



ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
УПРАВЛЕНИЕ ДИСТАНЦИОННОГО ОБУЧЕНИЯ И ПОВЫШЕНИЯ  
КВАЛИФИКАЦИИ

Кафедра «Технология конструкционных материалов»

## **Сборник задач** по курсу

# **«Огнеупорные материалы металлургического производства»**



Авторы  
Баклаг Г.Н.,  
Кем А.Ю.

Ростов-на-Дону, 2017

## Аннотация

Сборник задач предназначен студентов направления 22.03.02 «Металлургия» при изучении дисциплины «Огнеупорные материалы металлургического производства». Могут быть использованы студентами других направлений.

## Авторы

к.т.н, доцент Баклаг Г.Н.,  
д.т.н., профессор Кем А.Ю.



## Оглавление

<b>Лабораторная работа № 1 .....</b>	<b>4</b>
Изделия огнеупорные. Измерения геометрических размеров, дефектов формы и поверхностей .....	4
<b>Лабораторная работа № 2 .....</b>	<b>20</b>
Огнеупоры неформованные. Определение зернового состава.....	20
<b>Лабораторная работа № 3 .....</b>	<b>27</b>
Определение кажущейся плотности, открытой и общей пористости, а также водопоглощения .....	27
огнеупоров .....	27
<b>Лабораторная работа № 4 .....</b>	<b>35</b>
Изделия огнеупорные плотные.....	35
Определение остаточных изменений размеров при нагреве .....	35
<b>Лабораторная работа № 5 .....</b>	<b>42</b>
Определение изменения массы при прокаливании огнеупоров.....	42
<b>Лабораторная работа № 6 .....</b>	<b>46</b>
Определение огнеупорности огнеупоров и огнеупорного сырья.....	46
<b>Лабораторная работа № 7 .....</b>	<b>53</b>
Определение термической стойкости огнеупоров при охлаждении сжатым воздухом.....	53
<b>Список литературы .....</b>	<b>59</b>

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

### Изделия огнеупорные. Измерения геометрических размеров, дефектов формы и поверхностей

**1 Общие положения.** В настоящем методическом указании учтены требования международных стандартов ИСО 12678-1-96 "Изделия огнеупорные. Измерение размеров и поверхностных дефектов огнеупорных кирпичей. Часть 1. Размеры и соответствие чертежам" и ИСО 12678-2-96 "Изделия огнеупорные. Измерение размеров и поверхностных дефектов огнеупорных кирпичей. Часть 2. Дефекты углов, ребер и другие поверхностные дефекты"

**2 Область применения** - методы измерений геометрических размеров, дефектов формы (разнотолщинности, скошенности, косоугольности, кривизны, овальности) и дефектов поверхностей (отбитости угла и ребра, размеров выплавки, впадины, раковины, трещины, посечки, участков без глазури и с выгоранием графита, выступа и остатка прибыли) огнеупорных изделий.

### 3 Используемые определения

3.1 выступ: Дефект в виде возвышающегося над поверхностью огнеупорного изделия участка, образовавшегося в результате формования или обжига.

3.2 плашка: Поверхность изделия, ограниченная двумя наибольшими размерами.

3.3 торцовая поверхность: Поверхность изделия, ограниченная двумя наименьшими размерами.

3.4 ребровая поверхность: Поверхность изделия, ограниченная наибольшим и наименьшим размерами.

3.5 скошенность: Дефект огнеупорного изделия в форме тела вращения или призматической формы в виде отклонения угла между торцовой поверхностью и горизонтальной осью изделия от прямого угла

### 4 Средства измерений и вспомогательные устройства

4.1 В настоящей работе применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

4.1.1 Металлическая измерительная линейка по ГОСТ 427 с ценой деления шкалы 1 мм и диапазоном измерений: 0-150 мм; 0-300 мм; 0-500 мм; 0-1000 мм.

4.1.2 Металлическая измерительная рулетка по ГОСТ 7502

Огнеупорные материалы металлургического производства

с ценой деления шкалы 1 мм и диапазоном измерений 0-2000 мм.

4.1.3 Штангенциркуль по ГОСТ 166 ШЦ типа I или II с ценой деления шкалы 1 мм, значением отсчета по нониусу 0,1 мм и диапазоном измерений: 0-160 мм; 0-400 мм.

4.1.3а Штангенглубиномер по ГОСТ 162 типа ШГ с ценой деления шкалы 1 мм, значением отсчета по нониусу 0,10 мм и диапазоном измерений: 0-300 мм; 0-400 мм; 0-630 мм.

4.1.3б Штангенрейсмус по ГОСТ 164 типа ШР с ценой деления шкалы 1 мм и значением отсчета по нониусу 0,10 мм и диапазоном измерений 0-630 мм.

4.1.4 Щуп [1].

4.1.5 Клин для контроля зазоров (рисунок 1) диапазоном измерений от 1 до 16 мм и ценой деления 0,5 мм по [2].

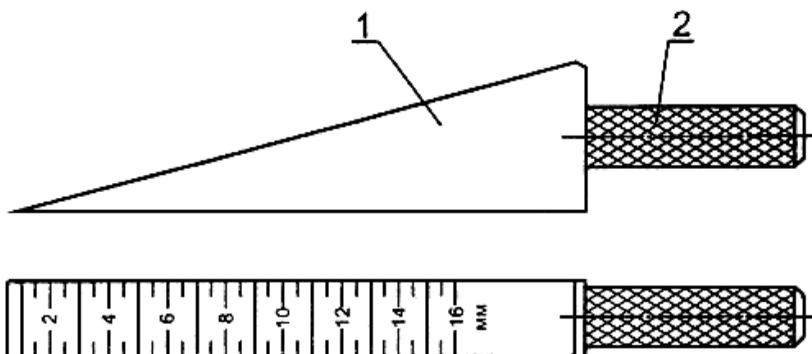


Рисунок 1 - Общий вид клина для контроля зазоров (1 - клин; 2 - ручка)

Примечание - Отметка шкалы на клине соответствует толщине клина, т.е. расстоянию от отметки до нижней поверхности клина.

4.1.6 Измерительная лупа типа ЛИ по ГОСТ 25706.

4.1.7 Приспособление для контроля глубин и диаметров поверхностных дефектов (рисунок 2) по [3].

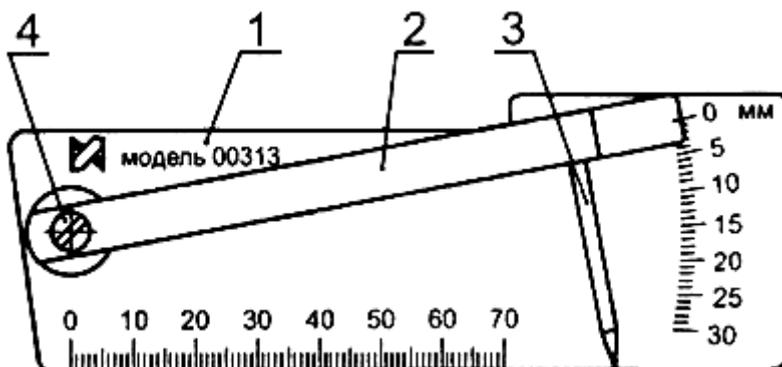


Рисунок 2 - Общий вид приспособления для контроля глубины и диаметра поверхностных дефектов (1 - основание; 2 - планка; 3 - измерительный стержень; 4 - ось)

4.1.8 Поверочная стальная линейка по ГОСТ 8026.

4.1.9 Поверочная плита по ГОСТ 10905.

4.1.10 Поверочные слесарные угольники типов УП или УШ по ГОСТ 3749. Размеры угольника - в соответствии с приложением А.

4.1.11 Металлический шаблон (например стакан-шаблон, пробка-шаблон, щуп-шаблон и др.).

4.1.12 Стальной слесарный молоток массой головки 100 г по ГОСТ 2310.

4.2 Допускается применять другие средства измерений и вспомогательные устройства, обеспечивающие требуемую точность измерений.

## 5 Условия проведения измерений

При проведении измерений следует соблюдать условия, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Средство измерений и вспомогательное устройство	Температура Окружающего воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %
Рулетка металлическая измерительная	От минус 40 до плюс 50	Не более 98 (при температуре 25 °С)
Угольник поверочный слесарный	От минус 40 до плюс 50	Не более 98 (при температуре 25 °С)
Штангенциркуль	От плюс 10 до плюс 40	Не более 80 (при температуре 25 °С)
Примечания: 1. Для остальных средств измерений и вспомогательных устройств условия проведения измерений не нормируются. 2. При использовании средств измерений и вспомогательных устройств, не указанных в разделе 4, условия проведения измерений - в соответствии с требованиями паспорта на применяемые средства измерений и вспомогательные устройства.		

## 6 Требования безопасности

6.1 Обезжиривание средств измерений и вспомогательных устройств проводят бензином в условиях, обеспечивающих безопасность обслуживающего персонала. При этом следует соблюдать правила пожарной безопасности, установленные для работы с легковоспламеняющимися жидкостями, к которым относится бензин.

6.1.1 В помещении, где проводят обезжиривание бензином средств измерений и вспомогательных устройств, должны быть предупредительные знаки и сигнальные цвета по ГОСТ 12.4.026, например: "Запрещается пользоваться открытым огнем", "Запре-

щается курить", "Запрещается пользоваться электронагревательными приборами".

Обезжиривание проводят в технических резиновых перчатках типа 2 по ГОСТ 20010.

## **7 Подготовка к проведению измерений**

7.1 Отбор изделий для проверки геометрических размеров и внешнего вида проводят в соответствии с планами контроля по ГОСТ 8179 и нормативными документами на конкретную группу изделий.

7.1.1 Перед проведением измерений все грани изделий, отобранных по 7.1, очищают, при необходимости, от заусенцев, пузырей и налипших частиц огнеупорного материала. Очистку проводят трением одного изделия о другое или соскабливанием.

Проверяют наличие оплавленных пятен, образовавшихся за счет плавления различных примесей, для выявления под ними выпловок. По пятнам проводят двух- или трехразовое постукивание плоской стороной стального молотка.

Все выявленные таким способом выплавки измеряют в соответствии с 8.9.

7.2 Порядок подготовки к работе измерительной металлической линейки не регламентируется, измерительной металлической рулетки - по ГОСТ 7502, остальных средств измерений и вспомогательных устройств - в соответствии с требованиями паспорта.

Средства измерений и вспомогательные устройства должны быть поверены в соответствии с [4] или откалиброваны в соответствии с [5].

## **8 Проведение измерений**

8.1 Измерение геометрических размеров

8.1.1 Измерение геометрических размеров изделий выполняют при помощи средств измерений и вспомогательных устройств, приведенных в разделе 4, и результат измерений выражают в миллиметрах.

Выбор средств измерений - в зависимости от требуемой точности результатов измерений.

Например, геометрические размеры изделий, указанные в миллиметрах с точностью до первого значащего числа после запятой, а также геометрические размеры с аналогичными значениями предельных отклонений (в том числе менее 1 мм) измеряют

## Огнеупорные материалы металлургического производства

штангенциркулем.

Правила обработки результатов измерений геометрических размеров приведены в разделе 9.

8.1.2 Геометрические размеры прямоугольных и клиновых изделий измеряют два раза: по одному измерению на двух параллельных поверхностях ориентировочно посередине каждой поверхности с отклонением  $\pm 10$  мм от продольной или поперечной осевой линии или ориентировочно на расстоянии около 10 мм от соответствующих ребер.

Измерение геометрического размера, совпадающего с направлением прессования, рекомендуется выполнять более двух раз.

Примеры измерений геометрических размеров прямоугольных и клиновых огнеупорных изделий приведены в приложении Б.

