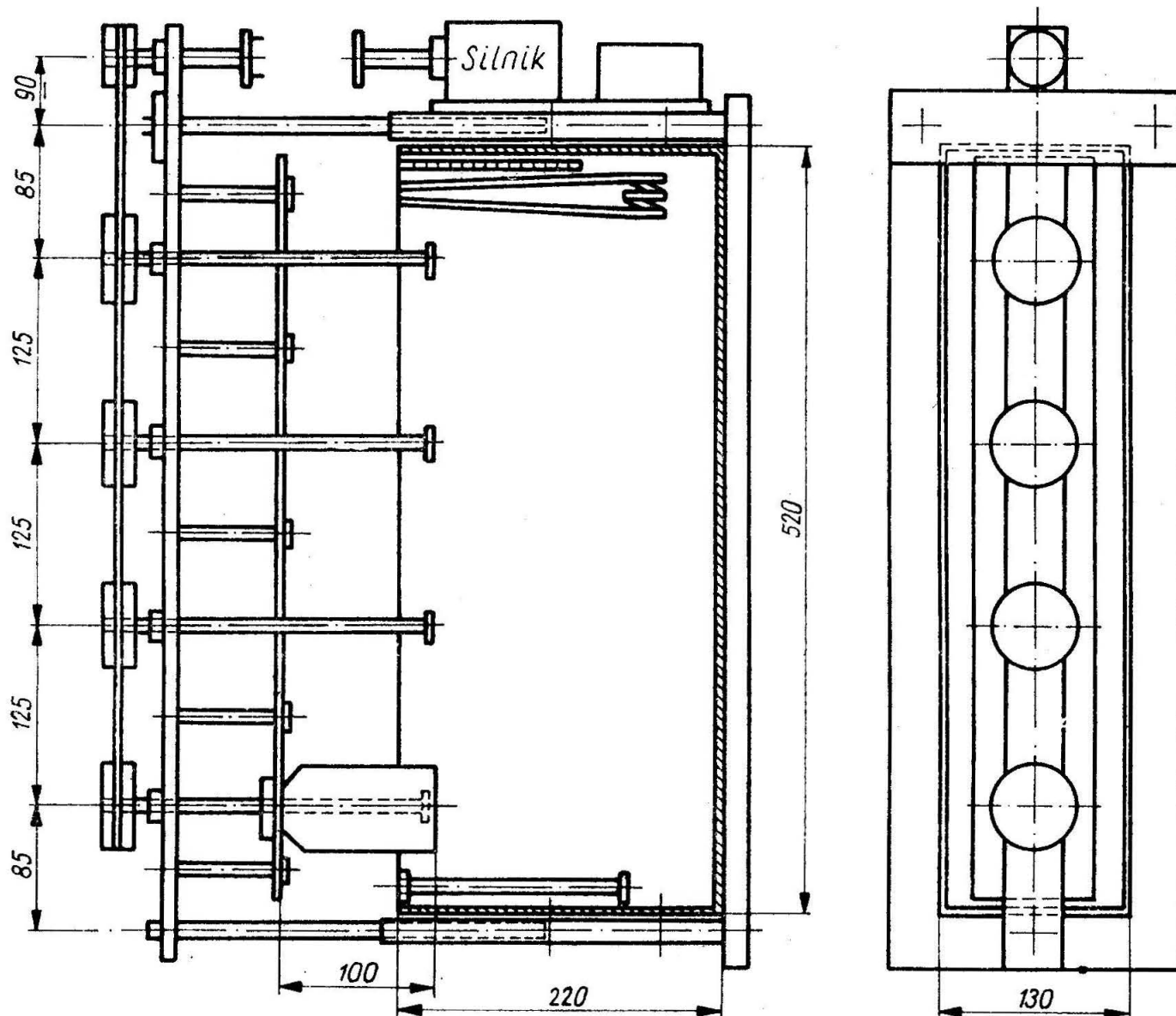
### 2.3. Aparatura i przyrządy

- a) Miski polietylenowe lub platynowe o średnicy około 80 mm, pojemności około 250  $cm^3$ .
- b) Lejki z polietylenu o średnicy około 70 mm.
- c) Tygle platynowe lub korundowe pojemności 30  $cm^3$ .
- d) Aparatura do pracy z gorącym kwasem fluorowodorowym, w której skład wchodzi:
  - łaźnia z mieszaniną gliceryna-woda, zaopatrzona w urządzenie do ogrzewania i stabilizacji temperatury roztworu,
  - statyw z uchwytem dla czterech naczyń polietylenowych,
  - zakrywane naczynia polietylenowe o średnicy 60 mm i pojemności 250  $cm^3$ ,
  - mieszadła do mieszania roztworu w łaźni i mieszaniny reakcyjnej w naczyniach polietylenowych,
  - silnik elektryczny.

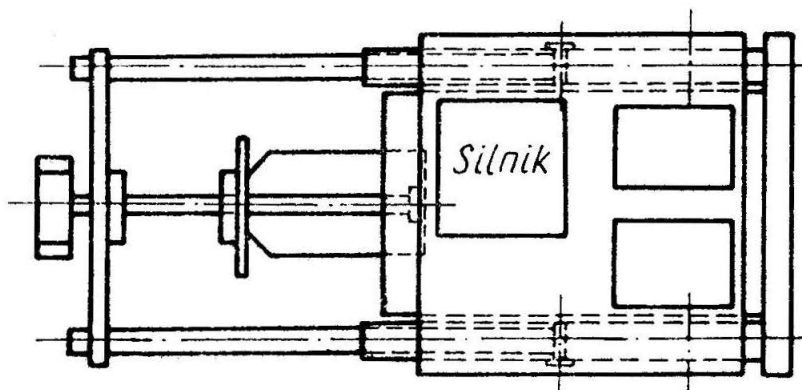
Aparatura ta powinna być umieszczona pod dygestorium z dobrze działającym wyciągiem.

