

| | | |
|---------------------|---------------------------|--------------------------|
| CERAMIKA BADANIA | N O R M A B R A N Ż O W A | BN-81 |
| | Ceramika | 7001-01 |
| | Metody badań | Zamiast BN-65/7001-01 |
| | Oznaczanie topliwości | Grupa katalogowa 0819 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie topliwości w piecu z optycznym urządzeniem rejestrującym.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oznaczania topliwości:

- szkliv,
- topników.

1.3. Określenia

1.3.1. temperatura mięknięcia szkliva — temperatura, w której górne naroża pastylki wykonanej z badanej próbki ulegają zaokrągleniu.

1.3.2. temperatura topnienia szkliva — temperatura, w której pastylka badanej próbki przyjmuje kształt półkuli.

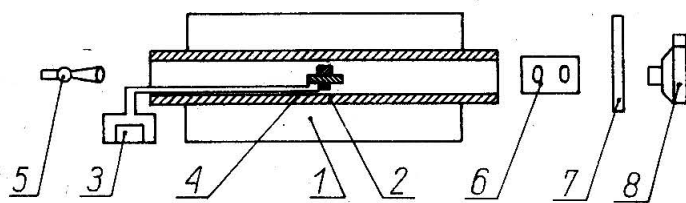
1.3.3. krzywa przebiegu topnienia — graficzne przedstawienie zmian wymiarów liniowych badanej próbki w zależności od temperatury.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na obserwacji i rejestracji fotograficznej zmian próbki zachodzących ze wzrostem temperatury.

2.2. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Mikroskop wysokotemperaturowy firmy Leitz lub Carl Zeiss (MHO-2) lub urządzenie własnej konstrukcji pokazane schematycznie na rys. 1.



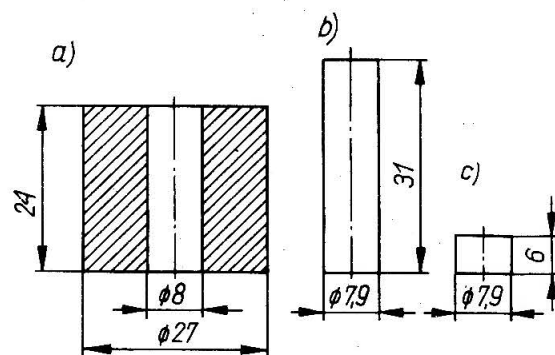
BN-81/7001-01-1

Rys. 1

Urządzenie składa się z pieca rurowego 1, np. typu PRS-1 lub innego z odpowiednim urządzeniem mierzą-

cym 2 i wskazującym temperaturę 3. Układ optyczny, za pomocą którego można obserwować i rejestrować zmiany badanej próbki 4, składający się z lampy mikroskopowej 5 LM 15 służącej do podświetlania próbki, obiektywu 6, ekranu 7 stanowiącego matową płytkę szklaną oraz kamery lustrzanej jednoobiektywowej 8.

b) Prasa mechaniczna lub ręczna, z formą i tłocznikami pokazanymi przykładowo na rys. 2.



BN-81/7001-01-2

Rys. 2

a) forma w przekroju, b) tłocznik górny, c) tłocznik dolny

c) Sito laboratoryjne o boku oczka 0,2 mm.

d) Płyta gipsowa.

e) Moździerz i parownice porcelanowe.

f) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury.

g) Czytnik, rzutnik lub powiększalnik fotograficzny.

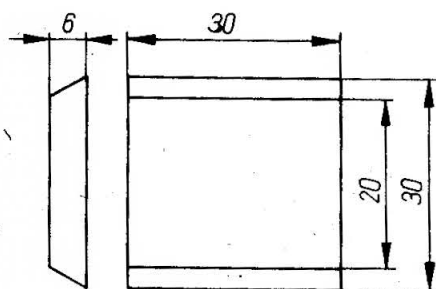
2.3. Przygotowanie pastylki do badań. Do badań należy użyć suchego szkliva lub topnika. Średnią próbkę należy pobrać zgodnie z BN-64/7011-09, następnie pobrać z niej do badań 50 g. W przypadku pobierania średniej próbki w postaci zawiesiny szkliva z młyną lub mieszadła, należy szklivo dokładnie wymieszać i pobrać próbkę w ilości 100 cm³. Próbkę tę odsączyć na płycie gipsowej i po przeniesieniu do parownicy wysuszyć w suszarce w temperaturze 110°C do stałej masy. Pobraną suchą próbkę rozdrobnić w moździerzu porcelanowym tak, aby całość przeszła przez sito o boku oczka 0,2 mm. Do tak przygotowanej próbki dodać wodę w ilości 10% w stosunku do suchego szkliva. W przypadku gdy próbka jest materiałem

