

MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-90
	Wyroby ogniotrwałe zawierające węgiel Przygotowanie próbek do badań	6760-18/01
		Grupa katalogowa 0829

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest przygotowanie próbek wyrobów ogniotrwałych zawierających węgiel do oznaczania własności fizycznych i chemicznych.

## 2. POBIERANIE PRÓBEK

Próbki do badań należy pobierać zgodnie z PN-75/H-12003 lub normami przedmiotowymi.

## 3. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

**3.1. Przygotowanie próbek przez rozdrabnianie do wielkości ziarn poniżej 0,063 mm.** Ze środka wyrobu przeznaczonego do badań odbić kilka kawałków i przygotować próbkę zgodnie z BN-81/6760-17.

Próbkę wyrobu zawierającego smołę rozbić małymi porcjami w moździerz udarowym (próbka zbija się w krążek), przenieść do moździerza z materiału odpowiedniego dla danego gatunku wyrobu, częściowo rozdrobnić, a następnie przesiać przez sito o boku oczka 0,063 mm. Pozostałość na sicie przenieść ponownie do moździerza i rozdrabniać tak długo, aż próbka w całości przejdzie przez sito. Następnie próbkę dokładnie ujednorodnić, mieszając ją przez 5 min w moździerzu.

Jeżeli rozdrobnioną próbkę przechowuje się, to przed każdym oznaczeniem należy ją ponownie ujednorodnić, ponieważ materiał łatwo ulega segregacji.

Próbkę wyrobu zawierającego grafit rozdrabniać w moździerzu z materiału odpowiedniego dla danego gatunku wyrobu, stosując częste odsiewanie na sicie o boku oczka 0,063 mm, aż do całkowitego przejścia próbki. Utartą próbkę umieścić na kalce technicznej o wymiarach 200×200 mm. Następnie ujednorodnić próbkę, mieszając ją 5 min przez uginanie kalki.

**3.2. Przygotowanie próbek przez rozdrabnianie do wielkości ziarn poniżej 2 mm.** Ze środka wyrobu przeznaczonego do badań wyciąć próbkę o grubości 25 mm wzdłuż całego przekroju o najmniejszej powierzchni. Następnie próbkę rozdrobnić zgodnie z BN-81/6760-17 p. 3.2 tak, aby w całości przeszła przez sito o boku

oczka 2 mm, po czym zmniejszyć przez ćwiartowanie do około 50 g uważając, aby nie nastąpiło rozfrakcjonowanie ziarn.

**3.3. Przygotowanie próbek przez wycinanie lub wywiercanie.** Próbki o wymiarach odpowiednich dla danej metody oznaczania należy wyciąć lub wywiercić, odrzucając zewnętrzną warstwę wyrobu o grubości 12 mm.

Jeżeli badany wyrób jest nasycany syciwami i jest za cienki na odcięcie 12 mm warstwy zewnętrznej, wtedy przed wycięciem próbki należy oszlifować powierzchnie wyrobu.

Próbki należy wycinać lub wywiercać w kierunku równoległym do kierunku prasowania wyrobu.

Próbki do oznaczania własności charakteryzujących teksturę z wyrobów zawierających grafit płatkowy zaleca się wycinać wzdłuż trzech osi wzajemnie prostopadłych.

Próbki należy wycinać i wywiercać na sucho. Dopuszcza się wycinanie na mokro i wysuszenie próbek w strumieniu ciepłego powietrza lub w suszarce z wentylatorem. Próbki powinny być ustawione na podpórkach z odpowiedniego materiału ceramicznego tak, aby przepływ powietrza obejmował wszystkie powierzchnie. Temperatura powietrza suszącego dla wyrobów zawierających lotne węglowodory nie może przekraczać 50°C.

Próbki zawierające wolne wapno nie mogą pozostać mokre na powietrzu dłużej niż ½ h.

Dopuszcza się przeprowadzanie niektórych oznaczeń (np. porowatość otwarta, gęstość pozorna) na próbkach w postaci kawałków odbitych z wnętrza wyrobu. Krawędzie kawałków należy oszlifować.