8.1.3 Геометрические размеры изделий в форме тела вращения (цилиндрической и конической формы) измеряют следующим образом:

- высоту изделий конической формы со сквозным отверстием или без него измеряют два раза по разные стороны оси симметрии или во взаимно перпендикулярных направлениях; цилиндрической формы - два раза вдоль образующей изделия по разные стороны оси симметрии или во взаимно перпендикулярных направлениях;

- внутренние и наружные диаметры изделий измеряют на торцовых поверхностях или в местах, указанных на рисунке, в двух взаимно перпендикулярных направлениях, причем наружные диаметры - по двум точкам на окружности (внешней кромке контролируемой торцовой поверхности), максимально удаленным друг от друга.

При возникновении разногласий по значениям наружных диаметров измерения выполняют не менее четырех раз во взаимно перпендикулярных направлениях.

Примеры измерений геометрических размеров огнеупорных изделий в форме тела вращения приведены в приложении В.

8.1.4 Геометрические размеры блочных изделий измеряют два раза: по одному измерению на двух параллельных поверхностях ориентировочно посередине каждой поверхности с отклонением  $\pm 10$  мм от продольной или поперечной осевой линии или ориентировочно на расстоянии около 20 мм от соответствующих ребер. Измерение геометрического размера, совпадающего с направлением прессования, рекомендуется выполнять более двух

раз.

8.1.5 Геометрические размеры изделий другой конфигурации измеряют один раз ориентировочно посередине соответствующей поверхности с отклонением от середины  $\pm 10$  мм или по соответствующему ребру, или в месте, указанном на чертеже.

8.1.6 Допускается в нормативном документе на изделия или договоре на поставку устанавливать другой порядок и места измерений геометрических размеров.

## 8.2 Измерение разнотолщинности

Разнотолщинность изделия в форме многогранника выражают в миллиметрах и измеряют:

- на устойчивом столбике из десяти изделий, уложенных друг на друга, как изображено на рисунке 3. Допускается проводить измерения на столбике из пяти изделий;

- на одном изделии.

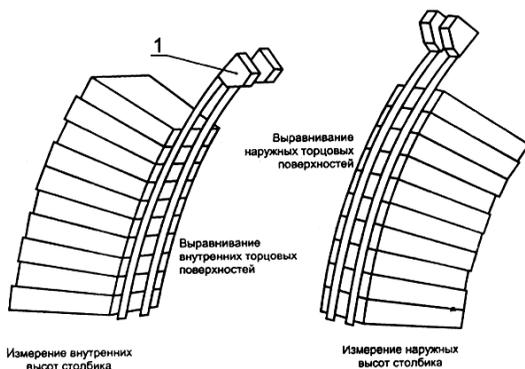


Рисунок 3 - Пример измерения разнотолщинности (1 - рулетка или металлическая линейка)

Торцовые грани изделий в столбике выравнивают по измеряемым граням и с помощью рулетки или металлической линейки проводят по два измерения высоты столбика по внутренним и наружным торцовым поверхностям.

Измерения проводят ориентировочно на расстоянии 10 мм от ребер.

Разнотолщинность одного изделия в столбике из десяти (пяти) изделий равна разности наружной и внутренней высот, отнесенной к числу изделий в столбике.

Разнотолщинность одного изделия равна разности наружной и внутренней высот торцовых плоскостей, измеренных аналогично столбику.

При этом каждое полученное значение разнотолщинности не должно превышать норму, установленную в нормативных до-

кументах.

### 8.3 Измерение скошенности

8.3.1 Скошенность торцовых поверхностей изделий в форме тела вращения, призматической или конической формы (в миллиметрах) измеряют по 8.3.1.1, 8.3.1.2 при помощи клина (при норме по скошенности от 1 мм и более) или щупа (при норме по скошенности менее 1 мм). Щуп выбирают из комплектов (приложение А) следующим образом: при норме по скошенности от 0,1 до 0,5 мм используют щуп толщиной, превышающей норму на 0,05 мм, а при норме от 0,5 до 1 мм используют щуп толщиной, превышающей норму на 0,10 мм.

Допускается использовать калиброванный щуп-шаблон шириной 10 мм и толщиной, превышающей норму на 0,10 мм.

8.3.1.1 Поверочный слесарный угольник плотно прикладывают внутренней измерительной поверхностью к образующей изделия цилиндрической формы или к боковой поверхности изделия призматической формы до соприкосновения опорной стороны угольника с контролируемой торцовой поверхностью изделия. Клин или щуп (щуп-шаблон) вводят в зазор между торцовой поверхностью изделия и внутренней поверхностью опорной стороны угольника.

Поверочный слесарный угольник выбирают по приложению А в зависимости от размеров изделия (например для стопорных трубок высотой в пределах 270-300 мм и диаметром торцовой поверхности в пределах 100-200 мм предпочтительно использовать угольник с высотой измерительной стороны  $H = 250$  мм и длиной опорной стороны  $L = 160$  мм).

8.3.1.2 Скошенность торцовых поверхностей изделий конической формы измеряют при помощи штангенрейсмаса и клина или щупа (щупа-шаблона). Изделие устанавливают на основание штангенрейсмаса, опускают его рамку до соприкосновения измерительной ножки с контролируемой торцовой поверхностью изделия и клин или щуп (щуп-шаблон) вводят в зазор между торцовой поверхностью и внутренней поверхностью рамки.

8.3.2 Скошенность (размер максимального зазора между торцовой поверхностью изделия и внутренней поверхностью поверочного слесарного угольника или рамкой штангенрейсмаса) определяют по показанию клина относительно вертикальной грани угольника (8.3.1.1) или вертикальной грани рамки штангенрейсмаса (8.3.1.2). Щуп (щуп-шаблон) при использовании по 8.3.1 не должен входить в зазор.

## Огнеупорные материалы металлургического производства

Выполняют два измерения во взаимно перпендикулярных направлениях.

#### 8.4 Измерение косоугольности

8.4.1 Косоугольность изделий (в миллиметрах) измеряют при помощи клина (при норме по косоугольности от 1 мм и более), щупа (при норме по косоугольности менее 1 мм) или калиброванного щупа-шаблона с размерами по 8.3.1 и поверочного слесарного угольника.

Выполняют два измерения по поверхностям, образующим контролируемый прямой угол. Поверочный слесарный угольник плотно прикладывают измерительной поверхностью к одной из поверхностей изделия, образующей прямой угол, до соприкосновения опорной стороны угольника с ребром контролируемого прямого угла изделия и клин или щуп (щуп-шаблон) вводят в зазор между поверхностью изделия и внутренней поверхностью опорной стороны угольника.

Поверочный слесарный угольник выбирают аналогично 8.3.1.1.

Косоугольность (размер максимального зазора между контролируемой поверхностью изделия и внутренней поверхностью поверочного слесарного угольника) определяют по показанию клина относительно вертикальной грани угольника). Щуп (щуп-шаблон) при использовании по 8.3.1 не должен входить в зазор.

8.4.2 Допускается измерять косоугольность металлической линейкой двух диагоналей на каждой противоположной поверхности изделия.

#### 8.5 Измерение кривизны

8.5.1 Кривизну (в миллиметрах) измеряют по 8.5.1.1 и 8.5.1.2 с использованием клина (при норме по кривизне в пределах от 1 до 16 мм), щупа (при норме по кривизне менее 1 мм) или калиброванного щупа-шаблона с размерами по 8.3.1.

8.5.1.1 Изделие посередине слегка прижимают к поверочной плите и клин или щуп (щуп-шаблон) вводят без усилия в зазор между плитой и изделием скольжением по плите вдоль всей длины изделия.

Выполняют одно измерение.

8.5.1.2 Поверочную стальную линейку устанавливают на измеряемую поверхность изделия ребром, слегка прижимают посередине и клин или щуп (щуп-шаблон) вводят без усилия в зазор между изделием и линейкой скольжением по изделию вдоль всей длины линейки. Длина поверочной стальной линейки должна

## Огнеупорные материалы металлургического производства

превышать длину диагонали изделия.

Выполняют не менее двух измерений при различных положениях линейки на поверхности изделия (в том числе, по диагоналям изделия).

8.5.2 Кривизну изделий цилиндрической формы измеряют аналогично 8.5.1 с использованием калиброванного щупа-шаблона шириной 10 мм и толщиной, превышающей на 0,10 мм норму по кривизне. Щуп-шаблон вводят без усилия в зазор между плитой и изделием вдоль всей длины изделия, слегка прижимая изделие к плите посередине и поворачивая его вокруг своей оси. Выполняют не менее двух измерений при различных положениях изделия.

8.5.3 Кривизну (размер максимального зазора между изделием и плитой или поверочной стальной линейкой) определяют по показанию клина относительно грани изделия, перпендикулярной плите (8.5.1.1), или вертикальной грани линейки (8.5.1.2). Щуп (щуп-шаблон) не должен входить в зазор.

## 8.6 Измерение овальности

Овальность выражают в миллиметрах и определяют по наибольшей разности взаимно перпендикулярных диаметров, которые измеряют штангенциркулем или металлической линейкой.

При необходимости овальность может быть выражена в процентах как отношение наибольшей разности взаимно перпендикулярных диаметров к номинальному диаметру.

## 8.7 Измерение отбитости угла

8.7.1 Отбитость угла (в миллиметрах) измеряют следующими способами:

- глубину отбитости наружного угла изделий с прямыми, острыми двугранными или трехгранными углами измеряют один раз по ГОСТ 15136;

- величину отбитости угла контролируют путем измерения трех отрезков, характеризующих длины отбитых частей ребер  $a$ ,  $b$ ,  $c$  (рисунок 4). Последовательно прикладывают нижнюю прямоугольную поверхность клина (поверочного слесарного угольника, бруска-шаблона) к граням изделия над отбитым углом (для фиксирования одного из концов измеряемых отрезков) и от нее измеряют металлической линейкой отрезки  $a$ ,  $b$ ,  $c$ .

Выполняют по одному измерению каждого отрезка.

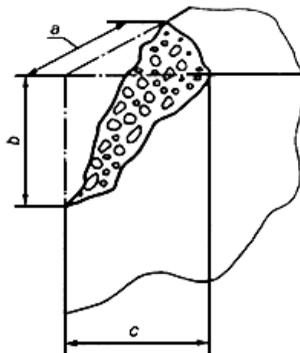


Рисунок 4 - Пример измерения отбитости угла

### 8.8 Измерение отбитости ребра или кромки

8.8.1 Отбитость ребра или кромки (изделий в форме тела вращения) (в миллиметрах) измеряют следующими способами:

а) глубину отбитости ребра изделий с прямыми, острыми двугранными или трехгранными углами и кромки изделий в форме тела вращения с прямыми и острыми углами между торцевой поверхностью и касательной к боковой поверхности измеряют один раз по ГОСТ 15136.

Длину отбитости ребра изделия измеряют один раз измерительной металлической линейкой с фиксированием точки начала отсчета нижней поверхностью клина или поверочного слесарного угольника, а длину отбитости кромки измеряют один раз по хорде, соединяющей концы отбитого участка, измерительной металлической линейкой с фиксированием точки начала отсчета нижней поверхностью клина или поверочного слесарного угольника;

б) величину отбитости ребра контролируют путем измерения трех отрезков, характеризующих длины отбитых частей по граням  $e$  и  $f$ , а также длину отбитости вдоль ребра  $g$  (рисунок 5). Размер  $g$  измеряют измерительной металлической линейкой, а размеры  $e$  и  $f$  - при помощи клина (поверочного слесарного угольника, бруска-шаблона) и металлической линейки. Последовательно прикладывают нижнюю прямоугольную поверхность клина (угольника, бруска-шаблона) к граням изделия над отбитым ребром (для фиксирования одного из концов измеряемых отрезков) и от нее измеряют металлической линейкой соответствующие отрезки.