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Szklarskiego i Ceramicznego VITROCER
dnia 7 kwietnia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1981, poz. 59)

nieplastycznym, dodać do wody dekstrynę lub alkohol poliwinylowy w ilości 3% w stosunku do suchego szkliwa. Po dokładnym wymieszaniu, półsuche szkliwo wysypać do formy i zaprasować pastylkę. W przypadku stosowania prasek ręcznych będących w wyposażeniu mikroskopów wysokotemperaturowych, próbka powinna mieć średnicę 3 mm i wysokość 3 mm. Natomiast stosując urządzenie własnej konstrukcji próbka powinna mieć średnicę 8 mm i wysokość 8 mm, a przy prasowaniu należy stosować ciśnienie wynoszące około 5 MPa. Z jednego szkliwa uformować 2 pastylki; jedną do badania, drugą jako zapasową w razie uszkodzenia pierwszej. Pastylki suszyć w suszarce w temperaturze 110°C.

2.4. Przygotowanie płytek podkładowych. Pastylkę ze szkliwa należy badać w piecu na płycie z masy, do której dopasowuje się badane szkliwo. Do każdego badania należy przygotować 2 płatki przez wycięcie z wyrobu wypalanego na biskwit lub przygotować ją w następujący sposób: formować z masy lejnnej, plastycznej, w zależności od reżimu technologicznego stosowanego przy produkcji danej masy.

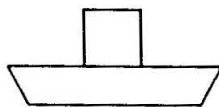
Kształt płytki i jej wymiary pokazano na rys. 3.



BN-81/7001-01-3

Rys. 3

Po uformowaniu płytki suszyć na powietrzu w temperaturze pokojowej, a następnie w suszarce w temperaturze 110°C. Po wysuszeniu wypalać w temperaturze, w jakiej wypala się dany wyrób na biskwit. Dla wyrobów nie wypalanych na biskwit płytę należy stosować bezpośrednio po uformowaniu i wysuszeniu. Do badań można stosować też płytki alundowe będące w wyposażeniu urządzeń. Na tak przygotowanej płytce ustawia się pastylkę do badania w piecu rurowym. Sposób ustawienia pastylki pokazano na rys. 4.



BN-81/7001-01-4

Rys. 4

2.5. Wykonanie oznaczenia. Przygotowaną pastylkę wstawić do pieca tak, jak jest pokazana na rys. 1. W przypadku urządzeń firmy Leitz lub Carl Zeiss Jena ustawienie pastylki odbywać się musi zgodnie z instrukcją tych aparatów. Do kamery włożyć film fotograficzny. Czas naświetlania należy dobrać doświadczalnie, mając możliwość zmian w czasie naświetlania i przysto-ny oświetlacza. W celu odpowiedniej obserwacji i reje-

stracji badanej próbki należy tak ustawić obiektyw aparatu, aby na matówce otrzymać ostry obraz jej konturu. Po prawidłowym ustawieniu całego urządzenia włączyć piec. Szybkość wzrostu temperatury w piecu powinna wynosić 8°C/min. W trakcie wzrostu temperatury z następującymi zmianami kształtu badanej próbki wykonujemy jej zdjęcia wraz z rejestracją temperatury. Pierwsze zdjęcie wykonujemy w temperaturze 20°C. Następne zdjęcia wykonujemy co 200°C aż do chwili, kiedy próbka zaczyna się kurczyć. Od tego momentu zdjęcia wykonujemy co 20°C, a gdy próbka zaczyna przybierać kształt półkuli nawet co 10°C. Badanie kończy się w temperaturze o 20°C wyższej od temperatury punktu półkuli. Przy niskotopliwych materiałach badanie kończy się w momencie kiedy pastylka ulegnie stopieniu obniżającemu jej wysokość do 1/3 w stosunku do wysokości jaką miała w 20°C.

2.6. Przedstawienie wyników

2.6.1. Sposób fotograficzny. Z taśmy fotograficznej, rejestrującej zmiany kształtu, przy użyciu czytnika lub rzutnika, odczytać:

a) temperaturę mięknięcia, tzn. moment, w którym zaokrąglają się górne naroża próbki,

b) temperaturę topnienia (temperaturę punktu półkuli), tzn. moment, w którym próbka przyjmuje kształt półkuli, co odpowiada w przybliżeniu temperaturze, w której wysokość próbki równa się promieniowi jej podstawy.