Schemat aparatury do oznaczania zawartości korundu i mulitu — wg rysunku. Brakujące wymiary należy dobrać doświadczalnie.

Instytut Materiałów Ogniotrwałych  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Materiałów Ogniotrwałych  
dnia 24 sierpnia 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą  
od dnia 1 kwietnia 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 37/1973 poz. 112)



6760-10



#### 2.4. Oznaczanie fazy szklistej oraz łącznej zawartości mulitu i korundu

**2.4.1. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie należy przeprowadzić przy użyciu dwóch odważek próbki po 0,500 g każda.

Próbki zważyć z dokładnością do 0,001 g, umieścić w czystych, suchych miskach polietylenowych lub platynowych, zalać 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasu solnego i fluorowodorowego, wymieszać i pozostawić na 15 ÷ 17 min w temperaturze 20 ± 3°C. Następnie zawartość misek rozcieńczyć 30 cm<sup>3</sup> wody i przesączyć przez podwójny sączek twardy. Nierozpuszczoną pozostałość przemyć na sączku

wodą i wielokrotnie (5 ÷ 8 razy) wodą gorącą. Trawienie próbek mieszaniną kwasów jak również sączenie i przemywanie pozostałości należy wykonywać pod dygestorium z dobrze działającym wyciągiem.

Przemytą pozostałość wraz z sączkiem przenieść do zważonego tygla, ostrożnie spopielić bibułę w 300 ÷ 400°C i wyprażyć w piecu muflowym w temperaturze 1000 ± 50°C do stałej masy (45 ÷ 60 min). Tygiel ostudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g. Otrzymana pozostałość odpowiada sumie zawartości mulitu (M) i korundu (K).

**2.4.2. Obliczanie wyników.** Sumę zawartości mulitu i korundu ( $M+K$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$(M+K) = \frac{m_1 + m_2}{2a} \cdot 100$$

w którym:

$m_1$  — nierozpuszczalna pozostałość z pierwszej odważki, g,

$m_2$  — nierozpuszczalna pozostałość z drugiej odważki, g,

$a$  — wyjściowa odważka próbki, g.

Zawartość fazy szklistej i wolnej krzemionki ( $S$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$S = 100 - (M+K)$$

Wyniki oznaczań zaokrąglić do liczb całkowitych.

## 2.5. Oznaczanie zawartości korundu

**2.5.1. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie przeprowadzić przy użyciu dwóch odważek próbki badanego materiału po 0,500 g każda.

Odważki próbki zważone z dokładnością do 0,001 g umieścić w czystych i suchych naczyniach z tworzywa syntetycznego (polietylen, teflon) zalać 30 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i przykryć pokrywkami. Naczynia umocować w statywie i umieścić w roztworze łaźni nagrzanym do 90 ± 1°C wg rysunku. Zawartość naczyń stale mieszać w ciągu 50 min. Następnie mieszałką odłączyć i dokładnie przemyć wodą; naczynia wyjąć z łaźni i do każdego wlać ostrożnie po 30 cm<sup>3</sup> wody. Dalej postępować jak w 2.4.1.

Nierozpuszczony osad na sączku stanowi korund.

Dopuszcza się trawienie odważek próbki kwasem fluorowodorowym w miskach platynowych

ogrzewanych na łaźni wodnej. W tym przypadku należy wziąć dwie odważki po 1,000 g umieścić je w czystych suchych miskach platynowych, dołać do 80 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i pozostawić w czasie 30 min na wrzącej łaźni wodnej mieszając co 3÷4 min łopatką platynową. Następnie postępować wg 2.4.1.

Stosowanie kwasu fluorowodorowego wymaga zachowania szczególnej ostrożności ze względu na jego żrące działanie na skórę i drogi oddechowe. Wszystkie czynności z kwasem fluorowodorowym należy wykonywać pod dygestorium z dobrze działającym wyciągiem.

**2.5.2. Obliczanie wyników.** Zawartość korundu ( $K$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$K = \frac{m_3 + m_4}{2a} \cdot 100$$

w którym:

$m_3$  — nierozpuszczalna pozostałość z pierwszej odważki, g,

$m_4$  — nierozpuszczalna pozostałość z drugiej odważki, g,

$a$  — wyjściowa odważka próbki, g.

Zawartość mulitu ( $M$ ) obliczyć w procentach z różnicy nierozpuszczalnych pozostałości, otrzymanych po trawieniu odważek wg 2.4.1 i 2.5.1 wg wzoru

$$M = (M+K) - K$$

Wyniki oznaczań zaokrąglić do liczb całkowitych.

**2.6. Dopuszczalne różnice wyników analizy.** Przy wykonaniu równoległych oznaczeń różnica średnich wyników nie powinna przekraczać 2% (abs.).

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6760-10

Odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG PC 3089-71 Изделия огнеупорные. Метод определения муллита и корунда