Выполняют по одному измерению каждого отрезка.

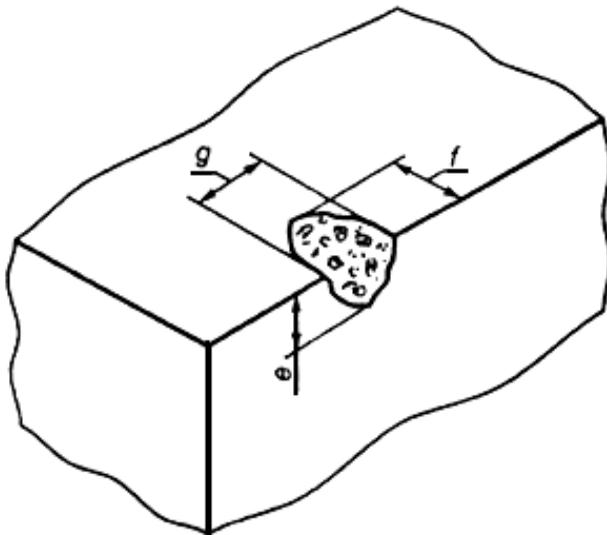


Рисунок 5 - Пример измерения отбитости ребра

8.9 Измерение выплавки, впадины, раковины, участков без глазури и с выгоранием графита

8.9.1 Диаметр выплавки или раковины выражают в миллиметрах и измеряют в месте ее максимального размера с помощью металлической линейки или приспособления по 4.1.7.

Допускается измерять диаметр в месте максимального и минимального размера выплавки или раковины и рассчитывать средний диаметр выплавки или раковины  $D_{\text{ср}}$ , мм, по формуле

$$D_{\text{ср}} = \frac{D + d}{2}, \quad (2)$$

где  $D$  - максимальный диаметр, мм;

$d$  - минимальный диаметр, мм.

8.9.2 Глубину выплавки, впадины, раковины, участков без глазури и с выгоранием графита измеряют приспособлением по 4.1.7 в соответствии с рисунком 6.

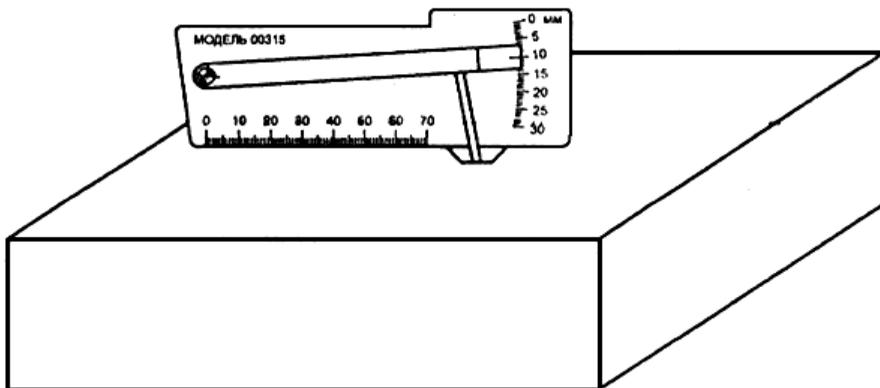


Рисунок 6 - Пример измерения глубины выплавки, впадины, раковины, участков без глазури и с выгоранием графита

#### 8.10 Измерение размеров трещины (посечки)

Длину трещины (посечки) выражают в миллиметрах и измеряют металлической линейкой по прямой линии, соединяющей начало и конец трещины (посечки). Если трещина (посечка) переходит на другую поверхность, то ее длина будет равна сумме длин каждой поверхности.

Ширину трещины (посечки) измеряют измерительной лупой, шкалу которой располагают перпендикулярно к трещине (посечке). При этом на поверхность изделия вдоль шкалы вплотную к делениям помещают полоску белой бумаги.

#### 8.11 Измерение размеров сетки посечек

Сетку посечек выражают в квадратных миллиметрах и вычисляют как площадь прямоугольника  $abcd$ , стороны которого проходят через крайние точки посечек (рисунок 7).

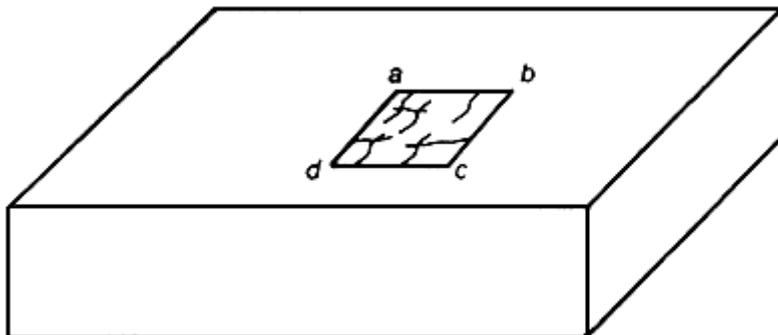


Рисунок 7 - Пример измерения сетки посечек

Стороны прямоугольника измеряют металлической линейкой.

### 8.12 Измерение высоты выступа и остатка прибыли

Высоту выступа и остатка прибыли  $h$  измеряют с помощью поверочной линейки и двух клиньев и выражают в миллиметрах: линейку приводят в контакт с выступом и двумя клиньями, установленными на контролируемой поверхности, до получения одинаковых показаний на клиньях (рисунок 8).

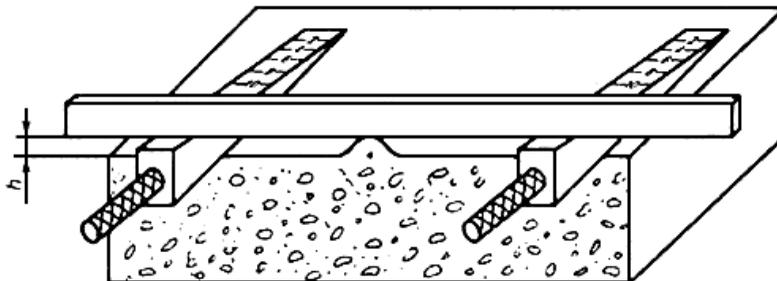


Рисунок 8 - Пример измерения высоты выступа

## 9 Правила обработки результатов измерений

9.1 За результат измерений размеров в случае многократных (более одного) измерений принимают среднеарифметическое значение измерений  $\bar{X}$ , мм, которое рассчитывают по формуле

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}, \quad (3)$$

где  $x_i$  - единичное измерение;

$n$  - число измерений.

При этом результат измерений считают удовлетворительным, если каждое измерение не превышает допустимых пре-

## Огнеупорные материалы металлургического производства

дельных отклонений, указанных в нормативных документах на изделия.

Допускается в нормативном документе на изделия устанавливать другие правила обработки результатов для геометрических размеров с допускаемыми отклонениями менее 1 мм.

9.2 За результат измерений принимают:

- для разнотолщинности - среднеарифметическое значение разности между высотами столбика из десяти (пяти) изделий или одного изделия;

- для скошенности - размер максимального зазора;

- для косоугольности - размер максимального зазора или максимальную разность между двумя диагоналями поверхности изделия;

- для кривизны, высоты выступа и остатка прибыли - размер максимального зазора;

- для отбитости угла, ребра и кромки:

- результат единичного измерения - при измерении глубины и длины отбитости;

- результаты единичных измерений размеров каждого из трех отрезков - при измерении величины отбитости. При этом результат единичного измерения каждого отрезка должен соответствовать норме, установленной в нормативном документе на изделие;

- для размера сетки посечек - отношение площади прямоугольника, ограничивающего сетку, к площади контролируемой поверхности, выраженное в процентах.

9.3 Числовое значение результата единичного измерения геометрического размера с допускаемым отклонением должно иметь последнюю значащую цифру того же разряда, что и последняя значащая цифра отклонения.

Правила записи и округления результатов измерений - по СТ СЭВ 543.

### 10 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом.

#### Литература

1. ГОСТ 162-90 Штангенглубиномеры. Технические условия
2. ГОСТ 164-90 Штангенрейсмасы. Технические условия
3. ГОСТ 166-89 (ИСО 3599-76) Штангенциркули. Технические условия
4. ГОСТ 427-75 Линейки измерительные металлические.

Огнеупорные материалы металлургического производства

Технические условия

5. ГОСТ 2310-77 Молотки слесарные стальные. Технические условия

6. ГОСТ 3749-77 Угольники поверочные 90°. Технические условия

7. ГОСТ 7502-98 Рулетки измерительные металлические. Технические условия

8. ГОСТ 8026-92 Линейки поверочные. Технические условия

9. ГОСТ 8179-98 (ИСО 5022-79) Изделия огнеупорные. Отбор образцов и приемочные испытания

10. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

### Огнеупоры неформованные. Определение зернового состава

**1 Общие положения.** Настоящее методическое указание разработано с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 13765-5:2004 "Мертели огнеупорные. Часть 5. Определение гранулометрического состава (ситовой анализ)" (ISO 13765-5:2004 "Refractory mortars - Part 5: Determination of grain size distribution (sieve analysis)", NEQ)

**2 Область применения** - методы определения зернового состава неформованных огнеупоров по ГОСТ 28874 (далее - материалы) с размером зерна до 10 мм включительно (не распространяется на огнеупорные волокнистые материалы).

#### **3 Термины и определения:**

3.1 фракция: Совокупность зерен (гранул) определенного размера.

3.2 зерновой (гранулометрический) состав: Массовая доля фракций, выраженная в процентах.

#### **4 Сущность методов**

Сущность методов заключается в распределении зерен по фракциям при рассеивании на ситах с последующим определением их массовой доли.

#### **5 Общие положения**

5.1 Рассев проводят на ситовом анализаторе с набором сит. Количество сит с соответствующими номерами сеток устанавливают, исходя из требований к зерновому составу материала.

5.2 Для определения зернового состава применяют сухой или мокрый методы ситового анализа. Эти методы обеспечивают сопоставимость результатов измерений, полученных при их использовании.

Для определения зернового состава материалов, подверженных гидратации, применяют только сухой метод ситового анализа.

Материалы, содержащие обмасливающий компонент, перед определением зернового состава подвергают прокаливанию при температуре 800 °С.

5.3 Зерновой состав определяют на двух параллельных

навесках.

Масса навески материала с преобладающим размером зерен более 1 мм - 500 г, менее 1 мм - 100 г.

5.4 Сита перед использованием должны быть чистыми и сухими.

## **6 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства**

6.1 Сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С.

6.2 Электрическая муфельная печь, обеспечивающая нагрев до температуры 800 °С.

6.3 Весы по ГОСТ 24104 среднего класса точности.

6.4 Ситовой механический анализатор встряхивающего действия с частотой вращения эксцентрикового вала (300±15) об/мин и амплитудой колебания (20±1) мм или другой тип ситового анализатора, обеспечивающий точность метода.

6.5 Сита с сетками по ГОСТ 3306, ГОСТ 3826, ГОСТ 5336, ГОСТ 6613, ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90) "Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия".

6.6 Секундомер с емкостью шкалы 0-60 с, 0-60 мин.

6.7 Эксикатор по ГОСТ 25336.

6.8 Противни, ведра, совки, чашки, обеспечивающие вместимость пробы, щетка, кисточка.

## **7 Отбор и подготовка проб**

Отбор и подготовку лабораторной пробы проводят по ГОСТ 26565.

## **8 Проведение испытания**

8.1 Сухой метод ситового анализа

Пробу, взятую для испытания, высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (110±5) °С в течение 2 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 г. Массу считают постоянной, если после повторной сушки в течение 20-25 мин результат взвешивания отличается от предыдущего не более чем на 0,5%.

Пробу, отобранную для испытания после обжига, не высушивают.

