

*Д-р техн. наук В. В. Примаченко,  
канд. техн. наук В. В. Мартыненко,  
канд. техн. наук А. В. Дуников, М. Л. Литвин,  
Т. С. Пензева, Е. Н. Реброва  
(ПАО «УКРНИИ ОГНЕУПОРОВ ИМ. А. С. БЕРЕЖНОГО»,  
г. Харьков, Украина)*

## **Доработка и пересмотр методик испытаний огнеупоров и технической керамики в ПАО «УКРНИИ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» в 2012 году**

### **Введение**

Для оценки качества огнеупоров и технической керамики в ПАО «УКРНИИ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» используют не только стандартные методы испытаний, установленные в соответствующих национальных стандартах (ДСТУ) и межгосударственных стандартах (ГОСТ), но и нестандартизованные методики испытаний<sup>1</sup>, которые разрабатываются, аттестуются<sup>2</sup>, пересматриваются и дорабатываются в институте в установленном порядке.

В 2012 году были пересмотрены и доработаны следующие методики испытаний огнеупоров и технической керамики:

— МИ 322-65-2007 Огнеупоры. Методика определения предела прочности при изгибе при комнатной температуре;

— МИ 322-73-2005 Огнеупоры и техническая керамика. Методика определения теплового расширения оптическим методом;

— МИ 322-80-2006 Материалы и изделия высокоогнеупорные и высшей огнеупорности. Методика определения огнеупорности.

Пересмотр указанных методик испытаний был связан с истечением срока их действия и необходимостью их доработки.

<sup>1</sup> Согласно стандарту Украины ДСТУ 3021-95 [1] методика испытаний — организационно-методический документ, обязательный к выполнению, определяющий метод испытаний, средства и условия испытаний, отбор проб, алгоритмы выполнения операций по определению одной или нескольких взаимосвязанных характеристик свойств объекта, формы представления данных и оценивания точности, достоверности результатов и др.

<sup>2</sup> После пересмотра и доработки методика испытаний также подлежит обязательной аттестации.

Доработка и оформление методик испытаний осуществлены в соответствии с требованиями современной системы стандартизации Украины — ДСТУ 1.2:2003 [2], ДСТУ 1.5:2003 [3] и требованиями стандарта ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT) [4].

### **Пересмотр и доработка методики МИ 322-65-2007**

Методика МИ 322-65-2007 была разработана и введена в действие в 2007 году (см. [5]) взамен ранее действующей методики МИ 322-65-2004, описанной в статье [6].

В 2012 году методика МИ 322-65-2007 была переработана и взамен ее разработана, утверждена и аттестована новая методика МИ 322-65-2012 «Огнеупоры. Методика определения предела прочности при изгибе при комнатной температуре».

В методике МИ 322-65-2012 уточнены некоторые положения разделов «Нормативные ссылки», «Термины и определения понятий», «Сущность метода», «Аппаратура» и «Подготовка к проведению испытания», более детально прописаны разделы «Проведение испытания» и «Обработка результатов».

Также в этой методике приведены рекомендации по оцениванию неопределенности результата измерения в соответствии с требованиями ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT) [4].

Основные положения методики МИ 322-65-2012 приведены ниже.

Методика МИ 322-65-2012 предназначена для определения предела прочности при изгибе огнеупоров при комнатной температуре и при постоянной скорости увеличения нагрузки.

Методика МИ 322-65-2012 распространяется на плотные и теплоизоляционные обожженные или термообработанные огнеупорные изделия, на огнеупорные безобжиговые изделия с органической или неорганической химической связкой и образцы из неформованных огнеупоров, для которых обычно требуется предварительная термообработка, а также на шамотнокордиеритовые изделия и на огнеупорные теплоизоляционные плиты, которые могут содержать волокно.

В методике МИ 322-65-2012 учтены положения стандартов ISO 5014:1997 [7], EN 843-1:1995 [8], EN 993-6:1995 [9], ДСТУ 3716-98 [10].

Сущность применяемого метода<sup>1</sup>: испытуемый образец нагружают в устройстве для трехточечного изгиба при постоянной

<sup>1</sup> Согласно стандарту Украины ДСТУ 3021-95 [1] метод испытаний — правила применения определенных принципов и средств испытаний.

