

TCVN 6530-8 : 2003

**VẬT LIỆU CHỊU LỬA – PHƯƠNG PHÁP THỬ
PHẦN 8: XÁC ĐỊNH ĐỘ BỀN XỈ**

*Refractories – Method of test
Part 8: Determination of slag attack resistance*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6530-8 : 2003 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 33 *Vật liệu chịu lửa* hoàn thiện trên cơ sở dự thảo của Viện Khoa học Công nghệ Vật liệu xây dựng, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại Khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Vật liệu chịu lửa – Phương pháp thử

Phần 8: Xác định độ bền xỉ

Refractories – Method of test

Part 8: Determination of slag attack resistance

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thử tĩnh và động để xác định độ bền xỉ của các loại sản phẩm chịu lửa định hình.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sản phẩm chịu lửa nhẹ và sản phẩm chịu lửa định hình không nung.

2 Phương pháp thử

2.1 Phương pháp tĩnh

2.1.1 Nguyên tắc

Độ bền xỉ được biểu thị bằng mức độ chịu ăn mòn của mẫu thử thông qua sự thay đổi thể tích chứa xỉ trước và sau thử nghiệm trong điều kiện thử tĩnh.

2.1.2 Thiết bị, dụng cụ

- Lò nung mẫu: đảm bảo cấp nhiệt đồng đều và có khả năng đạt tới nhiệt độ cần thử;
- Dụng cụ đo nhiệt độ: nhiệt điện kế, nhiệt quang kế, cân tiêu chuẩn;
- Thiết bị gia công mẫu: máy cắt, máy khoan, máy nghiền, sàng tiêu chuẩn 0,2 mm và các dụng cụ thông thường khác.

2.1.3 Mẫu thử

2.1.3.1 Mẫu sản phẩm chịu lửa

- Viên sản phẩm chịu lửa chọn làm mẫu thử không được phép có các khuyết tật như nứt, mặt bị lồi, lõm, xỉ bám, v.v...

TCVN 6530-8 : 2003

- Mỗi tổ mẫu gồm 3 viên mẫu.
- Mẫu được gia công thành hình hộp chữ nhật, đáy vuông, kích thước 100 mm x 100 mm x 60 mm như mô tả trên hình 1. Tại tâm của mặt đáy mẫu, khoan một lỗ hình trụ thẳng góc với đáy, đường kính 50 mm và cao 40 mm.

Khi gia công mẫu, cho phép sai lệch kích thước đến ± 2 mm đối với mẫu thử và ± 1 mm đối với lỗ khoan.

2.1.3.2 Mẫu xỉ

Chọn loại xỉ mà mẫu sản phẩm chịu lửa tiếp xúc trực tiếp khi làm việc. Mẫu xỉ để thử được nghiền mịn qua sàng 0,2 mm.

2.1.4 Cách tiến hành

- Đổ một lượng xỉ như nhau vào đầy lỗ khoan trên các mẫu thử.
- Đặt mẫu thử lên giữa viên đế kê, sao cho các cạnh của mẫu thử cách đều mép viên đế kê trong lò nung (phải tạo được mặt phẳng cho mẫu trong lò nung). Khoảng cách từ mẫu đến thành lò ít nhất là 50 mm, mỗi viên mẫu cách nhau ít nhất là 30 mm.

Đế kê mẫu nung là hình hộp chữ nhật, có chất lượng bằng hoặc cao hơn mẫu thử, kích thước đáy lớn hơn mẫu thử từ 30 mm đến 40 mm và có độ dày từ 50 mm đến 65 mm.

- Duy trì nhiệt độ thử và tốc độ nâng nhiệt như sau:

+ Nhiệt độ thử phải được định trước và cao hơn 50 °C so với nhiệt độ làm việc của sản phẩm.

+ Nâng nhiệt theo hai giai đoạn với tốc độ sau:

ở nhiệt độ thấp hơn 200 °C: 50 °C/h;

từ 200 °C đến nhiệt độ thử: 50 °C/h - 100 °C/h.