Допускается высушивать пробу до постоянной массы при температуре до 200 °С, время сушки при этом сокращается.

Требуемый набор сит с последовательно уменьшающимся

## Огнеупорные материалы металлургического производства

сверху вниз размером отверстий устанавливают на механический ситовой анализатор. Навеску от сухой пробы массой согласно 5.3 помещают на верхнее сито набора. Снизу устанавливают сплошной поддон, сверху закрывают крышкой и с помощью механического ситового анализатора проводят рассев. Продолжительность рассева должна быть не менее:

5 мин	-	при	наборе	сит	с	наименьшим	номером	сетки	05;
7 мин	"	"	"	"	"	"	"	"	01;
15 мин	"	"	"	"	"	"	"	"	менее 01.

По окончании рассева в случае, если тонкомолотый порошок прилип к поверхности сита, можно применить, не прилагая усилий, щетку или кисточку для облегчения прохождения материала на следующее сито.

Затем сита извлекают из анализатора и материал, оставшийся на каждом сите и поддоне, последовательно взвешивают с точностью до 0,1 г.

## 8.2 Мокрый метод ситового анализа

### 8.2.1 Мокрый метод ситового анализа сухого материала

Пробу, взятую для испытания, высушивают до постоянной массы согласно 8.1.

Навеску от сухой пробы массой согласно 5.3 помещают в сосуд с водой, количество которой должно быть достаточным для того, чтобы мелкие зерна материала полностью отделились от крупных зерен и не образовывались комки. Затем помещают ее на сито с наименьшим размером отверстий из требуемого набора сит и, используя резиновую трубку, присоединенную к водопроводному крану, промывают водой так, чтобы исключить разбрызгивание. Промывание навески ведут до тех пор, пока вода, прошедшая через сито, не будет прозрачной.

После промывания весь материал, оставшийся на сите, высушивают в сушильном шкафу при температуре  $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$  до

Огнеупорные материалы металлургического производства

достижения постоянной массы, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 г.

Требуемый набор сит устанавливают на механический ситовой анализатор. Сухой материал помещают на верхнее сито набора, в котором сита расположены в нисходящем по номерам порядке, сверху закрывают крышкой и с помощью механического ситового анализатора проводят рассев. Продолжительность рассева должна быть не менее:

3 мин - при наборе сит с наименьшим номером сетки 01;

15 мин " " " " " " " " менее 01.

По окончании рассева сита извлекают из анализатора и материал, оставшийся на каждом сите, последовательно взвешивают с точностью до 0,1 г.

### 8.2.2 Мокрый метод ситового анализа влажного материала

Пробу массой не менее 2 кг, не высушивая, делят пополам. От каждой половины (например, методом квартования) выделяют навеску массой согласно 5.3. Одну пробу используют для определения массовой доли влаги в материале по ГОСТ 28584 на двух параллельных навесках, другую - для ситового анализа.

Навеску от влажной пробы, взятую для ситового анализа, погружают в воду и далее проводят испытания по 8.2.1.

## 9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю каждой фракции, оставшейся на соответствующем сите или поддоне,  $X_i$ , %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_i}{m_{\text{наб}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m_i$  - масса материала, оставшегося на соответствующем сите или поддоне, г;

## Огнеупорные материалы металлургического производства

$m_{\text{нав}}$  - масса сухой навески, взятой для отсева, г.

9.2 При мокром методе ситового анализа массовую долю тонкой фракции, прошедшей через сито при промывке,  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_{\text{нав}} - m_{\text{к}}}{m_{\text{нав}}} 100, \quad (2)$$

где  $m_{\text{к}}$  - масса материала, оставшегося на сите после промывки и сушки (конечная масса), г.

9.3 При ситовом анализе влажного материала обработку результатов проводят следующим образом.

9.3.1 Массу сухой исходной навески  $m_{\text{сух}}$ , г, вычисляют по формуле

$$m_{\text{сух}} = \frac{m_{\text{н}}(100 - w)}{100}, \quad (3)$$

где  $m_{\text{н}}$  - масса влажной навески, взятой для ситового анализа, г;

$w$  - массовая доля влаги, %.

9.3.2 Массовую долю каждой фракции, оставшейся на соответствующем сите,  $X_i$ , %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_i}{m_{\text{сух}}} 100. \quad (4)$$

9.3.3 Массовую долю тонкой фракции, прошедшей через сито после промывки,  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_{\text{сух}} - m_{\text{к}}}{m_{\text{сух}}} 100. \quad (5)$$

9.4 За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных

определений.

Полученное значение округляют до целого числа.

9.5 При подсчете суммарного результата массовых долей фракций допускается отклонение от 100% на 1%.

9.6 Размах результатов двух параллельных определений не должен превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля контролируемой фракции	Значение размаха, %
До 5 включ.	1
Св. 5 до 20	2
Св. 20	4

9.7 Если размах результатов двух параллельных определений превышает значение, указанное в таблице 1, то результат признают недействительным и определение проводят повторно.

## 10 Протокол испытаний

Результаты испытания записывают в протокол, в котором указывают:

- наименование материала, марку, номер партии;
- обозначение стандарта;
- использованный для анализа метод;
- результаты анализа, рассчитанные в соответствии с разделом 9.

Примечание - При записи результатов анализа следует принять во внимание, что максимальный размер зерен, оставшихся на промежуточном сите, соответствует номеру сетки предыдущего сита.

### **Литература**

- 1.ГОСТ 3306-88 Сетки с квадратными ячейками из стальной рифленой проволоки. Технические условия
- 2.ГОСТ 3826-82 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
- 3.ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- 4.ГОСТ 26565-85 Огнеупоры неформованные. Методы отбора и подготовки проб
- 5.ГОСТ 28584-90 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Метод определения влаги
- 6.ГОСТ 28874-2004 Огнеупоры. Классификация
- 7.Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

### Определение кажущейся плотности, открытой и общей пористости, а также водопоглощения огнеупоров

**1. Методическое руководство** предназначено для определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения огнеупоров (изделий и кусковых полуфабрикатов) с общей пористостью до 45% (ГОСТ 2409-95. Группа И29).

2. Используемая при выполнении настоящей работы методика основана на тексте международного стандарта ИСО 5017-88 "Изделия огнеупорные плотные. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости" с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики РФ.

#### 3. Определения.

3.1 Кажущаяся плотность  $\rho_{\text{ж}}$  - отношение массы сухого материала к его общему объему.

3.2 Общий объем  $V$  - сумма объемов твердой фазы, открытых и закрытых пор образца.

3.3 Истинная плотность  $\rho$  - отношение массы материала к его истинному объему.

3.4 Истинный объем - объем твердой фазы в огнеупоре.

3.5 Открытые поры - поры, насыщаемые жидкостью при проведении испытаний.

3.6 Закрытые поры - поры, не насыщаемые жидкостью при проведении испытаний.

3.7 Открытая пористость  $\Pi_{\text{от}}$  - отношение объема открытых пор в огнеупоре к его общему объему, выраженное в процентах.

3.8 Закрытая пористость  $\Pi_{\text{з}}$  - отношение объема закрытых пор в огнеупоре к его общему объему, выраженное в процентах.

3.9 Общая пористость  $\Pi_{\text{об}}$  - отношение суммарного объема открытых и закрытых пор к общему объему материала, выраженное в процентах.

3.10 *Водопоглощение  $W$  - отношение массы воды, поглощенной огнеупором, при полном насыщении и температуре 20 °С к массе сухого огнеупора.*

3.11 Плотные огнеупоры (изделия и кусковые полуфабрикаты) - огнеупоры с общей пористостью до 45%.

## Огнеупорные материалы металлургического производства

*3.12 Кусковые полуфабрикаты - огнеупорные материалы, нуждающиеся в дополнительной обработке (плавлении, дроблении, измельчении и т.д.) (ГОСТ 28874).*

*3.13 Мелкоштучные изделия - огнеупорные изделия массой не более 2 кг (ГОСТ 28874).*

#### **4 Сущность метода**

4.1 Высушенный образец взвешивают, вакуумируют и насыщают жидкостью, смачивающей образец, но не взаимодействующей с ним. Затем испытуемый образец взвешивают в насыщающей жидкости и на воздухе.

На основании проведенных взвешиваний и значения истинной плотности материала, определенной по ГОСТ 2211, вычисляют кажущуюся плотность, открытую и общую пористость, *водопоглощение*.

#### **5 Аппаратура и материалы**

5.1 Сушильный шкаф с температурой не ниже 110 °С.

5.2 Весы с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,01$  г.

*Весы технические с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  г; весы лабораторные электронные с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,03$  г; весы лабораторные квадрантные или другого типа с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,02$  г.*

5.3 Устройство для гидростатического взвешивания (*приложение*).

5.4 Сосуд из коррозионно-стойкого материала для вакуумирования образцов и насыщения их жидкостью с устройством для контроля давления, *обеспечивающие получение остаточного давления не выше парциального давления паров насыщающей жидкости (воды) при температуре 17,5 °С - 2 кПа, т.е. 15 мм рт.ст. или 20 мбар.*

5.5 Термометр с ценой деления шкалы не более 0,5 °С.

5.6 Ареометр с ценой деления 1 кг/м<sup>3</sup> (0,001 г/см<sup>3</sup>).

5.7 Эксикатор по ГОСТ 25336 или с аналогичными техническими характеристиками.

5.8 Насыщающая жидкость: дистиллированная *или питьевая* вода комнатной температуры или соответствующая органическая жидкость для материалов, взаимодействующих с водой.

*Для материалов, не смачиваемых водой и взаимодействующих с органическими жидкостями (например смолосодержащих), определение кажущейся плотности проводят по ГОСТ 24468.*

## 6 Образцы для испытаний

6.1 Количество изделий (образцов), подлежащих испытанию, устанавливают по ГОСТ 8179 или нормативной документации на продукцию.

6.2 Количество испытываемых образцов от каждого изделия устанавливают по ГОСТ 8179, *нормативной документации* на продукцию или по соглашению сторон. При испытании нескольких изделий количество образцов, взятых от каждого изделия, должно быть одинаковым.

6.3 Образец должен иметь форму призмы или цилиндра общим объемом от 50 до 200 см<sup>3</sup> (250 см<sup>3</sup>). *Для мелкоштучных изделий общий объем образца составляет не менее 5 см<sup>3</sup>, для кусковых полуфабрикатов - не менее 50 см<sup>3</sup>.*

Отношение наибольшего размера к наименьшему не должно превышать 2:1.

6.4 Образец изготавливают из изделий или кусковых полуфабрикатов резанием или откалыванием с последующей подшлифовкой неровностей поверхности и острых углов и тщательным удалением пыли.

6.5 При изготовлении образца поверхностная корка должна оставаться неповрежденной, если ее удаление не оговорено в нормативной документации на продукцию.

6.6 От изделия призматической формы образец отбирают от трехгранных углов; от изделия, имеющего форму тела вращения, - от средней по высоте части, если место отбора не оговорено в нормативной документации на продукцию. Объем образца во время проведения испытания должен оставаться стабильным.

Образцы с трещинами не испытывают.

## 7 Проведение испытания

### 7.1 Определение массы сухого образца

Образец сушат при температуре 110 °С - 135 °С до постоянной массы.

Массу считают постоянной, если результат последующего взвешивания, проведенного не менее чем через 2 ч сушки, отличается от предыдущего не более чем на 0,1%. *Допускается проводить сушку образцов в течение 1ч с последующим взвешиванием, если результаты взвешивания отличаются не более чем на 0,1%.*

Образец не сушат, если его отбирают от изделия непосредственно после обжига.