скорости увеличения нагрузки до разрушения образца и рассчитывают предел прочности при изгибе.

Схема применяемого трехточечного изгиба приведена на рис. 1, схема нагружающего устройства с промежуточной опорой — на рис. 2.

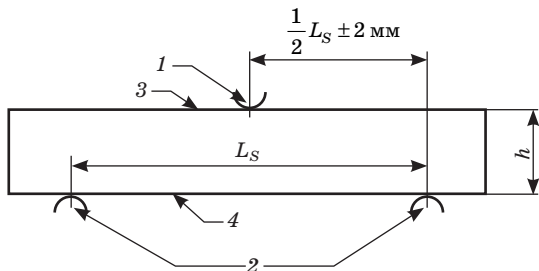


Рис. 1. Схема трехточечного изгиба испытываемого образца:

1 — нажимная призма; 2 — опорная призма; 3 — верхняя поверхность образца, претерпевающая сжимающие напряжения; 4 — нижняя поверхность образца, претерпевающая растягивающие напряжения;  $L_S$  — расстояние между опорными призмами;  $h$  — высота образца

В табл. 1 приведены размеры и допуски образцов различных применяемых размеров.

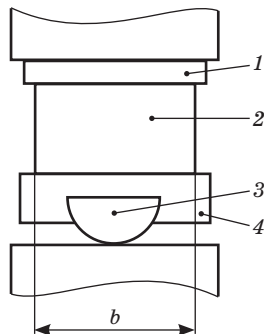


Рис. 2. Схема нагружающего устройства с промежуточной опорой:

1 — нажимная призма; 2 — испытываемый образец; 3 — промежуточная опора; 4 — опорная призма;  $b$  — ширина образца

Размеры и допуски образцов различных размеров  
(Размеры — в миллиметрах)

Размеры образца, $l \times b \times h$	Допуск по ширине $b$ и высоте $h$	Допуск по непараллельности		Расстояние между опорными призмами, $L_S$	Радиус закругления нажимной и опорной призм
		сторон поперечного сечения	верхней и нижней поверхностей		
230 × 114 × 76	—	—	—	180 ± 1	15 ± 0,5
230 × 114 × 64	—	—	—	180 ± 1	15 ± 0,5
200 × 40 × 40	± 1	± 0,15	± 0,25	180 ± 1	15 ± 0,5
150 × 25 × 25	± 1	± 0,10	± 0,20	125 ± 1	5 ± 0,5
230 × 114 × $h^*$	—	—	—	180 ± 1	15 ± 0,5

\* Образцы указанных размеров применяются при испытаниях плит толщиной не более 100 мм; высота образца  $h$  должна быть равна толщине плиты.

## Пересмотр и доработка методики МИ 322-73-2005

Методика МИ 322-73-2005 была разработана и введена в действие в 2005 году взамен ранее действующей методики РМИ 14-430-26-92 (см. [11]).

В 2012 году методика МИ 322-73-2005 была переработана и взамен ее разработана, утверждена и аттестована новая методика МИ 322-73-2012 «Огнеупоры и техническая керамика. Методика определения теплового расширения оптическим методом».

В методике МИ 322-73-2012 уточнены некоторые положения разделов «Нормативные ссылки», «Сущность метода», «Аппаратура» и «Подготовка к проведению испытания», более детально прописаны разделы «Проведение испытания» и «Обработка результатов», введен новый раздел «Термины и определения понятий».

Также в этой методике приведены рекомендации по оцениванию неопределенности результата измерения в соответствии с требованиями ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT) [4].

В методике МИ 322-73-2012 учтены положения европейского стандарта EN 821-1:1995 [12].

Основные положения методики МИ 322-73-2012 приведены ниже.

Методика МИ 322-73-2012 предназначена для определения теплового расширения огнеупоров и технической керамики на воздухе при температуре до 1500 °С.

Методика МИ 322-73-2012 распространяется на плотные и теплоизоляционные обожженные или термообработанные огнеупорные и керамические изделия, на огнеупорные безобжиговые изделия с органической или неорганической химической связкой и на образцы из неформованных огнеупоров, для которых обычно требуется предварительная термообработка.