Zdjęcia próbki, w wybranych temperaturach, nakleić na papierze jak pokazano przykładowo na str. 3.

2.6.2. Sposób graficzny. Sposób graficzny polega na przedstawieniu przebiegu topnienia na krzywej zależności zmian liniowych wymiarów próbki od tempera-

tury. Punkty krzywej oblicza się z zależności $\frac{\Delta l}{l} \cdot 100$, w której:

Δl — różnica między wysokością próbki mierzonej w temperaturze 20°C a wysokością próbki w danej temperaturze,

l — wysokość próbki mierzona w temperaturze 20°C.

Krzywą przebiegu topnienia należy wykreślić na podstawie średnich wartości co najmniej trzech pomiarów.

Graficzny sposób przedstawienia wyników pokazano przykładowo na rys. 5.

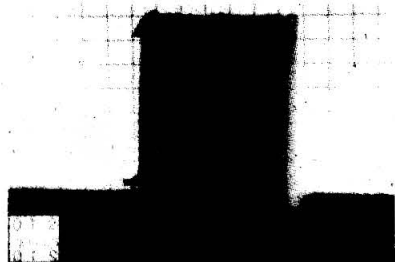
2.7. Porównanie wyników. Oznaczanie topliwości wykonane w urządzeniach podanych w normie są porównywalne wprost.

2.8. Wynik końcowy oznaczenia. Wynik należy podać w formie jak w 2.6.1 wraz z oznaczaniem temperatur mięknięcia i półkuli.

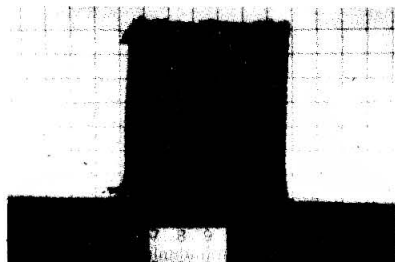
Na specjalne żądanie oznaczanie topliwości przedstawić graficznie jak na rys. 5.

2.9. Protokół badań. Po zakończeniu badania należy sporządzić protokół zawierający co najmniej:

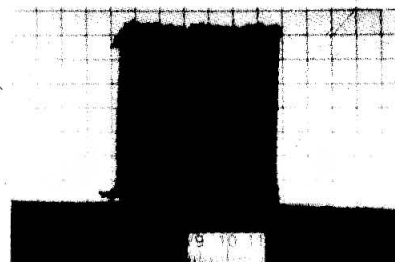
- miejsce i datę oznaczania,
- rodzaj i pochodzenie badanego materiału,
- oznaczenie próbki,
- wynik oznaczania,
- rodzaj stosowanego podłoża.