## Огнеупорные материалы металлургического производства

Перед каждым взвешиванием образец охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. *Допускается негидратирующиеся образцы охлаждать на воздухе.*

Образец взвешивают с абсолютной погрешностью  $\pm 0,01$  г, все операции взвешивания образцов объемом  $50 \text{ см}^3$  и более проводят с абсолютной погрешностью не более  $\pm 0,1$  г, образцы объемом от 5 до  $50 \text{ см}^3$  или с открытой пористостью менее 5% - с абсолютной погрешностью не более  $\pm 0,03$  г. Полученное значение массы - масса сухого испытуемого образца  $m_1$ .

### 7.2 насыщение образца

Охлажденный и высушенный образец помещают в емкость для вакуумирования, вакуумируют до давления не выше 2,5 КПа (25 мбар) в течение 15 мин.

Для проверки полного удаления воздуха из открытых пор отсоединяют емкость от вакуумного насоса и с помощью манометра устанавливают, что давление не повышается из-за дегазации образца. После проверки емкость для вакуумирования подсоединяют к вакуумному насосу и подают насыщающую жидкость так, чтобы через 3 мин образец был покрыт слоем жидкости примерно на 20 мм. Затем насос отключают и выдерживают 30 мин для насыщения жидкостью открытых пор.

*Допускается проводить вакуумирование образцов в течение 5 мин при давлении, не превышающем парциальное давление паров насыщающей жидкости, затем (после отключения насоса) соединить емкость с атмосферой и извлечь образцы из емкости.*

Образцы с открытой пористостью менее 12% выдерживают в жидкости не менее 4 ч, если такая операция предусмотрена в нормативной документации на продукцию.

### 7.3 Проведение гидростатического взвешивания

Определение проводят с помощью устройства для гидростатического взвешивания при полном погружении образцов в насыщающую жидкость. При взвешивании уровень жидкости в сосуде необходимо поддерживать постоянным. Взвешивание производят с абсолютной погрешностью по 7.1. Получают результат взвешивания образца, погруженного в жидкость,  $m_2$ . Определяют температуру насыщающей жидкости.

### 7.4 Определение массы пропитанного образца

Образец вынимают из сосуда, удаляют с его поверх-

ности избыточную жидкость влажной губкой или хлопчатобумажной тканью, которую смачивают в насыщающей жидкости и перед использованием слегка отжимают. Непосредственно после удаления влаги образец взвешивают с абсолютной погрешностью по 7.1. Таким образом получают значение массы пропитанного образца  $m_3$ . Если в нормативной документации на продукцию предусмотрено трехкратное повторение этих операций, то образец повторно погружают в жидкость, вынимают, удаляют избыточную жидкость и взвешивают. Эту операцию повторяют еще один раз. По трем взвешиваниям определяют среднеарифметическое значение массы.

### 7.5 Определение плотности насыщающей жидкости

С помощью ареометра определяют плотность насыщающей жидкости  $\rho_l$  при температуре испытания. Плотность дистиллированной воды приведена в таблице 1.

Таблица 1 - Плотность дистиллированной воды

Температура, °С	Плотность $\rho_l$ , г/см <sup>3</sup>
17-21	0,998
22-25	0,997
26-30	0,996

## 8 Обработка результатов

**8.1** Кажущуюся плотность  $\rho_b$  в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_l. \quad (1)$$

**8.2** Открытую пористость  $II_{\alpha}$  в процентах вычисляют по формуле

## Огнеупорные материалы металлургического производства

$$\Pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100. \quad (2)$$

**8.3** Общую пористость  $\Pi_t$  в процентах вычисляют по формуле

$$\Pi_t = \frac{\rho - \rho_b}{\rho} \cdot 100. \quad (3)$$

**8.4** Закрытую пористость  $\Pi_f$  в процентах вычисляют по формуле

$$\Pi_f = \Pi_t - \Pi_a. \quad (4)$$

**8.5** Водопоглощение  $W$  в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \cdot \frac{\rho_{H_2O}^{20}}{\rho_l} \cdot 100. \quad (5)$$

**8.6** В уравнениях (1)-(5) использованы следующие обозначения:

$m_1$  - масса сухого образца, г;

$m_2$  - результат взвешивания образца, погруженного в жидкость, г;

$m_3$  - масса насыщенного жидкостью образца, г;

$\rho_{H_2O}^{20}$  - плотность воды при температуре 20 °С, г/см<sup>3</sup>;

$\rho$  - истинная плотность материала, г/см<sup>3</sup>; определяется по ГОСТ 2211;

$\rho_l$  - плотность насыщающей жидкости при температуре испытаний в г/см<sup>3</sup>; для дистиллированной воды соответствует табл.1.

Кажущуюся плотность выражают в г/см<sup>3</sup> или кг/м<sup>3</sup>.

Кажущуюся плотность округляют до второго десятичного знака, пористость и водопоглощение - до первого десятичного знака.

## Огнеупорные материалы металлургического производства

**8.7** При повторных испытаниях одного и того же образца в одной и той же жидкости абсолютная разность любых двух определений в одной и той же лаборатории не должна превышать указанную в таблице 2.

Таблица 2

Объем образца, см <sup>3</sup>	Число взвешиваний при определении величины $m_3$	$\rho_b$ , г/см <sup>3</sup>	$\Pi_a$ , %	$\Pi_f$ , %	$W$ , %	$\rho_b$ , г/см <sup>3</sup>	$\Pi_a$ , %	$\Pi_f$ , %	$W$ , %
		Общая пористость менее 30%				Общая пористость от 30% до 45%			
От 5	3	0,04	1,0	1,0	0,6	Не нормируется			
до 50	1	0,06	1,4	1,4	1,0				
От 50	3	0,02	0,5	0,5	0,3	0,04	1,0	1,0	0,6
до 250	1	0,03	0,7	0,7	0,5	0,06	1,5	1,5	0,9

**8.8** При испытаниях одного и того же образца в разных лабораториях в случае его трехкратного вытирания и взвешивания абсолютная величина разности любых двух определений не должна превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Объем образца, см <sup>3</sup>	$\rho_b$ , г/см <sup>3</sup>	$II_a$ , %	$II_t$ , %	$W$ , %	$\rho_b$ , г/см <sup>3</sup>	$II_a$ , %	$II_t$ , %	$W$ , %
	Общая пористость менее 30%				Общая пористость 30% до 45%			
От 5 до 50	0,08	2,0	2,0	1,2	Не нормируется			
" 50 " 250	0,04	1,0	1,0	0,6	0,08	2,0	2,0	1,2

### 9 Протокол испытаний

Результаты испытаний записывают в протокол, в котором указывают:

- а) наименование материала или изделия и его марку;
- б) количество образцов, отобранных от изделия;
- в) количество испытанных образцов;
- г) давление в вакуумной камере;
- д) жидкость, применяемая для насыщения образцов;
- е) отдельные и среднее значения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения.

### Литература

- 1.ГОСТ 2211-65 (ИСО 5018-83) Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения плотности.
- 2.ГОСТ 8179-98 (ИСО 5022-79) Изделия огнеупорные. Отбор образцов и приемочные испытания.
- 3.ГОСТ 24468-80 (ИСО 5016-86) Изделия огнеупорные. Метод определения кажущейся плотности и общей пористости теплоизоляционных изделий.
- 4.Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1991, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

### Изделия огнеупорные плотные. Определение остаточных изменений размеров при нагреве

**1 Общие положения.** Методические указания разработаны на основании ГОСТ ИСО 2478-2013, группа И29, который идентичен международному стандарту ИСО 2478-87\* "Плотные огнеупорные изделия. Определение остаточных изменений размеров при нагреве" (ISO 2478:1987 "Dense shaped refractory products - Determination of permanent change in dimensions on heating"). Международный стандарт ИСО 2478:1987 разработан техническим комитетом ИСО/ТК 33.

**2 Область применения.** Настоящие указания устанавливают два метода определения остаточных изменений размеров при нагреве плотного огнеупорного изделия, которые не распространяются на изделия, содержащие углерод.

#### 3 Термины и определения

Применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 остаточное изменение размеров при нагреве** (permanent change in dimensions on heating): Увеличение (рост) или уменьшение (усадка) размеров, которые остаются у огнеупорного изделия, нагретого без применения нагрузки до заданной температуры в течение заданного времени и затем охлажденного до температуры окружающей среды.

**3.2 плотное огнеупорное изделие** (dense shaped refractory product): Огнеупорное изделие с общей пористостью менее 45% ( $V_{пор}/V_{полн}$ ), определяемой по ИСО 5017.

#### 4 Сущность метода

Из каждого кирпича или изделия вырезают образцы в форме прямых призм или цилиндров, сушат и измеряют линейные размеры (метод 1) или объем (метод 2). Испытуемые образцы нагревают в печи с окислительной атмосферой при заданной скорости нагрева до определенной температуры, которую поддерживают в течение заданного времени. После охлаждения образцов до температуры окружающей среды измерения повторяют и вычисляют остаточное изменение линейных размеров или объема.

#### 5 Аппаратура

5.1 Электрическая или газовая печь, обеспечивающая

нагрев испытуемых образцов (6.2) в окислительной атмосфере при заданной скорости нагрева (7.6), а также выдержку при температуре испытания в течение заданного времени.

Примечание - Рекомендуется использовать электрическую печь. Допускается использовать газовую печь при наличии в ней окислительной атмосферы в течение всего испытания и возможности контроля этого условия.

5.2 Термопары (не менее трех) для измерения температуры и контроля температурного поля в пространстве, занимаемом испытуемыми образцами.

5.3 Устройство, регистрирующее зависимость температуры от времени, используемое в комплекте с термопарами (5.2) для наблюдения непрерывности записи температуры.

5.4 Устройство для измерения высоты (Метод 1), состоящее из штатива, на стойке которого закреплен индикатор часового типа, или микрометра с ценой деления не более 0,01 мм. Опорная плита (рисунок 1) должна быть отшлифована. На плиту устанавливают подставку с тремя опорными штифтами для испытуемого образца и двумя штифтами для его фиксации. Размеры штифтов приведены на рисунке 2. Нижняя поверхность подставки должна быть отшлифована. Для симметричного расположения призматического образца на одном углу наносят отметку по диагонали подставки. Для калибровки устройства используют цилиндр установленных размеров.

Подставку следует использовать для установки и фиксации положения призматического образца таким образом, чтобы измерение с помощью индикатора часового типа или микрометра до и после обжига было проведено в одних и тех же точках на поверхности образца.

5.5 Устройство для измерения объема (Метод 2) методом гидростатического взвешивания. Общий объем образца - в соответствии с ИСО 5017.

5.6 Сушильный шкаф с отверстиями для обеспечения эффективной вентиляции и оснащенный вентилятором.

## **6 Испытуемые образцы**

### **6.1 Отбор образцов**

Количество изделий (например, кирпичей) для испытания должно быть определено в соответствии с планом отбора.

### **6.2 Подготовка испытуемых образцов**

Из каждого изделия вырезают один образец (см. примечание 1). Испытуемые образцы должны иметь форму:

## Огнеупорные материалы металлургического производства

- а) прямых призм размерами  $50 \times 50 \times (60 \pm 2)$  мм или
- б) цилиндров диаметром 50 мм и высотой  $(60 \pm 2)$  мм.

Примечания:

1. Если размеры изделия позволяют, можно вырезать более одного образца и из них выбрать один.

2. Размер 60 мм должен совпадать с направлением прессования, если оно известно.

Местоположение каждого испытываемого образца в изделии указывают в журнале. Стороны призмы размерами  $50 \times 50$  мм или основания цилиндра должны быть подшлифованными и параллельными. На каждый испытываемый образец наносят маркировку.

## 7 Проведение испытаний

### 7.1 Сушка испытываемых образцов

Испытываемый образец высушивают в сушильном шкафу (5.6) при температуре  $(110 \pm 5)$  °С до постоянной массы.