Сущность применяемого метода: определенной формы и размеров испытуемый образец высушивают до постоянной массы; измеряют длину образца при комнатной температуре; измеряют микроскопом изменения длины образца при нагревании и (или) охлаждении в оптическом дилатометре в заданных температурных интервалах; рассчитывают относительное тепловое расширение (или относительное уменьшение длины образца — при охлаждении) и (или) средний ТКЛР образца в заданных температурных интервалах.

Схема оптического дилатометра приведена на рис. 3. Схема подключения термоэлектрических преобразователей, спаи которых расположены в образце, приведена на рис. 4.

Держатель образца должен быть изготовлен из плотной корундовой керамики с содержанием  $Al_2O_3$  не менее 99,8%. Конструкция держателя с расположением в нем образца приведена на рис. 5.

Относительное тепловое расширение (или относительное уменьшение длины образца — при его охлаждении) в заданном температурном интервале вычисляют по формуле (1):

$$\left( \frac{\Delta l}{l_0} \right)_{T_n+T_k} = \frac{S(X_{T_k} - X_{T_n})}{l_0}, \quad (1)$$

где  $S$  — цена деления окулярного микрометра, мм;  $X_{T_n}$ ,  $X_{T_k}$  — расстояние между изображениями концов образца в микроскопе, выраженное числом делений окулярного микрометра, соответственно при начальной ( $T_n$ ) и конечной ( $T_k$ ) температурах заданного температурного интервала;  $l_0$  — длина испытуемого образца при комнатной температуре, мм.

Зависимость относительного теплового расширения (или относительного уменьшения длины образца — при его охлаждении) от температу-

ры  $\frac{\Delta l}{l_0} = f(T)$  определяют, если известны значения  $\left( \frac{\Delta l}{l_0} \right)_{T_n+T_k}$

для нескольких температурных интер-

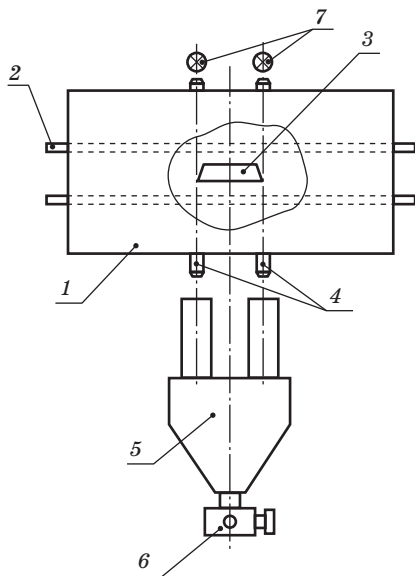


Рис. 3. Схема оптического дилатометра: 1 — печь; 2 — нагреватели; 3 — образец; 4 — визирные трубки; 5 — микроскоп; 6 — окулярный микрометр; 7 — лампы подсветки

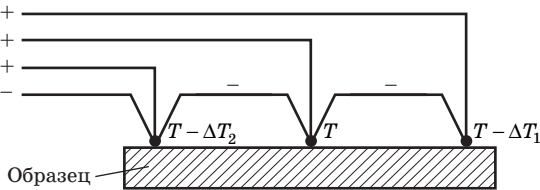


Рис. 4. Схема подключения термоэлектрических преобразователей

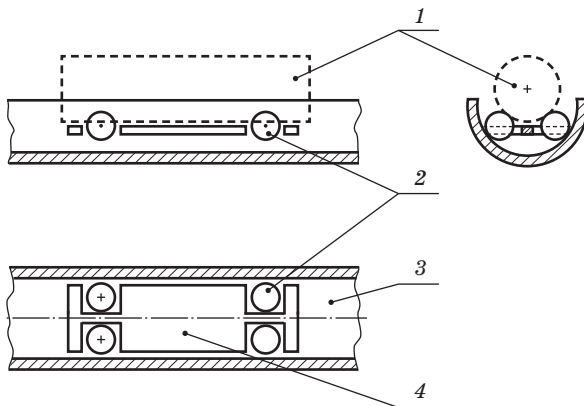


Рис. 5. Держатель образца: 1 — образец; 2 — опорные шарики; 3 — опорная трубка; 4 — держатель шариков

валов, полученные в режиме нагрева (или охлаждения), и если начальные температуры этих интервалов равны между собой.

