

CERAMIKA BADANIA	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-85
	Ceramika Metody badań	7011-11
	Oznaczanie skurczliwości surowców i mas ceramicznych	Zamiast BN-71/7011-11
		Grupa katalogowa 0819

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie liniowej skurczliwości suszenia, wypalania i skurczliwości całkowitej surowców ilastych i mas ceramicznych, za pomocą przymiarów uniwersalnych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oceny właściwości surowców ilastych oraz mas ceramicznych formowanych dowolną metodą, w czasie suszenia i w czasie wypalania.

1.3. Określenia

1.3.1. liniowa skurczliwość suszenia (S_s) — różnica wymiarów liniowych próbki przed suszeniem i po wysuszeniu, przypadająca na jednostkę długości próbki przed suszeniem, wyrażona w procentach.

1.3.2. liniowa skurczliwość wypalania (S_w) — różnica wymiarów liniowych próbki po wysuszeniu i po wypaleniu, przypadająca na jednostkę długości próbki po wysuszeniu, wyrażona w procentach.

1.3.3. liniowa skurczliwość całkowita (S_c) — różnica wymiarów liniowych próbki przed suszeniem i po wypaleniu, przypadająca na jednostkę długości przed suszeniem, wyrażona w procentach.

1.3.4. koncentracja odlewnicza — maksymalna zawartość ciała stałego w zawiesinie, która w temperaturze $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ma lepkość pozorną (wg Brookfilda) $0,5 \pm 0,02 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ lub czas wypływu 100 cm^3 z wiskozy-

metru wypływowego, przy wskaźniku lepkości odpowiadającym lepkości pozornej $0,5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$, przy optymalnym upłynnieniu.

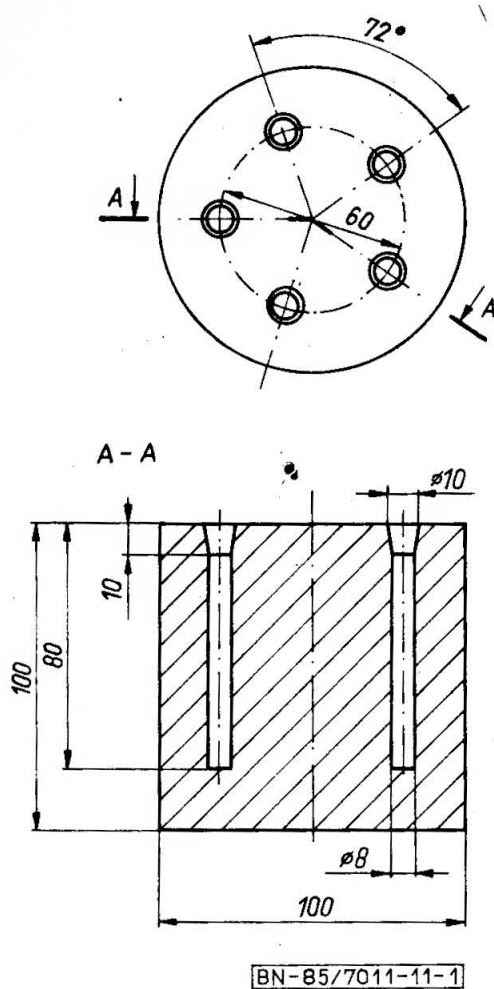
2. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ

2.1. Zasada ogólna. Przy formowaniu próbek z surowców i mas ceramicznych należy stosować te same metody, które są stosowane lub przewidywane do stosowania przy formowaniu wyrobów z tych materiałów. Przygotowanie próbek do badań polega na pobieraniu surowca ilastego lub masy ceramicznej i uformowaniu w wymagane do badań kształtki. W przypadku surowców ilastych, dla których brak informacji odnośnie metody formowania wyrobów z mas zawierających je, próbki należy formować metodą plastyczną.