### 7.2 Измерение испытываемых образцов

#### 7.2.1 Измерение линейных размеров (Метод 1)

Устройство для измерения высоты (5.4) калибруют с помощью цилиндра с установленной высотой. Испытываемый цилиндрический образец устанавливают основанием на подставку устройства. Призматический образец устанавливают на подставке так, чтобы один из углов располагался по диагонали подставки, и наносят отметку для того, чтобы после нагрева была возможность установить его в том же положении. На цилиндрический образец наносят метку на образующую против диагональной отметки.

Высоту испытываемого образца измеряют в четырех точках с погрешностью не более 0,01 мм, перемещая подставку с образцом по опорной плите. Измерения на призматических образцах проводят по диагоналям на расстоянии 20-25 мм от каждого угла, на цилиндрических - по двум взаимно перпендикулярным диаметрам на расстоянии 10-15 мм от образующей. Каждую точку измерения помечают.

#### 7.2.2 Измерение объема (Метод 2)

Объем образца  $V_B$ , см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$V_B = \frac{m_2 - m_1}{\rho} \quad (1)$$

где  $m_1$  - масса насыщенного образца, погруженного в жид-

кость, г;

$m_2$  - масса насыщенного жидкостью образца, г;

$\rho$  - плотность жидкости, в которую погружают образец, г/см<sup>3</sup>.

### 7.3 Установка образцов в печи

Испытуемые образцы устанавливают в печь на кирпичи толщиной от 30 до 65 мм, изготовленные из того же материала, что и образцы. Кирпичи устанавливают на плашку на вершины двух опор, имеющих треугольное поперечное сечение, высоту от 20 до 50 мм и расположенных на расстоянии приблизительно 80 мм.

Испытуемые образцы помещают в печь (5.1) на грань 50 мм × 50 мм (для призм) или на основание (для цилиндров) и защищают от прямого излучения в электрической печи или от пламени горелки в газовой печи. Не допускается установка испытуемых образцов друг на друга. Для обеспечения свободной циркуляции горячих газов испытуемые образцы должны находиться на расстоянии не менее 20 мм друг от друга и 50 мм от стенок печи.

### 7.4 Температура испытания

Температура испытания должна быть не ниже 800 °С и кратной 50 °С.

### 7.5 Измерение температуры и ее распределения

Температуру и ее распределение в пределах пространства, занятого испытуемыми образцами, измеряют с помощью не менее трех термопар, расположенных на некотором расстоянии от стен печи и нагревателей так, чтобы исключить какой-либо контакт с пламенем. Результаты измерений фиксируют.

Расхождение между показаниями термопар не должно превышать 20 °С.

### 7.6 Нагрев

Температуру в печи повышают со скоростью:

- а) при температуре испытания до 1250 °С включительно:
  - от температуры окружающей среды до температуры на 50 °С ниже температуры испытания: от 5 °С/мин до 10 °С/мин;
  - для последних 50 °С: от 1 °С/мин до 5 °С/мин;
- б) при температуре испытания свыше 1250 °С:
  - от температуры окружающей среды до 1200 °С: от 5

## Огнеупорные материалы металлургического производства

°С/мин до 10 °С/мин;

- от 1200 °С до температуры на 50 °С ниже температуры испытания: от 2 °С/мин до 5 °С/мин;

- для последних 50 °С: от 1 °С/мин до 5 °С/мин.

Примечание: Для последних 50 °С предпочтительной является скорость повышения температуры от 1 °С/мин до 2 °С/мин.

### 7.7 Выдержка при температуре испытания

Температуру испытания, регистрируемую каждой из трех термопар (5.2), выдерживают в течение 5 ч в пределах  $\pm 10$  °С. Температуру испытания определяют как среднеарифметическое по значениям температуры, измеренной тремя термопарами.

Примечание - В случае необходимости испытание проводят в течение 12 или 24 ч.

### 7.8 Анализ атмосферы в печи

Отбирают пробу газов в газовой печи вблизи образцов в течение выдержки по 7.7 и определяют содержание кислорода.

### 7.9 Охлаждение

Выключают печь и дают ей остыть естественным путем, не вынимая испытываемые образцы.

### 7.10 Измерение образцов после нагрева

#### 7.10.1 Измерение линейных размеров

Осматривают испытываемые образцы, отмечая раковины или выпуклости, возникшие во время нагрева. Если один из дефектов затронул точку измерения, то измерение проводят вблизи этой точки. При необходимости испытываемый образец поворачивают для устранения контакта между дефектом и любой из трех опор.

Измеряют высоту испытываемого образца в каждой из четырех точек, указанных в 7.2.1.

#### 7.10.2 Измерение объема

Объем испытываемого образца измеряют по методу, приведенному в 7.2.2.

## 8 Обработка результатов

Выражают остаточное изменение размеров как изменение высоты (Метод 1) или объема (Метод 2).

Значение  $\Delta L$  или  $\Delta V$  рассчитывают в процентах от пер-

воначальной высоты  $L_B$  или объема  $V_B$ , т.е.  $100 \frac{\Delta L}{L_B}$ , или  $100 \frac{\Delta V}{V_B}$ . Для Метода 1 рассчитывают изменение высоты для каждой измеряемой точки.

Увеличение высоты или объема записывают как положительное число (+), уменьшение - как отрицательное (-).

Записывают отдельные значения, рассчитанные для каждого испытуемого образца, и среднеарифметическое значение.

## 9. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт: "Определение остаточных изменений размеров при нагреве по Методу 1 (или Методу 2) - в соответствии с ГОСТ ИСО 2478";

б) описание испытанного материала (изготовитель, тип, номер партии и т.д.);

в) число испытанных изделий (6.1);

г) число образцов, отбираемых от изделия или кирпича;

д) размеры испытуемых образцов, их положение в изделии или кирпиче (6.2);

е) тип примененного прибора для измерения линейных размеров;

ж) тип используемой печи (5.1);

з) содержание кислорода в печной атмосфере, при необходимости (7.8);

и) режим нагрева (7.6);

к) значение номинальной температуры испытания (7.4);

л) назначение фактической средней температуры (7.7);

м) время выдержки при средней температуре (7.7);

н) описание внешнего вида образцов после нагрева (7.10.1);

о) отдельные и среднеарифметические значения линейного или объемного изменения (положительного или отрицательного), в процентах для каждого образца и каждого изделия.

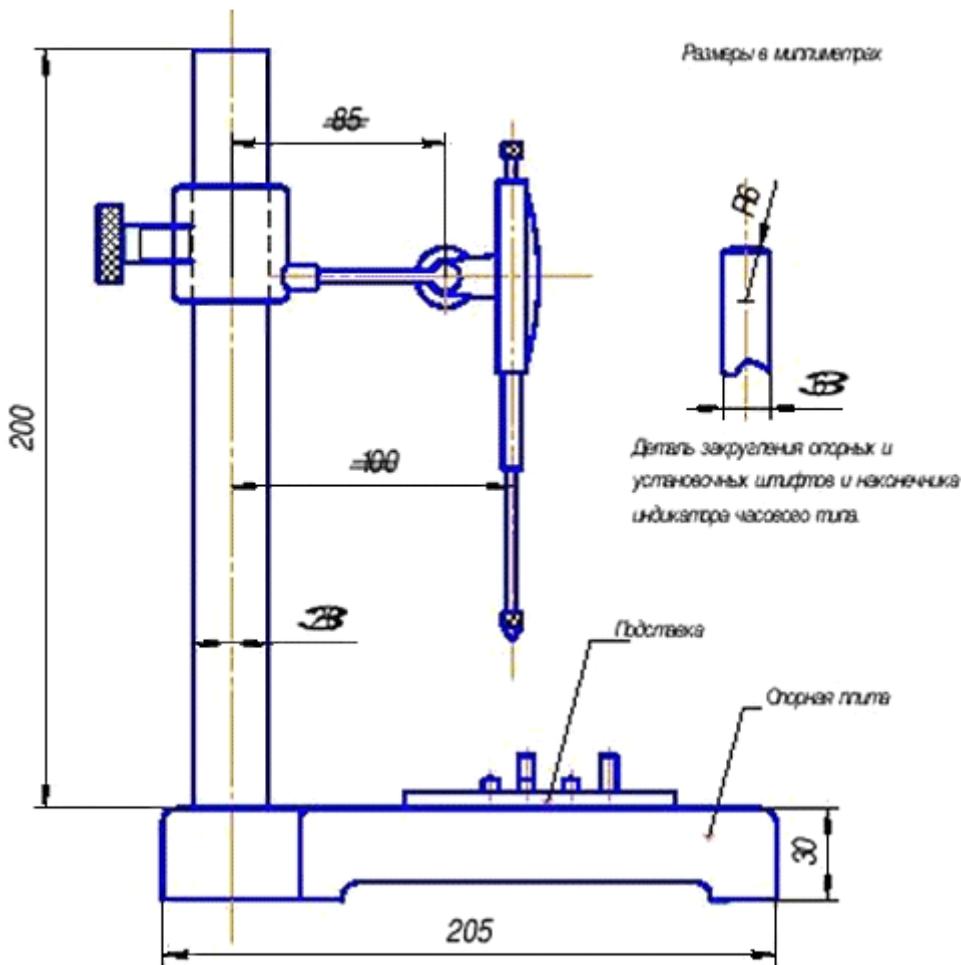


Рисунок 1 - Устройство для измерения высоты

### Литература

1. ИСО 5022 Огнеупорные изделия. Отбор образцов и приемочные испытания (ISO 5022 Shaped refractory products - Sampling and acceptance testing)

2. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

### Определение изменения массы при прокаливании огнеупоров

**1 Общие положения.** Методическое руководство распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия и устанавливает гравиметрические методы определения изменения массы при прокаливании (от 0,1% до 50%). Общие требования к методам анализа - по ГОСТ 2642.0.

### 2 Гравиметрический метод определения изменения массы при прокаливании

#### 2.1 Сущность метода

Пробу прокаливают в электрической печи при  $(1000 \pm 50)$  °С до постоянной массы и определяют изменение ее массы гравиметрическим методом.

#### 2.2 Аппаратура

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С - 1100 °С.

Тигли фарфоровые низкие N 2, 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

#### 2.3 Проведение анализа

Навеску массой 1 г взвешивают в фарфоровом тигле, прокаленном при  $(1000 \pm 50)$  °С до постоянной массы. Тигель с навеской помещают в муфельную печь, нагретую не выше 400 °С, постепенно нагревают до  $(1000 \pm 50)$  °С и выдерживают при этой температуре в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Допускается для обожженных материалов и изделий тигель с навеской помещать сразу в муфельную печь, нагретую до температуры  $(1000 \pm 50)$  °С.

Прокаливание повторяют по 10 мин до достижения постоянной массы.

#### 2.4 Обработка результатов

2.4.1 Массовую долю изменения массы при прокаливании  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

где  $m_1$  - масса тигля с навеской до прокаливания, г;

$m_2$  - масса тигля с навеской после прокаливания, г;

$m$  - масса навески, г.

2.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли изменения массы при прокаливании приведены в таблице.

Массовая доля изменения массы при прокаливании, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %		
	$\Delta$	$d_k$	$d_2$
От 0,1 до 0,2 включ.	0,05	0,06	0,05
Св. 0,2 " 0,5 "	0,07	0,08	0,07
" 0,5 " 1 "	0,10	0,12	0,10
" 1 " 2 "	0,14	0,18	0,15
" 2 " 5 "	0,19	0,24	0,20
" 5 " 10 "	0,3	0,4	0,3
" 10 " 20 "	0,4	0,5	0,4
" 20 " 50 "	0,5	0,6	0,5

### **3 Гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании в высокомагнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях**

#### **3.1 Сущность метода**

Пробу прокаливают в электрической печи при  $(1050 \pm 50)$  °С до постоянной массы и определяют изменение ее массы.

