

MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Materiały ogniotrwałe	6760-17
	Przygotowanie próbki końcowej do analizy chemicznej	Grupa katalogowa 0829

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sposób przygotowania próbki końcowej materiału ogniotrwałego do analizy chemicznej.

1.2. Określenia. Próbka końcowa — próbka otrzymana przez rozdrabnianie, mieszanie i pomniejszanie próbki laboratoryjnej, przeznaczona do badań.

1.3. Zasada metody. Próbkę laboratoryjną surowca, tworzywa ogniotrwałego nieformowanego lub wyrobu poddaje się rozdrabnianiu wstępnemu, przesiewaniu, mieszaniu, pomniejszaniu i końcowemu rozdrabnianiu do uzyskania odpowiedniej ilości próbki końcowej o maksymalnej wielkości ziarn 0,063 mm oraz o składzie odpowiadającym składowi chemicznemu badanego materiału.

2. URZĄDZENIA

Do przygotowania próbki końcowej stosuje się:

- a) sita kontrolne o wielkości boku oczka: 0,063; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,2; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0,
- b) naczynka wagowe,
- c) kruszarkę laboratoryjną,
- d) młynek laboratoryjny lub płytę stalową z tłuczkiem,
- e) moździerz mechaniczne lub ręczne z elementami ścierającymi z agatu, węgla wolframu, korundu spiekanego lub ze stali,
- f) suszarkę,
- g) urządzenie do dzielenia próbek,
- h) eksykator.

3. PRZYGOTOWANIE PRÓBKİ KOŃCOWEJ

3.1. Pobieranie próbki. Z materiału nie formowanego próbkę laboratoryjną należy pobrać i przygotować wg PN-71/H-12004.

Z wyrobów ogniotrwałych próbkę laboratoryjną przygotowuje się z próbki pobranej zgodnie z PN-75/H-12003. Z każdego wyrobu wchodzącego w skład

próbki lub z jego części należy odjąć kilka kawałków z powierzchni i ze środka, o łącznej masie nie mniejszej niż 1 kg. Całość tego materiału stanowi próbkę laboratoryjną.

Do oznaczeń nie stanowiących badań rozjemczych dopuszcza się ograniczenie masy próbki pobieranej z wyrobu do 200 g. Dotyczy to również wyrobów o małej masie.

Jeżeli wyrób ma duże wymiary, dopuszcza się pobranie próbki tylko z jego powierzchni, ze strony niepracującej.

Jeżeli wygląd wyrobu wskazuje, że właściwości warstwy powierzchniowej są inne niż warstw wewnętrznych, np. w wyrobach glazurowanych, to warstwę tę należy odrzucić. W przypadku konieczności zbadania warstwy zewnętrznej, należy przygotować z niej osobną próbkę.

3.2. Wstępne rozdrabnianie i pomniejszanie próbki. Próbkę laboratoryjną, złożoną z kawałków lub ziarn o wymiarach większych od wymaganego uziarnienia próbki końcowej, należy w całości rozdrobnić w kruszarce laboratoryjnej, w młynku laboratoryjnym lub na płycie stalowej.

Rozdrobnioną próbkę należy pomniejszyć, z zachowaniem jej reprezentatywności. W tym celu próbkę należy przesiać przez odpowiednie sito i określić maksymalną wielkość ziarn. Następnie, po dokładnym wymieszaniu próbki, należy usypać z niej stożek w taki sposób, aby materiał zsypywał się z jego wierzchołka równomiernie na wszystkie strony. Przygotowany stożek spłaszczyć do $\frac{1}{4}$ jego pierwotnej wysokości i podzielić symetrycznie na 4 części. Dwie przeciwległe części odrzucić, a z pozostałych, po wymieszaniu, uformować nowy stożek. Cwiartowanie należy powtarzać do uzyskania próbki o masie określonej w tablicy dla danego uziarnienia.

Pomniejszanie próbki można przeprowadzać również za pomocą aparatu dzielącego.

Rozdrabnianie, przesiewanie i pomniejszanie próbki należy kontynuować zgodnie z wymaganiami podanymi w tablicy.