2.2. Przyrządy i materiały

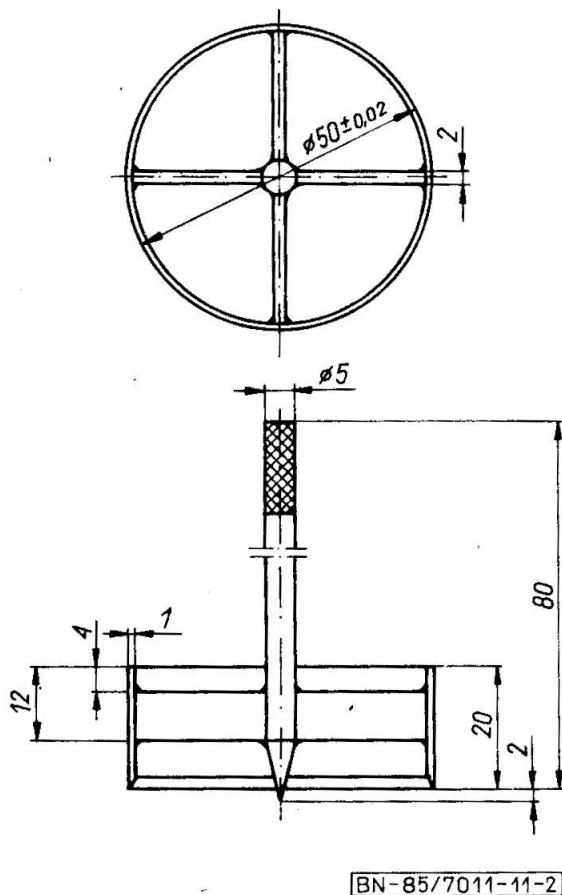
- a) Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$.
- b) Laboratoryjna prasa odpowietrzająca.
- c) Laboratoryjna prasa hydrauliczna.
- d) Eksykator ze środkiem pochłaniającym.
- e) Suwmiarka.
- f) Waga techniczna.
- g) Płyta gipsowa.
- h) Forma gipsowa, wg rys. 1.

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki w Warszawie
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 9 stycznia 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1985 poz. 10)



Rys. 1

i) Znacznik, wg rys. 2, wykonany z materiału nierdzewnego.



Rys. 2

j) Nóż.

k) Cyklina.

l) Młotek gumowy o średnicy bójaka około 80 mm.

m) Szkło wodne sodowe wg BN-74/6016-41, węglan sodu bezwodny wg PN-74/C-84001 lub inny upłynniacz używany do danego rodzaju masy.

n) Numerator.

o) Sito laboratoryjne o boku oczka 1,25 mm.

p) Moździerz porcelanowy.

2.3. Pobieranie i przygotowanie próbek

2.3.1. Pobieranie próbek

2.3.1.1. Pobieranie próbki surowców ilastych — wg BN-64/7011-09, w ilości $0,5 \div 1,0$ kg. Próbkę wysuszyć do stanu powietrznosuchego, rozgnieść w moździerzu, przetrzeć przez sito o boku oczka 1,25 mm.

2.3.1.2. Pobieranie próbki mas ceramicznych. Próbkę masy ceramicznej pobrać na stanowisku formowania wyrobów. Masa próbki, w zależności od metody formowania, powinna wynosić $0,5 \div 1,5$ kg, w przeliczeniu na substancję suchą. Próbkę umieścić w naczyniu zabezpieczającym przed odparowaniem wody.

2.3.2. Przygotowanie próbek przez formowanie. Próbkę surowca lub masy ceramicznej pobraną i przygotowaną wg 2.3.1.1, doprowadzić do stanu plastycznego wg BN-83/7011-31. Plastyczną masę ujednorodnić i odpowietrzyć w sposób praktyczny w laboratoriach ceramicznych (ręcznie lub w prasie próżniowej). Przygotować co najmniej 5 próbek o długości około 60 mm i przekroju 50×10 mm. Zaleca się formowanie próbek ręcznie, przez ubijanie w formie na płycie gipsowej (przykrytej lekko zwilżonym płótnem bawełnianym) za pomocą młotka i wyrównanie powierzchni nożem.

Na jednej z powierzchni nanieść symbol laboratorium, kolejny numer próbki, odcisnąć znak znacznikiem wg rys. 2, a poprzez miejsce wyznaczone igłą znacznika, narysować linie zbliżone do przekątnych.

2.3.3. Przygotowanie próbek przez odlewanie. Próbkę surowca ilastego, pobraną wg 2.3.1.1 umieścić w porcelanowym młynku laboratoryjnym, dodając kul krzemienych tak, aby stosunek suchej masy do kul wynosił 1:1. Dolewać wodę destylowaną, w ilości określonej koncentracją odlewniczą i środki upłynniające w ilościach określonych przez optymalne upłynnienie, wynikające z normy BN-84/7011-21.

Mielenie wsadu prowadzić do pozostałości na sicie o boku oczka 0,063 mm, w ilości: dla kaolinów $0,3 \div 0,5\%$, a dla glin $2 \div 3\%$. Następnie skorygować skład gęstwy wodą i elektrolitami. Do czasu formowania kształtek, gęstwę przechowywać w naczyniu odpornym na korozję i uniemożliwiającym odparowanie wody.