#### **3.2 Аппаратура**

Электрическая печь с автоматическим регулированием температуры, обеспечивающая температуру нагрева 1100 °С.

#### **3.3 Проведение анализа**

Навеску массой 1,0 г помещают в платиновый или фарфоровый тигель, прокаленный при 1050 °С до постоянной массы, охлажденный в эксикаторе и взвешенный.

Тигель с навеской помещают в электрическую муфельную печь с температурой не выше 350 °С и постепенно нагревают до температуры 1050 °С. Пробу выдерживают при этой температуре в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание при 1050 °С в течение 20 мин повторяют до постоянной массы. Для обожженных материалов допускается помещать тигель с навеской в печь температурой не выше 627 °С.

#### **3.4 Обработка результатов**

3.4.1 Массовую долю изменения массы при прокаливании  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  - масса тигля с навеской до прокаливания, г;

$m_2$  - масса тигля с навеской после прокаливания, г;

$m$  - масса навески, г.

3.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли изменения массы при прокаливании приведены в таблице.

#### **4 Гравиметрический метод определения потери массы при прокаливании в алюмосиликатных и кремнеземистых огнеупорных материалах и изделиях**

4.1 Потери массы при прокаливании в глинах, каолинах, шамотных, графитошамотных и полукислых изделиях, а также в алюмосиликатных и глиноземистых материалах и изделиях с массовой долей окиси алюминия до 95% и кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80% и более определяют по разд. 3.

4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли изменения массы при прокаливании приведены в таблице.

#### **Литература**

1. ГОСТ 2642.2-86. Группа И29. Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения изменения массы при прокаливании.
2. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

### Определение огнеупорности огнеупоров и огнеупорного сырья.

**Общие положения.** Настоящее методическое руководство распространяется на огнеупоры и огнеупорное сырье и устанавливает метод пирометрических конусов для определения огнеупорности в пределах 1580 °С - 2000 °С.

Огнеупорностью называется свойство материала противостоять, не расплавляясь, воздействию высоких температур.

Метод пирометрических конусов заключается в сравнении температур падения конусов, изготовленных из испытуемого материала, и пироскопов керамических (пирометрических конусов).

Температурные условия испытания должны соответствовать требованиям ГОСТ 4069-69 (СТ СЭВ 979-78). Группа И29.

#### 1 Метод пирометрических конусов

##### 1.1 Аппаратура, материалы

Электрическая печь сопротивления с жаровой трубой внутренним диаметром от 60 до 80 мм, с механическим приспособлением для введения и извлечения подставки с конусом. Конструкция печи должна обеспечивать воздушную атмосферу во время испытания, равномерность нагрева конусов в зоне наивысшей температуры на высоту не менее 100 мм и перепад температуры в пределах зоны не выше 10°С. Печь может быть оборудована вращающейся подставкой для конусов, частота вращения около 0,05 с<sup>-1</sup> (3 об/мин).

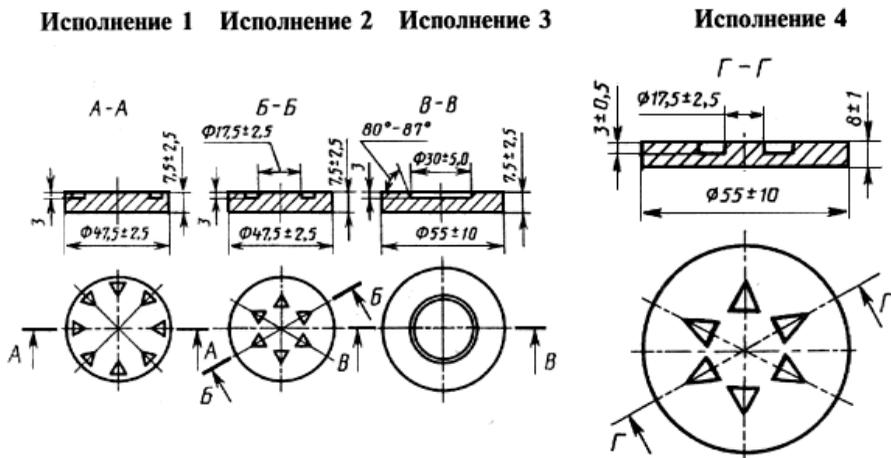
Допускается применение печей с другим способом нагрева, если они обеспечивают условия испытания, предусмотренные настоящим стандартом.

Устройство для плавного регулирования напряжения на печь.

Пирометр визуальный по ГОСТ 8335 с основной погрешностью измерения температуры, не превышающей ±20 °С в диапазоне до 2000 °С, или другой пирометр, с погрешностью не более указанной.

Набор пирометрических конусов малого формата по ГОСТ 21739.

Подставка огнеупорная, форма и размеры которой должны соответствовать указанным на черт.1. Материал подставки не должен реагировать во время испытания с материалом конусов.



Черт.1

Мертель огнеупорный для закрепления конусов на подставке.

Форма для изготовления испытуемых конусов.

Подставка огнеупорная для определения огнеупорности методом пирометрических конусов

Шаблон для контроля угла наклона конусов к плоскости подставки. Приспособление для наблюдения за падением конусов.

## 2 Подготовка к испытанию

2.1 Отбор и приготовление проб производят по ГОСТ 2642.0. Пробу измельчают до прохождения без остатка через сетку № 02 по ГОСТ 6613.

Если при измельчении проба будет загрязнена металлическими частицами, их следует удалить магнитом. Если проба сама содержит магнитные частицы, обработка ее магнитом недопустима. В этих случаях следует выбрать такой способ измельчения, при котором по возможности проба не загрязняется.

Испытуемые материалы, дающие большую усадку или рост при обжиге или содержащие большое количество выгорающих примесей или карбонатов, должны быть прокалены при соответ-

## Огнеупорные материалы металлургического производства

ствующей температуре. Необходимость прокаливания материала выявляют после проведения предварительного испытания.

2.2 От измельченной пробы квартованием отбирают 10-15 г материала, смешивают с водой, а в случае тощего материала с раствором декстрина (ГОСТ 6034) или другой органической клеящей добавкой (крахмалом и т.п.). Из увлажненной пробы формуруют испытываемые конусы и затем подсушивают их. Форма и размеры испытываемых конусов должны соответствовать пирометрическим конусам малого формата, т.е. представлять собой треугольную усеченную пирамиду высотой 30 мм со стороны нижнего основания 8 мм и верхнего основания 2 мм.

2.3 Испытываемые пирометрические конусы устанавливают на свежеформованную подставку в специально выполненные при формовании гнездышки и закрепляют их.

Допускается применение высушенных или обожженных подставок. В этом случае конусы укрепляют в гнездышках подставки при помощи огнеупорного мертеля, который во время испытания заметно не реагирует с конусами и подставкой.

Конусы ставят на подставку так, чтобы их короткие ребра были обращены наружу или к центру в зависимости от типа подставки. Наклон короткого ребра к плоскости подставки должен составлять  $82^\circ \pm 1^\circ$ .

Правильность наклона проверяют шаблоном.

2.4 Подставку с конусами, подготовленную к испытанию, следует высушить при температуре  $110^\circ\text{C} - 135^\circ\text{C}$ .

### 3 Проведение испытаний

3.1 Для определения огнеупорности следует устанавливать два конуса из одного и того же испытываемого материала и не менее четырех пирометрических конусов, равномерно распределенных по всему периметру подставки, при этом испытываемые конуса должны быть установлены друг против друга в диаметральной позиции между двумя пирометрическими конусами. Пирометрические конуса выбирают так, чтобы огнеупорность испытываемого конуса была ниже самого высокого из установленных пирометрических конусов и выше или такая же, как самого низкого пирометрического конуса.

С целью соблюдения этих условий рекомендуется провести предварительное испытание, применяя минимально необходимое число пирометрических конусов.

3.2 При приемке систематически выпускаемой однородной продукции разрешается устанавливать на подставку до четырех испытуемых конусов, имеющих близкую огнеупорность (по одному конусу от каждой партии), и не менее двух пирометрических конусов близких к ожидаемой огнеупорности.

3.3 Подставку вместе с установленными конусами медленно вводят в печь в зону испытания. Температура в зоне испытания в этот момент должна быть не выше 1000 °С. Скорость подъема температуры в печи до 1000 °С не регламентируется. В интервале от 1000 °С до 1500 °С она должна быть 10-15 °С/мин, а при температуре свыше 1500 °С - 2,5-5 °С/мин.

Интервал между падением двух конусов соседних номеров должен составлять 5-8 мин.

Скорость нагрева следует контролировать при помощи оптического пирометра. Деформация всех пирометрических конусов на подставке должна проходить одинаково через более короткое боковое ребро.

Когда вершина обоих испытуемых конусов коснется подставки, печь следует немедленно выключить. Затем подставку с пироскопами постепенно опускают и извлекают из печи.

#### **4 Оценка результатов испытаний**

4.1 Огнеупорность испытуемых конусов из одного и того же материала обозначают номером того пирометрического конуса, с которым они одновременно упали (коснулись вершиной поверхности подставки).

При падении испытуемых конусов в промежутке между падением двух пирометрических конусов огнеупорность обозначают номерами последних, например, ПК 169-ПК 171.

Если падение одного из двух испытуемых конусов из одного и того же материала происходит немного раньше пирометрического конуса, а падение другого испытуемого конуса непосредственно после него в то время, когда последующий номер пирометрического конуса своей вершиной еще не коснулся подставки, то температура падения испытуемых конусов обозначается номером пирометрического конуса, коснувшегося подставки.

4.2 Испытание считается недействительным и должно быть повторено:

- если разница в падении двух испытуемых конусов из од-

## Огнеупорные материалы металлургического производства

ного и того же материала равна или больше температур интервала между падением соседних пирометрических конусов;

- если даже один из испытуемых или пирометрических конусов наклонился ненормально (оплавление вершины корольком, более сильное оплавление ребер у нижнего основания, чем у верхнего, падение конусов не во все стороны, а только в одном направлении и т.п.);

- если вынутые из печи пирометрические конуса имеют потемнение (науглероживание).

Вторичное применение не упавших при испытании конусов не допускается.

В случае прекращения по каким-либо причинам испытания после достижения температуры 1300 °С возобновление испытания стоявшей в печи подставки с конусами не допускается.

4.3 Запись результатов испытаний производят по форме, указанной в приложении 1.

Огнеупорность испытуемых конусов указывают в номерах пирометрических конусов и в скобках в градусах Цельсия по шкале, приведенной в ГОСТ 21739, например, ПК 169 - ПК 171 (1690 °С - 1710 °С).

4.4 При повторных испытаниях в одной лаборатории испытуемых конусов из одной и той же лабораторной пробы разница в результатах не должна превышать половины температурного интервала между падением двух соседних пирометрических конусов, а в разных лабораториях - температурного интервала между падением двух соседних пирометрических конусов. При повторных испытаниях должны использоваться подставки одной и той же формы и размеров.

### Приложение 1

#### Форма записи результатов определения огнеупорности. определение огнеупорности методом пирометрических конусов

Время		Продолжительность испытания от начала		Нагрев печи		Примечание *
				Электрический режим	Температура в процессе испытания в °С	
ч	мин	ч	мин	В		А

Результаты испытания:

Образец №	_____	ПК	_____	(°С)
Образец №	_____	ПК	_____	(°С)
Образец №	_____	ПК	_____	(°С)
Образец №	_____	ПК	_____	(°С)

\*Примечания:

1. Результаты наблюдения следует записывать не реже чем через 10 мин, а с начала размягчения пироскопов не реже чем через 5 мин.