При этом значения  $\frac{\Delta l}{l_0}$  указывают в зависимости от конечных температур интервалов. Температурную зависимость  $\frac{\Delta l}{l_0} = f(T)$  определяют по соглашению между заинтересованными сторонами. Средний ТКЛР в заданном температурном интервале  $T_H \div T_K$ , выражаемый в  $K^{-1}$ , вычисляют по формуле (2):

$$\bar{\alpha}_{T_H \div T_K} = \frac{\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)_{T_H \div T_K}}{T_K - T_H} = \frac{S(X_{T_K} - X_{T_H})}{T_K - T_H} \quad (2)$$

где  $T_H$ ,  $T_K$  — соответственно начальная и конечная температура заданного температурного интервала, К.

### Пересмотр и доработка методики МИ 322-80-2006

Методика МИ 322-80-2006 была разработана и введена в действие в 2006 году взамен методики РМИ 14-430-32-92 (см. [13]). Срок действия методики МИ 322-80-2006 был продлен до 2012 года.

В 2012 году методика МИ 322-80-2006 была переработана и взамен ее разработана, утверждена и аттестована новая методика МИ 322-80-2012 «Материалы и изделия высокоогнеупорные и высшей огнеупорности. Методика определения огнеупорности».

В методике МИ 322-80-2012 уточнены некоторые положения разделов «Нормативные ссылки», «Сущность метода», «Аппаратура» и «Подготовка к проведению испытания», более детально прописаны разделы «Термины и определения понятий», «Проведение испытания» и «Обработка результатов».

Также в этой методике приведены рекомендации по оцениванию неопределенности результата измерения в соответствии с требованиями ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT) [4].

В методике МИ 322-80-2012 учтены положения стандартов: ISO 528:1983 [14], ISO 1146:1988 [15], EN 993-12:1997 [16], EN 993-13:1995 [17], ГОСТ 4069—69 [18] и ГОСТ 21739—76 [19].

В методике МИ 322-80-2012 предусмотрены два метода, выбираемые по соглашению между заинтересованными сторонами: метод пирометрических конусов и инструментальный метод.

Основные положения методики МИ 322-80-2012 приведены ниже.

Методика МИ 322-80-2012 предназначена для определения огнеупорности материалов и изделий высокоогнеупорных и высшей огнеупорности. Температурная область применения методики — от 1770 до 2500 °С.

Сущность применяемого метода: конус определенной формы и размеров, изготовленный из испытуемого материала, подвергают нагреву в заданных условиях и определяют огнеупорность материала по температуре, при которой конус в результате его изгибания под собственным весом (склонения) коснется горизонтальной подставки, на которой установлен.

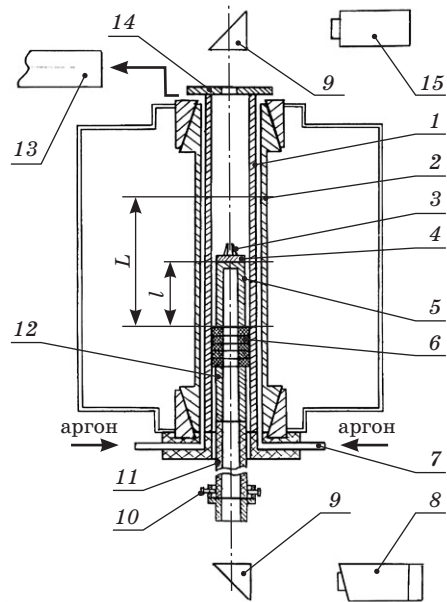
Испытательная установка включает вертикальную электропечь, модель абсолютно черного тела (а. ч. т.), опору, призму полного внутреннего отражения, оптическую систему для наблюдения за конусом и средство измерения температуры — пирометр.

Схема испытательной установки для определения огнеупорности материалов и изделий высокоогнеупорных и высшей огнеупорности приведена на рис. 6.

Модель а. ч. т. должна быть установлена соосно на цилиндрическую опору, состоящую из колец и трубок, имеющих такой же внутренний диаметр, как и сама модель а. ч. т.

Между моделью а. ч. т. и опорой может быть установлено промежуточное кольцо толщиной 3—10 мм и наружным диаметром, как и модели а. ч. т. Внутренний диаметр промежуточного кольца подбирают в соответствии с показателем визирования применяемого пирометра.