- Lưu mẫu ở nhiệt độ thử trong thời gian:

+ không ít hơn 2 giờ đối với xỉ ăn mòn mạnh;

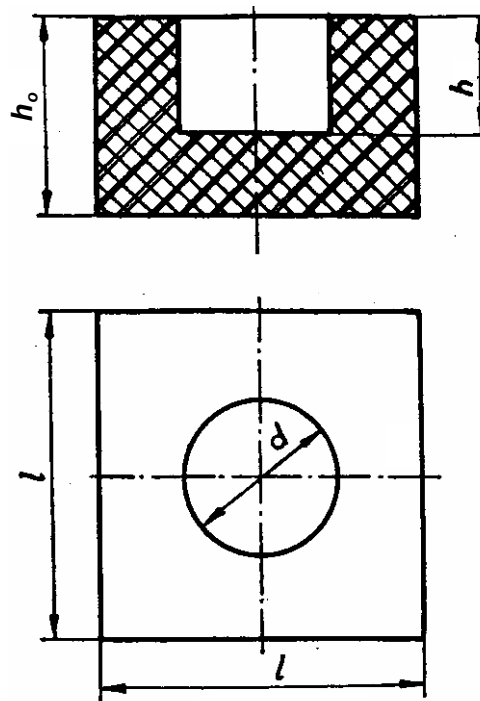
+ không ít hơn 3 giờ đối với xỉ là xỉ măng;

+ không ít hơn 20 giờ đối với xỉ là thủy tinh.

- Sau khi nung xong, để mẫu nguội tự nhiên, sau đó lấy ra và cắt đôi mẫu theo đường kính lỗ chứa xỉ tại hai điểm giữa của hai cạnh đối diện (xem Hình 1).

- Quan sát mẫu đã cắt và copy hình mẫu thử bị ăn mòn lên giấy can, bằng cách đặt giấy can đã có hình copy lên giấy kẻ ô ly (mm); đếm số ô ly nằm trong hình đã copy (Hình 2).

Diện tích bị ăn mòn (S) của mẫu thử được tính bằng tổng các ô ly nằm trong hình đã copy, tính bằng centimet vuông. Những ô không nằm gọn trong hình vẽ có thể tính theo phép bù trừ.



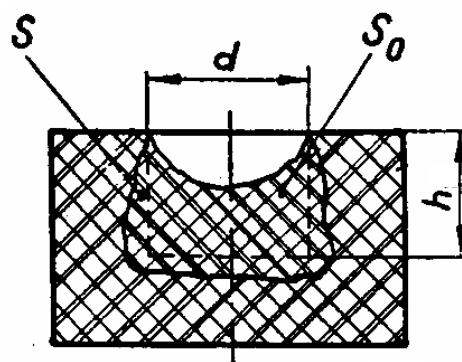
$$h = 40 \pm 1$$

$$h_0 = 60 \pm 2$$

$$d = 50 \pm 1$$

$$l = 100 \pm 2$$

Hình 1 - Kích thước mẫu thử theo phương pháp tĩnh



Hình 2 - Mô tả mẫu thử bị ăn mòn theo phương pháp tĩnh

2.1.5 Tính kết quả

Độ bền xỉ của mẫu thử ($B_{b,x}$), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$B_{b,x} = 100 - M_{a,m}$$

trong đó:

100 là biểu thị cho phần trăm (%) thể tích ban đầu của mẫu trước khi thử nghiệm;

$M_{a,m}$ là chỉ số ăn mòn của mẫu thử, biểu thị bằng tỷ số giữa thể tích mẫu thử bị ăn mòn sau thử nghiệm so với thể tích lỗ chứa xỉ (chất ăn mòn) của mẫu trước khi thử nghiệm, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$M_{a,m} = \frac{V - V_0}{V_0} \times 100;$$

$$V = \frac{\pi \cdot d}{4} [\alpha (S + S_0)]$$

trong đó:

V là thể tích lỗ chứa xỉ sau khi thử nghiệm, tính bằng cm^3 ;

V_0 là thể tích lỗ chứa xỉ trước khi thử nghiệm, tính bằng cm^3 ;

S là diện tích bị ăn mòn trên mặt cắt của mẫu, tính bằng cm^2 ;

S_0 là diện tích mặt cắt của lỗ chứa xỉ trước khi thử nghiệm $S_0 = d \cdot h$, tính bằng cm^2 ;

d là đường kính trung bình của hình trụ chứa xỉ trước khi thử nghiệm, tính bằng cm ;

$\alpha = d_m/d$ là tỷ số giữa đường kính trung bình của lỗ chứa xỉ sau khi thử nghiệm (d_m) và đường kính trung bình của lỗ chứa xỉ trước khi thử nghiệm (d).

Giá trị hệ số α lấy theo diện tích bề mặt S trong bảng sau:

α	1,05	1,10	1,15	1,20	1,25	1,30	1,35	1,40
S, cm^2	1,5	1,5 - 3,0	3,0 - 4,5	4,5 - 6,0	6,0 - 7,5	7,5 - 9,0	9,0 - 10,5	10,5 - 12,0

Kết quả thử là kết quả trung bình của 3 viên mẫu đã thử.