2. В графе "Примечание" дают описание характера и после-

довательности падения испытуемых пироскопов.

### **Литература**

1. Изделия огнеупорные. Методы испытаний. Часть 1: Сборник. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2004.

2. ГОСТ 4069-69 (СТ СЭВ 979-78). Группа И29 / Межгосударственный стандарт: огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения огнеупорности.

3. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

### Определение термической стойкости огнеупоров при охлаждении сжатым воздухом.

**1 Общие положения.** Настоящая методика разработана на основе и с учетом основных нормативных положений DIN CEN/TS 993-11:2003 "Методы испытания плотных формованных огнеупоров.

**2 Область применения.** Методика устанавливает требования к методу определения термической стойкости огнеупоров (в т.ч. обожженных огнеупорных изделий, взаимодействующих с водой) при охлаждении сжатым воздухом образцов, нагретых до температуры 950 °С по числу теплосмен до разрушения под действием заданной нагрузки.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 28874, а также следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 термическая стойкость огнеупоров:** Спротивляемость разрушению испытываемого образца огнеупора, происходящему в результате резкой смены температур, при поочередном нагревании и охлаждении.

**3.2 теплосмена:** Цикл, состоящий из нагревания испытываемого образца до заданной температуры, выдержки при этой температуре и последующего охлаждения в заданных условиях.

### 4 Требования безопасности

4.1 Требования безопасности к электропечи, применяемой для испытания, должны соответствовать ГОСТ 12.2.007.9.

4.2 Эксплуатация электроустановок и электроприборов должна осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.1.019, правилами технической эксплуатации и техники безопасности электроустановок потребителей.

4.3 Помещение для проведения испытания должно быть оборудовано вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

4.4 Уровень шума при охлаждении сжатым воздухом не должен превышать допустимый уровень по ГОСТ 12.1.003.

4.5 При проведении испытания должны применяться индивидуальные средства защиты: защитные очки по ГОСТ Р 12.4.013, средства индивидуальной защиты органа слуха по ГОСТ Р 12.4.208 или ГОСТ Р 12.4.209, спецодежда, хлопчатобумажные

перчатки и т.п.

## **5 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства**

5.1 Термоэлектрический преобразователь по ГОСТ 6616 для измерения температуры до 1000 °С с измерительным прибором 1-го или более высокого класса точности.

5.2 Весы по ГОСТ 24104 среднего (III) класса точности.

5.3 Штангенциркуль по ГОСТ 166.

5.4 Манометр по ГОСТ 2405, обеспечивающий измерение избыточного давления (1,0±0,1) МПа.

5.5 Испытательная машина, соответствующая требованиям ГОСТ 28840 и обеспечивающая нагрузку от 400 до 600 Н, с приспособлением для испытания на изгиб с расстоянием между опорами (100±1) мм и радиусом кривизны опор (5,0±0,5) мм.

Допускается использовать нагружающее устройство, например рычажного типа, обеспечивающее напряжение в образце (0,30±0,05) Н/мм<sup>2</sup>, аттестованное в установленном порядке.

5.6 Для проведения испытания используют следующую лабораторную аппаратуру:

- таймер с разрешением ±30 с или другое средство измерения времени, обеспечивающее заданную точность;

- электрическую муфельную печь, обеспечивающую нагрев до температуры не менее 950 °С и погрешность ее поддержания во время выдержки образцов в пределах ±25 °С.

Конструкция печи должна обеспечивать безопасный режим работы при загрузке и выгрузке образцов во время проведения испытания.

Термоэлектрический преобразователь должен быть установлен над центром пода печи на 20 мм выше верхней грани испытуемого образца.

Тепловая мощность печи должна обеспечивать следующие условия: после установки образцов и закрытия дверцы печи температура не должна опускаться ниже температуры 750 °С и затем подниматься до температуры 950 °С не более 30 мин.

Примечание - Внутренние размеры муфельной печи должны обеспечивать размещение образцов, при котором они не касаются стен муфельной печи и друг друга;

- сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев образцов до температуры 300 °С;

- устройство для обдува сжатым воздухом, состоящее из баллона или трубопровода, манометра по 5.4, редуктора или дру-

гого приспособления, регулирующего подачу воздуха, и сопла диаметром 8 мм и длиной 5 мм. Расстояние от сопла до обдуваемой поверхности должно быть 100 мм;

- стальную плиту размерами  $(400\pm 10)\times(250\pm 10)\times(20\pm 3)$  мм со штифтами, определяющими положение образцов. Общий вид плиты и устройства для обдува приведен в приложении А.

## **6 Метод определения термической стойкости по числу теплосмен до разрушения под действием заданной нагрузки.**

### **6.1 Сущность метода**

Метод основан на определении числа теплосмен, которые выдерживает образец огнеупора при нагружении изгибающим усилием  $(0,30\pm 0,05)$  Н/мм<sup>2</sup> после каждой теплосмены до разрушения.

Метод распространяется на обожженные огнеупорные изделия общей пористостью менее 45% и теплоизоляционные (легковесные) огнеупорные изделия и не распространяется на углеродсодержащие и теплоизоляционные волокнистые изделия, а также на огнеупорные бетоны.

### 6.2 Подготовка образцов

6.2.1 Порядок отбора огнеупорных изделий - по ГОСТ 8179 с дополнением по 6.2.1.1.

6.2.1.1 Для определения термической стойкости отбирают не менее двух изделий.

6.2.2 Из каждого отобранного изделия вырезают один образец в форме прямоугольной призмы размерами 114х64х64 мм с допуском отклонением  $\pm 3$  мм так, чтобы, по крайней мере, одна из граней размерами 114х64 мм была перпендикулярна к направлению прессования и сохраняла поверхность изделия.

Допускается устанавливать другое количество образцов в нормативном документе на продукцию или договоре на поставку.

6.2.3 Поверхности образца должны быть гладкими. Образцы, на поверхности которых после резки обнаружены трещины, пустоты или раковины, не испытывают, а заменяют другими из той же выборки.

Образцы после резки с применением охлаждающей жидкости высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре  $(110\pm 5)$  °С. Массу считают постоянной, если после повторной сушки в течение 1 ч результат взвешивания отличается

## Огнеупорные материалы металлургического производства

ся от предыдущего не более чем на 0,1%.

6.2.4 Отклонение от параллельности верхней и нижней граней образца не должно превышать  $\pm 0,2$  мм, а угол между гранями с общим ребром должен быть  $90^\circ \pm 1^\circ$ .

6.2.5 На торец образца наносят маркировку огнеупорной краской, например оксидом хрома, или другим веществом, которое проявляется при обжиге, а затем помечают центр грани размерами 114x64 мм, которая будет охлаждаться сжатым воздухом и нагружаться изгибающим усилием.

### 6.3 Проведение испытания

6.3.1 Штангенциркулем измеряют с погрешностью, не превышающей 0,1 мм, высоту и ширину среднего сечения каждого образца, проходящего через метку по 6.2.5.

6.3.2 Образец помещают в печь, нагретую до температуры 950 °С, и закрывают дверцу печи. При этом температура не должна опускаться ниже температуры 750 °С.

После того как температура вновь установится на заданном значении, образцы выдерживают в печи (45±5) мин. Время подъема температуры до заданного значения не должно превышать 30 мин.

6.3.3 Образец извлекают из печи щипцами с захватами, изолированными теплоизоляционным материалом, и устанавливают на стальную плиту в строго фиксированное положение. При этом сопло устройства для обдува сжатым воздухом должно находиться над помеченным центром верхней грани образца на расстоянии около 100 мм.

Затем открывают вентиль устройства подачи сжатого воздуха и охлаждают образец в течение 5 мин. Избыточное давление воздуха должно быть (1,0±0,1) МПа. Воздух должен иметь комнатную температуру и не содержать влаги, способной конденсироваться в капли.

После закрытия вентиля образец оставляют на плите для охлаждения до комнатной температуры.

Допускается перенос образца во время охлаждения на другую подставку.

При соблюдении условий по 6.3.2 и 6.3.3 можно одновременно или последовательно испытывать несколько образцов.

6.3.4 Охлажденный образец устанавливают на опоры приспособления испытательной машины по 5.5 и постепенно нагружают до общей нагрузки, соответствующей изгибающему напряжению  $\sigma$ , равному (0,30±0,05) Н/мм<sup>2</sup>. Нагружают ту грань, кото-

рую охлаждали сжатым воздухом.

По достижении заданной нагрузки машину выключают.

Общую нагрузку  $F$ , Н, рассчитывают по формуле

$$F = \frac{2}{3} \times \frac{\sigma b h^2}{l}, \quad (1)$$

где  $\sigma$  - изгибающее напряжение, Н/мм<sup>2</sup>;

$b$  - ширина образца, мм;

$h$  - высота образца, мм;

$l$  - расстояние между опорами, мм.

6.3.5 Если образец не разрушился, испытание повторяют по 6.3.2-6.3.4 до разрушения. После 30 теплосмен испытание прекращают.

#### 6.4 Обработка результатов

Термическую стойкость выражают числом теплосмен, которые выдержал образец до разрушения изгибающим усилием.

#### 6.5 Протокол испытания

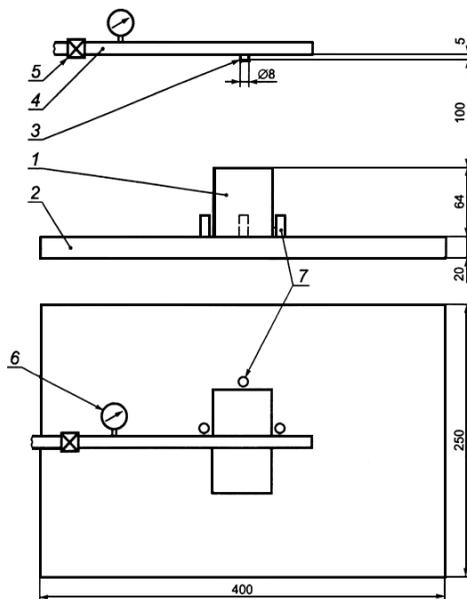
Результаты испытания записывают в протокол, в котором указывают:

- наименование изделия и его марку;
- количество и размеры испытываемых образцов;
- результат испытания каждого образца.

### Приложение А (рекомендуемое)

#### **Общий вид плиты и устройства для обдува**

А.1 Общий вид плиты и устройства для обдува образцов сжатым воздухом приведен на рисунке А.1.



1 - образец; 2 - плита; 3 - сопло; 4 - трубопровод сжатого воздуха;

5 - вентиль; 6 - манометр; 7 - установочные штифты

Рисунок А.1 - Общий вид плиты и устройства для охлаждения

### Литература

1. ГОСТ 7875.0-94 Изделия огнеупорные. Общие требования к методам определения термической стойкости.

2. ГОСТ 7875.1-94 Изделия огнеупорные. Метод определения термической стойкости на кирпичах.

3. ГОСТ 7875.2-94 Изделия огнеупорные. Метод определения термической стойкости на образцах.

4. Огнеупорные изделия, материалы и сырье: Справ. Изд./ Карклит А.К. – 4-ое изд.- М.: Металлургия, 1990, 416 с.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Курс UniTrain-I "Автоматическое управление температурой, скоростью и светом", [www.unitrain-i.com](http://www.unitrain-i.com).
2. В.А. Бесекерский, Е.П. Попов «Теория автоматического управления», СПб, Изд-во «Профессия», 2003.-752с.
3. Л.Д. Певзнер «Практикум по теории автоматического управления»: Учеб. пособие-М.: Высш. шк., 2006.-590с.
4. Современные системы управления/ Р. Дорф, Р. Бишоп. Пер. с англ. Б.И. Копылова.- М.: Лаборатория Базовых Знаний, 2002.-832 с.:ил.