Рис. 6. Схема испытательной установки для определения огнеупорности:  $L$  — длина зоны равномерной температуры;  $l$  — длина модели а. ч. т.; 1 — жаровая труба; 2 — графитовый нагреватель; 3 — конус; 4 — подставка для конусов; 5 — модель а. ч. т.; 6 — экранирующие кольца; 7 — каналы подачи аргона; 8 — пирометр; 9 — призма полного внутреннего отражения; 10 — держатель опоры; 11, 12 — опорные трубки; 13 — устройство для удаления газов; 14 — огнеупорная крышка с визирным отверстием; 15 — оптическая система для наблюдения за конусом



В испытательной установке применяется призма полного внутреннего отражения, не обладающая дисперсией и двойным лучепреломлением и обеспечивающая полное отражение падающего луча. Призма также должна обеспечивать необходимое направление луча для удобства измерений с использованием пирометра. Правильный подбор необходимой призмы является существенным для обеспечения требуемой точности измерения температуры с использованием пирометра.

Поэтому для правильного подбора призмы в приложении к методике МИ 322-80-2012 приведена необходимая информация.

Форма и размеры испытуемых конусов приведены на рис. 7.

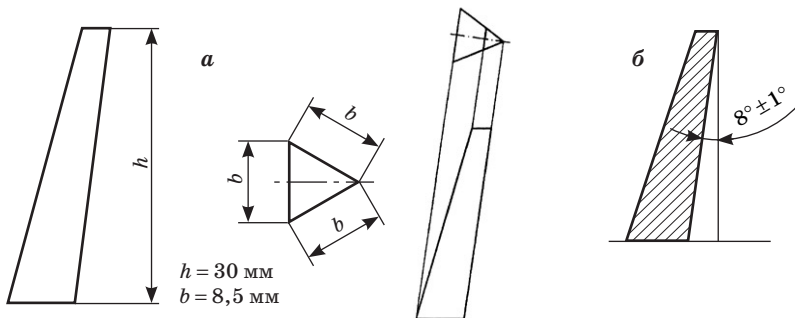


Рис. 7. Форма, размеры конуса и угол наклона ребра или грани конуса: а — форма и размеры конуса; б — угол наклона ребра или грани конуса



## Заклучение

В 2012 году ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» доработаны и пересмотрены три методики испытаний огнеупоров и технической керамики.

Взамен методик испытаний МИ 322-65-2007, МИ 322-73-2005 и МИ 322-80-2006 разработаны, утверждены и аттестованы новые методики испытаний соответственно МИ 322-65-2012, МИ 322-73-2012 и МИ 322-80-2012.

В новых методиках уточнены положения некоторых разделов и приведены рекомендации по оцениванию неопределенности результата измерения.

Доработка и оформление методик испытаний выполнены в соответствии с требованиями ДСТУ 1.2:2003, ДСТУ 1.5:2003 и ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT).

### Библиографический список

1. Випробування і контроль якості продукції. Терміни та визначення : ДСТУ 3021-95. — [Чинний від 1995-02-28]. — К. : Держстандарт України, 1995. — 71 с. — (Державний стандарт України).

2. Національна стандартизація. Правила розроблення національних нормативних документів : ДСТУ 1.2:2003. — [Чинний від 2003-07-01]. — К. : Держспоживстандарт України, 2004. — 16 с. — (Національний стандарт України).

3. Національна стандартизація. Правила побудови, викладання, оформлення та вимоги до змісту нормативних документів : ДСТУ 1.5:2003. — [Чинний від 2003-07-01] — К. : Держспоживстандарт України, 2003. — 56 с. — (Національний стандарт України).

4. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій : ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT). — [Чинний від 2007-07-01]. — К. : Держспоживстандарт України, 2007. — 26 с. — (Національний стандарт України).

5. Дуников А. В. Усовершенствованная методика определения предела прочности при изгибе огнеупоров при комнатной температуре / А. В. Дуников, С. Л. Беляев, М. Л. Литвин // 36. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А. С. Бережного». — Х. : Каравела, 2008. — № 108. — С. 222—229.

6. Дуников А. В. Новая методика определения предела прочности при изгибе огнеупоров при комнатной температуре / А. В. Дуников, В. С. Шаповалов, С. Л. Беляев // 36. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А. С. Бережного». — Х. : Каравела, 2005. — № 105. — С. 204—215.