Tak przygotowaną gęstwę lub masę lejną pobraną wg 2.3.1.2 wymieszać dokładnie i wylać do formy gipsowej, wykonanej wg rys. 1, dolewając dodatkowo ilość gęstwy tak, aby utrzymał się menisk wypukły.

Forma gipsowa przed użyciem powinna być wysuszona w temperaturze $50 \pm 5^\circ\text{C}$ w czasie około 24 h i wystudzona w temperaturze pokojowej, P.

Po stężeniu masy w formie, zebrać nadmiar masy nożem lub cyklina. Wyjąć kształtkę z formy i odciąć naddatek. Zmierzyć próbkę, nanieść symbol laboratorium i kolejny numer próbki.

2.3.4. Przygotowanie próbek przez prasowanie. Próbkę przygotowaną wg 2.3.1.1 nawilżyć do wilgotności $7 \pm 0,5\%$ w następujący sposób: odważyć 0,5 kg próbki, dodać z rozpylacza odpowiednią ilość wody mieszając próbkę, przetrzeć tak przygotowaną próbkę przez sito o boku oczka 1,25 mm, oznaczyć wilgotność wg BN-71/6714-16. Jeśli wilgotność jest inna od zakładanej, czynność powtórzyć. Otrzymaną w ten sposób próbkę przenieść do naczynia szczelnie zamkniętego na 12 h.

Próbka masy półsuchej pobranej podczas kontroli wg 2.3.1.2 nie wymaga żadnej dalszej obróbki wstępnej.

Z próbek przygotowanych w sposób podany powyżej uformować 5 płytek o grubości $6 \div 12$ mm w prasie hydraulicznej lub innej, z możliwością odczytu nacisku.

Próbki prasować dwustopniowo, stosując ciśnienie pierwszego prasowania 5 MPa (50 kG/cm^2), a drugiego 20 MPa ± 1 MPa ($200 \text{ kG} \pm 10 \text{ kG/cm}^2$). Grubość uformowanej próbki powinna wynosić 12 ± 1 mm.

Na powierzchnię próbki nanieść farbą ogniotrwałą symbol laboratorium i numer próbki.

3. METODY BADAŃ

3.1. Aparatura, przyrządy, materiały

- Suszarka laboratoryjna z regulacją temperatury $110 \pm 5^\circ\text{C}$.
- Eksykator.
- Suwmiarka.
- Piec laboratoryjny z regulacją temperatury do 1450°C .
- Komplet stożków pirometrycznych.
- Podkładka ogniotrwała.

3.2. Oznaczanie liniowej skurczliwości suszenia (S_s)

3.2.1. Wykonanie oznaczania. Próbkę przygotowaną wg 2.3.2, 2.3.3 lub 2.3.4 ułożoną na płycie gipsowej przykryć drugą płytą gipsową o grubości około 10 mm i podsuszyć w temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$ przez 24 h. Zdjąć górną płytę gipsową i kilkakrotnie przewracać płytki, susząc je w temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$ do stanu powietrznosuchego.

Próbki przenieść do suszarki laboratoryjnej i suszyć w temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$ przez 15 h. Wysuszone płytki chłodzić w eksykatorze do temperatury $20 \pm 5^\circ\text{C}$, a następnie zmierzyć długość odcinków pomiarowych naniesionych uprzednio na próbki surowce lub wykonać pomiary wymiarów próbki. Pomiary wykonywać suwmiarką z dokładnością do 0,1 mm. Przetrzymywanie próbek w eksykatorze nie może przekraczać 2 h.

3.2.2. Obliczanie wyników. Skurczliwość suszenia (S_s) obliczyć w procentach wg wzoru

$$S_s = \frac{L_o - L_s}{L_o} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- L_o — wymiar świeżo uformowanej próbki lub długość odcinka naniesionego znacznikiem, zmierzone przy temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$,
- L_s — wymiar próbki lub długość odcinka naniesionego znacznikiem, po wysuszeniu próbki do stałej masy w temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$, zmierzone przy temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną minimum z 3 oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 10% obliczonej średniej arytmetycznej. Gdy różnica wyników jest większa, pomiary należy powtórzyć. Wynik podawać do pierwszego miejsca po przecinku.