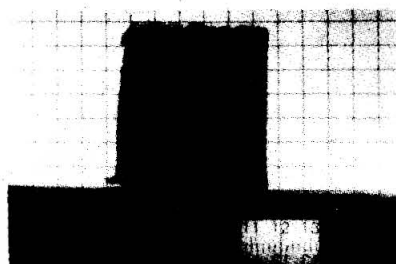
20°C



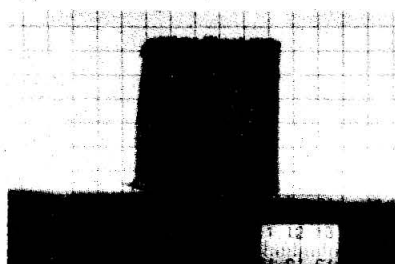
820°C



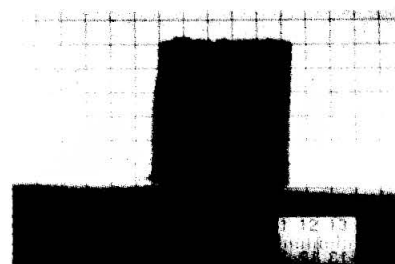
1000°C



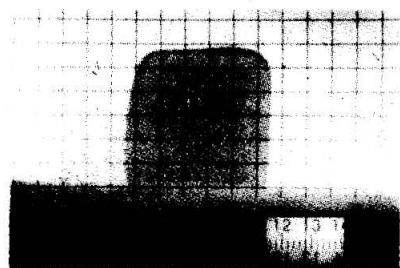
1190°C



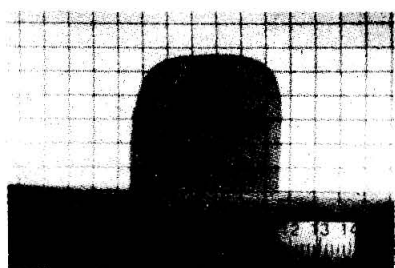
1220°C



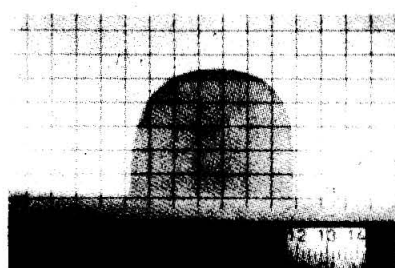
1260°C



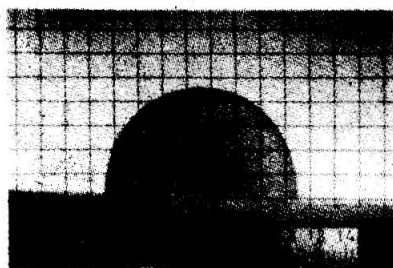
1280°C



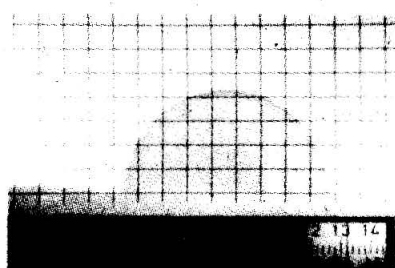
1290°C



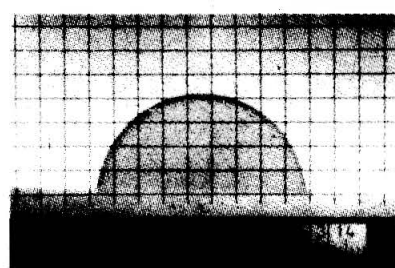
1300°C



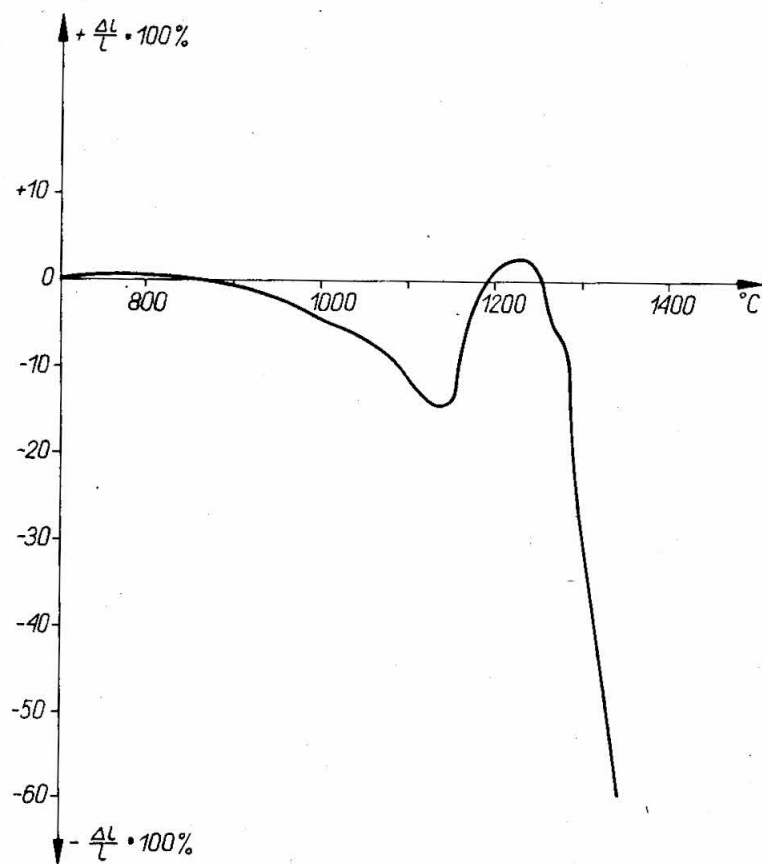
1310°C



1320°C



1340°C



BN-81/7001-01-5

Rys. 5

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Filia w Pruszkowie.

2. Normy związane

BN-64/7011-09 Surowce ceramiczne. Pobieranie i przygotowanie średnich próbek laboratoryjnych

3. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/7001-01

a) wprowadzono nowy typ aparatów do badań,

b) rozszerzono sposób podawania wyników,

c) uściślono niektóre przepisy dotyczące wykonania oznaczania.

4. Autor projektu normy — mgr Zygmunt Strzeszewski — Instytut Szkła i Ceramiki, Filia Pruszków.

5. Wydanie 2 — stan aktualny: sierpień 1986; bez zmian.