## 3.4. Przygotowanie próbek przez koksowanie

### 3.4.1. Urządzenia i materiały

a) Piec elektryczny z komorą umożliwiającą umieszczenie kasety; uzyskanie temperatury 1000°C w ciągu 3 h i jej utrzymanie przez 2 h. Drzwi pieca muszą być dostosowane do wprowadzenia przez nie termoelementu do pomiaru temperatury wewnątrz kasety.

b) Kasety z pokrywą ze stali żaroodpornej o grubości 3 mm, z otworem w pokrywie do wprowadzenia termoelementu. Wymiary kasety muszą być tak dobrane do wielkości próbek, aby umożliwiały umieszczenie dookoła nich warstwy koksu o grubości 25 mm.

Instytut Materiałów Ogniotrwałych

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Materiałów Ogniotrwałych dnia 31 stycznia 1990 r.

jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1990 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

c) Termoelement Ni-NiCr z miernikiem.

d) Koks metalurgiczny lub kryptol o uziarnieniu  $0,5 \div 2$  mm, uprzednio wygrzany w kasecie w temperaturze  $1000^{\circ}\text{C}$  w ciągu 2 h i przechowywany w warunkach zabezpieczających przed nawilgoceniem.

**3.4.2. Próbki** o kształcie wymaganym dla danej metody oznaczania przygotować zgodnie z 3.3.

**3.4.3. Koksowanie próbek.** Próbki należy umieścić w kasecie na warstwie koksu o grubości 25 mm, w odległości od siebie i od ścian kasety minimum 25 mm. Jeżeli w kasecie pozostają wolne miejsca, to należy ustawić dodatkowe próbki z badanego materiału. Koks wsypać do kasety tak, aby próbki były otoczone nim ze wszystkich stron. Następnie nałożyć pokrywę, uszczelnić masą ogniotrwałą i wprowadzić termoelement do wnętrza kasety.

Piec nagrzać do temperatury  $1000 \pm 20^{\circ}\text{C}$  i utrzymywać tę temperaturę przez 2 h. Do tak przygotowanego pieca wstawić kasetę, umieszczając ją na warstwie grubych ziarn materiału ogniotrwałego.

Kasetę z próbkami wygrzewać 2 h od chwili uzyskania w jej wnętrzu temperatury  $980 \pm 20^{\circ}\text{C}$ . Następnie kasetę wyjąć z pieca, pozostawić do ostygnięcia do około  $100^{\circ}\text{C}$ , po czym przenieść próbki do eksykatora, ochłodzić do temperatury pokojowej i oczyścić z koksu.

### 3.5. Przygotowanie próbek przez usuwanie węgla

**3.5.1. Usuwanie węgla z próbek przeznaczonych do analizy chemicznej.** Próbkę wstępnie przygotować zgodnie z 3.2 niniejszej normy. Następnie umieścić ją w parownicy, wstawić do pieca i wyprażyć w atmosferze utleniającej, tj. przy otwartych drzwiach pieca w temperaturze  $1000 \div 1100^{\circ}\text{C}$  do stałej masy. Wyprażoną próbkę ochłodzić i rozdrobnić w moździerzku do wielkości ziarn poniżej 0,063 mm zgodnie z BN-81/6760-17 p. 3.3.

**3.5.2. Usuwanie węgla z próbek przeznaczonych do innych badań.** Próbki o kształcie i wymiarach wymaganych dla danej metody oznaczania przygotować zgodnie z 3.3. Następnie, próbki umieścić w piecu z automatyczną regulacją temperatury, w atmosferze utleniającej i ogrzewać z szybkością nie większą niż  $250^{\circ}\text{C}/\text{h}$  do temperatury  $1000 \div 1100^{\circ}\text{C}$ . Przetrzywać próbki w tej temperaturze aż do całkowitego usunięcia węgla.

Czas przetrzymywania próbek w temperaturze prażenia potrzebny do uzyskania stałej masy zależy od szybkości dopływu tlenu, gatunku wyrobu i postaci próbki. Dla próbek w kształcie sześciątów o boku 20 mm z wyrobów zawierających węgiel w postaci koksu czas prażenia wynosi około 6 h, a dla zawierających grafit — około 12 h. Dla próbek grubo utartych czas prażenia wynosi  $6 \div 12$  h, a dla rozdrobnionych poniżej 0,063 mm —  $1 \div 2$  h.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Materiałów Ognio-  
wych, Gliwice.

2. Normy związane

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

BN-81/6760-17 Materiały ogniotrwałe. Przygotowanie próbki koń-  
cowej do analizy chemicznej

3. Autor projektu normy — doc. dr Barbara Szejma.