

MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Wyroby ogniotrwałe zawierające węgiel	6760-18/02
	Oznaczenie zawartości substancji węglowych	Grupa katalogowa 0829

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości substancji węglowych w wyrobach ogniotrwałych metodą koksowania i metodą straty prażenia. Metoda straty prażenia jest metodą zastępczą.

2. METODY BADAŃ

2.1. Metoda koksowania

2.1.1. Zasada metody — obróbka cieplna próbki, tj. ogrzewanie w atmosferze redukcyjnej, a następnie wyprażenie substancji skoksowanej w atmosferze utleniającej. Na podstawie wyznaczonych mas przed i po koksowaniu oraz po wyprażeniu oblicza się:

- a) zawartość części lotnych (L) — ubytek masy podczas koksowania;
- b) zawartość węgla resztkowego (C_R) — zawartość węgla po koksowaniu; (nie oznacza się w wyrobach zawierających dodatki utleniające się),
- c) wydajność węgla (W) — stosunek zawartości węgla resztkowego do całkowitego ubytku masy (podczas koksowania i prażenia).

2.1.2. Urządzenia i materiały

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

b) Kaseta 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 umożliwiły umieszczenie dookoła nich warstwy koksu o grubości 25 mm.

- c) Termoelement Ni-NiCr z miernikiem.
- d) Waga o dokładności ważenia 0,01 g.
- e) Eksykator.
- f) Koks metalurgiczny lub krytol o uziarnieniu $0,5 \div 2$ mm, uprzednio wygrzany w kasecie w temperaturze 1000°C w ciągu 2 h i przechowywany w warunkach zabezpieczających przed nawilgoceniem.

2.1.3. Próbkki przygotować zgodnie z BN-90/6760-18/01. Do oznaczania stosować próbki w jednej z następujących postaci:

- a) sześcianu o boku 50 mm,
- b) walca o średnicy i wysokości 50 mm,
- c) sześcianu o boku 20 mm.

Próbki zważyć z dokładnością do 0,01 g.

2.1.4. Koksowanie próbek. Zważone próbki (m_1) 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 nim otoczone 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 utrzymać tę temperaturę przez 2 h. Do tak przygotowanego pieca wstawić kasety, umieszczając ją na warstwie grubych ziarn materiału ogniotrwałego.

Kasety z próbkami wygrzewać 2 h od chwili uzyskania w jej wnętrzu temperatury $980 \pm 20^\circ\text{C}$. Następnie kasety wyjąć z pieca, pozostawić do ostygnięcia do około 100°C , po czym przenieść próbki do eksykatora, ochłodzić do temperatury pokojowej, oczyścić z koksu i zważyć (m_2).

2.1.5. Prażenie próbek. Skoksowane i zważone próbki umieścić w piecu na warstwie grubych ziarn materiału nie reagującego z próbką lub w zważonym tyglu (próbki bez szkieletu ceramicznego) i ogrzewać z szybkością nie większą niż $250^\circ\text{C}/\text{h}$ (pierwsze ogrzewanie) do temperatury $1100 \pm 20^\circ\text{C}$ przy otwartych drzwiach pieca lub przy przepływie strumienia powietrza. Próbki zawierające SiC należy prażyć w temperaturze $750 \pm 20^\circ\text{C}$.

Po wyprażeniu, próbki ochłodzić do temperatury około 100°C , po czym przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury pokojowej i zważyć. Prażenie próbek powtarzać do uzyskania stałej masy (m_3).

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 sześcianów o boku

Zgłoszona przez 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)

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.

2.1.6. Obliczanie wyników

a) zawartość części lotnych L obliczyć w procentach wg wzoru

$$L = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa próbki przed koksowaniem, g,

m_2 — masa próbki skoksowanej, g.

b) zawartość węgla reszkowego obliczyć w procentach wg wzoru

$$C_R = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_3 — masa próbki wyprażonej, g.

c) wydajność węgla W obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_3} \cdot 100 \quad (3)$$

2.1.7. Wyniki równoległych oznaczeń powinny spełniać nierówność

$$\frac{\Delta x}{\bar{x}} \cdot 100 \leq 15 \quad (4)$$

w której:

Δx — różnica wyników dwóch równoległych oznaczeń,

\bar{x} — średnia arytmetyczna wyników.

Jeżeli wyniki nie spełniają nierówności (4), oznaczenia należy powtórzyć.

2.2. Metoda straty prażenia

2.2.1. Zasada metody — wyprażenie próbki w atmosferze utleniającej i określenie całkowitego ubytku masy, na który składa się węgiel zawarty w wyrobie oraz strata prażenia części ceramicznej wyrobu, a w wyrobach dolomitowych hydraty i wtórnie powstałe węglany.

Wyniki oznaczeń straty prażenia określają przybliżoną zawartość węgla całkowitego.

2.2.2. Aparatura

a) Piec elektryczny z automatyczną regulacją temperatury.

b) Waga techniczna lub analityczna.

c) Eksykator.

2.2.3. **Próbki** przygotować zgodnie z BN-90/6760-18/01. Do oznaczania stosować próbki w jednej z następujących postaci:

a) kostki lub kawałka o masie 20 — 30 g; przed włożeniem do pieca zważyć próbkę z dokładnością do 0,01 g; jeżeli wyrób nie ma wiązania ceramicznego, to próbkę umieścić w parownicy;

b) gruboziarnistej — o wielkości ziarn poniżej 2 mm; do oznaczania odważyć 50 g próbki z dokładnością do 0,01 g i umieścić w tyglu;

c) drobnoziarnistej — o wielkości ziaren poniżej 0,063 mm; do oznaczania odważyć 1 g próbki z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w tyglu.

Używane parownice i tygle muszą być zważone i wyprażone do stałej masy w temperaturze $1100 \pm 20^\circ\text{C}$.

Do badań rozjemczych przygotować próbki zgodnie z p. 2.2.3a).

2.2.4. **Wykonanie oznaczania.** Zważone próbki umieścić w piecu, ogrzać do temperatury $1100 \pm 20^\circ\text{C}$ i wygrzewać przy otwartych drzwiach pieca lub przy przepływie strumienia powietrza przez komorę pieca. Szybkość wzrostu temperatury nie powinna przekraczać 250°C/h . Po wyprażeniu, próbki ochłodzić do temperatury około 100°C , przenieść do eksykatora, ochłodzić do temperatury pokojowej i zważyć.

Prażenie powtarzać do uzyskania stałej masy próbki. Czas prażenia wg p. 2.1.5.

2.2.5. **Obliczanie wyników.** Stratę prażenia X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m — masa próbki przed prażeniem, g,

m_1 — masa próbki po wyprażeniu, g.

2.2.6. Wyniki równoległych oznaczeń powinny spełniać nierówność

$$\frac{\Delta x}{\bar{x}} \cdot 100 \leq 15 \quad (6)$$

w której:

Δx — różnica wyników dwóch równoległych oznaczeń,

\bar{x} — średnia arytmetyczna wyników.

Jeżeli wyniki nie spełniają nierówności 6, oznaczenie należy powtórzyć.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

BN-90/6760-18/01 Wyroby ogniotrwałe zawierające węgiel. Przygotowanie próbek do badań

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