Zgłoszona przez Instytut Materiałów Ogniotrwałych
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Materiałów Ogniotrwałych dnia 8 października 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1981 poz. 90)

Maksymalny wymiar ziarn w próbce laboratoryjnej przy jej zmniejszaniu mm	Minimalna ilość materiału po zmniejszeniu kg
powyżej 10 do 20	4,0
powyżej 5 do 10	2,0
powyżej 4 do 5	1,0
powyżej 3,2 do 4	0,7
powyżej 2 do 3,2	0,4
powyżej 1 do 2	0,2
powyżej 0,5 do 1	0,1
powyżej 0,2 do 0,5 do 0,2	0,04 0,02

W przypadku gdy w procesie wstępnego rozdrabniania próbka została zanieczyszczona cząstkami żelaza metalicznego, należy je usunąć magnesem.

W przypadku gdy rozdrabniany materiał zawiera składniki magnetyczne, stosowanie magnezu jest niedopuszczalne. Próbkę taką należy rozdrabniać w warunkach wykluczających zanieczyszczenie żelazem, np. w moździerzu lub młynku z wyłożeniem z węgla wolframu, albo innego materiału, którego zawartość w badanej próbce można dokładnie określić w toku analizy.

3.3. Końcowe przygotowanie próbki. Próbkę rozdrobnioną wstępnie do ziarn o maksymalnym wymiarze 0,2 mm i pomniejszoną do 20 g poddaje się dalszemu rozdrabnianiu w moździerzu mechanicznym lub ręcz-

nym tak, aby w całości przeszła przez sito o boku oczka 0,063 mm.

Do oznaczeń nie stanowiących badań rozjemczych dopuszcza się wstępne rozdrabnianie próbki do 0,5 mm, pomniejszanie jej do 20 g i dalsze rozdrabnianie do przejścia przez sito o boku oczka 0,063 mm.

Przy rozdrabnianiu próbki materiału o bardzo dużej twardości dopuszcza się zmniejszenie masy próbki.

Elementy ścierające moździerza należy dobrać tak, aby ich twardość była większa od twardości rozdrabnianego materiału oraz aby nie zanieczyszczały one badanego materiału niepożądanymi składnikami.

Jeżeli próbkę rozdrabnia się oddzielnymi porcjami, to całość materiału po przejściu przez sito kontrolne należy dokładnie wymieszać w moździerzu w ciągu 1 min.

Rozdrobnioną próbkę należy przechowywać w słoiku ze szklanym korkiem. Próbki niehigroskopijne mogą być przechowywane w papierowych torebkach lub pudełkach.

Przed wykonaniem oznaczania, zmieloną próbkę suszy się w temperaturze $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ do stałej masy. Masę uważa się za stałą, jeżeli różnica wyników dwóch kolejnych ważeń przed i po suszeniu w ciągu 30 min nie przewyższa 0,001 g.

Wysuszoną próbkę końcową przechowuje się w eksykatorze z materiałem pochłaniającym wilgoć.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Materiałów Ogniotrwałych, Gliwice.

2. Normy związane

PN-75/H-12003 Materiały ogniotrwałe. Pobieranie próbek i ocena partii wyrobów

PN-71/H-12004 Materiały ogniotrwałe. Pobieranie i przygotowanie próbek surowców, mlew i mas

3. Zalecenia międzynarodowe

RWPG CT СЭВ 2224-80 Материалы и изделия огнеупорные. Подготовка конечной пробы

4. Zalecany dobór moździerza do rozdrabniania próbki końcowej

Rodzaj materiału ogniotrwałego	Rodzaj materiału, z którego należy wykonać moździerz
Surowce i wyroby:	
— krzemionkowe	agat
— glinokrzemianowe (bez korundowych)	agat, mulit, tlenek glinu, węgiel boru
— korundowe	tlenek glinu, węgiel wolframu
— magnezytowe i dolomitowe	agat
— zawierające tlenek chromowy	agat
— zawierające cyrkon	tlenek glinu, węgiel wolframu
— zawierające węgiel krzemu	węgiel wolframu, węgiel boru