3.3. Oznaczanie liniowej skurczliwości wypalania (S_w)

3.3.1. Wykonanie oznaczania. Próbki po badaniach wg 3.2 ułożyć powierzchnią z oznaczeniami do góry, na podkładce ogniotrwałej do wypalania. Podkładka ogniotrwała nie powinna reagować w czasie wypalania z próbką. Przy każdej temperaturze wypalania użyć nie mniej niż 3 próbki. Wypalanie prowadzić w osłonie ogniotrwałej. Próbki wypalać w zależności od potrzeby w temperaturach wg procesu technologicznego, obowiązującego w danym zakładzie lub wg wymagań zawartych w normach przedmiotowych.

Przy wypalaniu w piecu laboratoryjnym dopuszcza się odchyłki temperatury wewnątrz osłony od temperatury założonej nie większe niż $\pm 10^\circ\text{C}$.

Szybkość podnoszenia temperatury wypalania może wynosić najwyżej 150°C/h . Założoną temperaturę maksymalną wypalania utrzymać przez 1 h. Przebieg krzywej wypalania kontrolować termoelementem umieszczonym wewnątrz osłony, w bezpośredniej bliskości próbek. Maksymalną temperaturę wypalania kontrolować za pomocą laboratoryjnych stożków pirometrycznych. Następnie próbki ochłodzić w piecu z szybkością nie wyższą niż 300°C/h do temperatury $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$. Zmierzyć wymiar próbki lub długość uprzednio wyznaczonego na jej powierzchni odcinka za pomocą suwmiarki z dokładnością do 0,1 mm.

3.3.2. Obliczanie wyników. Skurczliwość wysychania (S_w) obliczyć w procentach wg wzoru

$$S_w = \frac{L_s - L_w}{L_s} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- L_s — wymiar próbki lub długość odcinka naniesionego znacznikiem, wysuszonej do stałej masy przy temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$,
- L_w — wymiar próbki lub długość odcinka naniesionego znacznikiem, po wypaleniu próbki, zmierzone przy temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną z 3 oznaczeń, jeżeli wynik żadnego z nich nie różni się od wartości średniej więcej niż o 10%. Jeżeli rozrzut wyników jest większy, należy oznaczanie powtórzyć. Wynik podawać do pierwszego miejsca po przecinku.

3.4. Oznaczanie liniowej skurczliwości całkowitej (S_c). Do oznaczania wykorzystuje się pomiary wg 3.2 i 3.3. Obliczenia w procentach wykonuje się wg wzoru

$$S_c = \frac{L_o - L_w}{L_o} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- L_o — wymiar świeżo uformowanej próbki lub długość odcinka naniesionego znacznikiem, zmierzone przy temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$,
- L_w — wymiar próbki lub odcinka naniesionego znacznikiem, po wypaleniu próbki, zmierzone przy temperaturze $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

lub:

$$S_c = S_s + \frac{S_w \cdot (100 - S_s)}{100} \quad (4)$$

3.5. Protokół z badań. Po zakończeniu badań należy sporządzić protokół zawierający następujące informacje:

- a) nazwę laboratorium badawczego,
- b) miejsce i datę badania,

- c) rodzaj i pochodzenie badanego materiału,
- d) oznaczenie próbki,
- e) rodzaj badania (w zależności od rodzaju badania: wilgotność próbki, temperaturę wypalania, temperaturę suszenia, charakterystykę stożków pirometrycznych, typ pieca),
- f) sposób przygotowania próbki,
- g) wynik badania (pojedynczych oznaczeń i wynik średni).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki.
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/7011-11
 - a) zmiany w sposobie przygotowania próbek,
 - b) uściślenie warunków przygotowania próbek do badań,
 - c) wprowadzono jednostki układu SI.
3. Normy zagraniczne
RFN DIN 40685 VDE Bestimmungen für keramische Isolierstoffe, Einteilung, Anforderungen, Typen
4. Normy związane
PN-74/C-84001 Węglan sodowy bezwodny

- BN-71/6714-16 Ceramika. Metody badań. Oznaczanie wilgotności.
- BN-64/7011-09 Surowce ceramiczne. Pobieranie i przygotowanie średnich próbek laboratoryjnych
- BN-84/7011-21 Ceramika. Metody badań. Oznaczanie lepkości i tiksotropii i ich wskaźników
- BN-83/7011-31 Ceramika. Metody badań. Oznaczanie wody zarobowej
- BN-74/6016-41 Szkło wodne sodowe
5. Autorzy projektu normy — mgr inż. Henryk Pieczarowski, dr Bożena Mońko.