7. Dense and insulating shaped refractory products — Determination of modulus of rupture at ambient temperature (Изделия огнеупорные формованные плотные и теплоизоляционные. Метод определения предела прочности при изгибе при комнатной температуре) : ISO 5014:1997. — [Publication date 1997-07-01]. — International Organization for Standardization Case postale 56 CH-1211 Genève 20 Switzerland, 1997. — 5 с. — (Международный стандарт).

8. Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — Mechanical properties at room temperature — Part 1: Determination of flexural strength (Усовершенствованная техническая керамика. Монолитная керамика. Механические свойства при комнатной температуре. Часть I. Определение прочности при изгибе) :

EN 843-1:1995. — [Publication date 1995-01-09]. — Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels, 1995. — 12 с. — (Европейский стандарт).

9. Methods of test for dense shaped refractory products — Part 6: Determination of modulus of rupture at ambient temperature (Методы испытаний плотных формованных огнеупорных изделий. Часть 6. Определение предела прочности при изгибе при комнатной температуре) : EN 993-6:1995. — [Publication date 1995-02-24]. — Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels, 1995. — 10 с. — (Европейский стандарт).

10. Кераміка. Метод визначення границі міцності під час згинання : ДСТУ 3716-98 [Чинний від 1999-01-01]. — К. : Держстандарт України, 1998. — 10 с. — (Національний стандарт України).

11. Дуников А. В. Усовершенствование методик определения термостойкости и теплового расширения огнеупоров и технической керамики / А. В. Дуников, М. Л. Литвин, С. Л. Беляев // 36. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А. С. Бережного». — Х. : Каравела, 2006. — № 106. — С. 204—210.

12. Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — Thermo-physical properties — Part 1: Determination of thermal expansion (Усовершенствованная техническая керамика. Монолитная керамика. Теплофизические свойства. Часть 1. Определение теплового расширения) : EN 821-1:1995. — [Publication date 1995-01-09]. — Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels, 1995. — 20 с. — (Европейский стандарт).

13. Усовершенствование методики определения огнеупорности материалов и изделий высокоогнеупорных и высшей огнеупорности / [Дуников А. В., Литвин М. Л., Беляев С. Л., Реброва Е. Н.] // 36. наук. пр. ВАТ «УкрНДІВогнетривів ім. А. С. Бережного». — Х. : Каравела, 2007. — № 107. — С. 204—219.

14. Refractory products — Determination of pyrometric cone equivalent (refractoriness) (Материалы и изделия огнеупорные. Определение эквивалента пирометрического конуса (огнеупорности)) : ISO 528:1983. — [Publication date 1983-12-01]. — International Organization for Standardization Case postale 56 CH-1211 Genève 20 Switzerland, 1983. — 5 с. — (Международный стандарт).

15. Pyrometric reference cones for laboratory use — Specification (Пирометрические контрольные конусы для лабораторного использования. Технические условия) : ISO 1146:1988. — [Publication date 1988-02-01]. — International Organization for Standardization, 1988. — 5 с. — (Международный стандарт).

16. Methods of test for dense shaped refractory products — Part 12: Determination of pyrometric cone equivalent (refractoriness) (Методы испытаний плотных формованных изделий. Часть 12. Определение эквивалента пирометрического конуса (огнеупорности)) : EN 993-12:1997. — [Publication date 1997-03-19]. — Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels, 1997. — 7 с. — (Европейский стандарт).

17. Methods of test for dense shaped refractory products — Part 13: Specification for pyrometric reference cones for laboratory use (Методы испытаний плотных формованных огнеупорных изделий. Часть 13. Технические условия на пирометрические контрольные конусы для лабораторного использования) : EN 993-13:1995. — [Publication date 1995-02-15]. — Central Secretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels, 1995. — 10 с. — (Европейский стандарт).

18. Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения огнеупорности: ГОСТ 4069—69. — [Дата введения 1970-01-01]. — М. : Издательство стандартов, 1987. — 6 с. — (Межгосударственный стандарт).

19. Пироскопы керамические. Технические условия: ГОСТ 21739—76. — [Дата введения 1978-01-01]. — М. : Издательство стандартов, 1987. — 7 с. — (Межгосударственный стандарт).

*Рецензент к. т. н. Варганов В. В.*