2.1.6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải có đầy đủ các thông tin sau:

- Người (cơ quan) gửi mẫu; ngày, tháng, năm gửi mẫu;

- Các thông tin liên quan đến mẫu thử: đối với mẫu sản phẩm chịu lửa cần ghi loại và mục đích sử dụng (thành phần hóa, độ chịu lửa, khối lượng thể tích nếu có); đối với xỉ cần ghi loại (thành phần hóa, độ chịu lửa, chỉ số axit hoặc bazơ nếu có);
- Ngày thử, phòng thử nghiệm và người thử nghiệm;
- Số hiệu tiêu chuẩn này;
- Kết quả của từng mẫu thử và kết quả trung bình của cả 3 viên mẫu thử;
- Các ghi nhận khác trong quá trình thử nghiệm (nếu có).

Các thông tin trên được trình bày trong phiếu ghi kết quả theo phụ lục A.

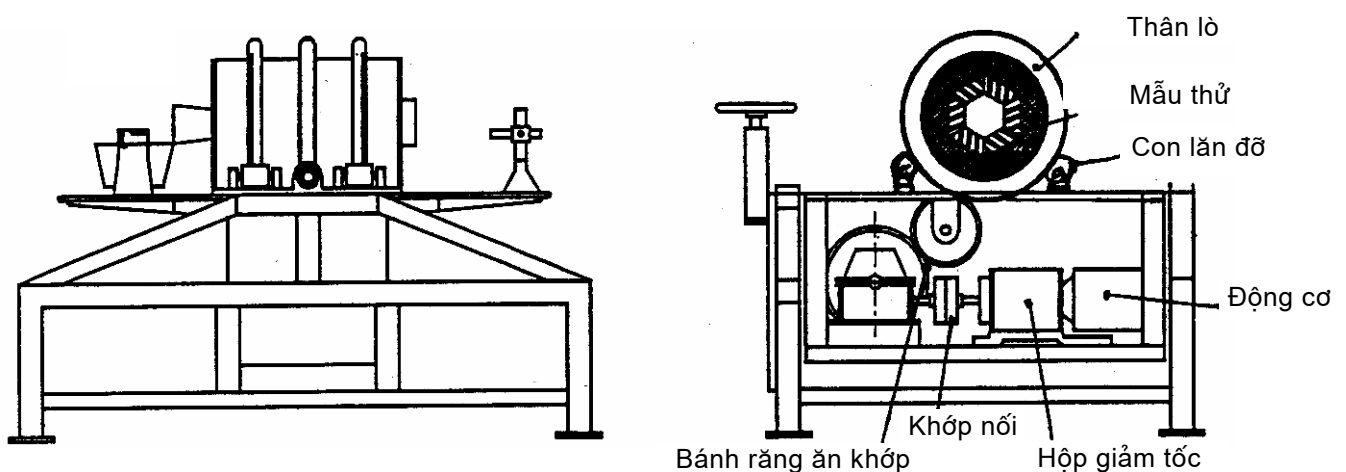
2.2 Phương pháp động (phương pháp quay)

2.2.1 Nguyên tắc

Độ bền xỉ được biểu thị bằng mức độ chịu ăn mòn của mẫu thử thông qua sự thay đổi độ dày của mẫu trước và sau thử nghiệm theo phương pháp quay trong điều kiện nhiệt độ và thời gian xác định.

2.2.2 Thiết bị và dụng cụ

- Lò nung mẫu: Lò phải đạt yêu cầu qui định trong 2.2.4.2 và 2.2.4.3. Cấu tạo lò theo sơ đồ Hình 3, bao gồm:
 - + Thân lò, có vỏ lò hình trụ bằng kim loại, giữa là lớp cách nhiệt, trong cùng là lớp mẫu thử;
 - + Hai tấm bịt đầu lò, được làm bằng vật liệu chịu lửa cùng loại với mẫu thử và có cửa để có thể nạp xỉ vào, tháo xỉ ra.



Hình 3 - Sơ đồ lò thử nghiệm độ bền xỉ theo phương pháp động

TCVN 6530-8 : 2003

- Cơ cấu chuyển động của lò gồm một bộ phận quay lò và bộ phận nâng lò và nghiêng được 90° để đổ xỉ ra;
- Thiết bị gia nhiệt: thường sử dụng vòi khí đốt;
- Dụng cụ đo nhiệt độ: nhiệt quang kế (thiết bị đo nhiệt độ bằng bức xạ hồng ngoại).
- Thiết bị gia công mẫu: máy cưa, cắt, khoan mẫu;
- Sàng tiêu chuẩn 0,5 mm;
- Các dụng cụ phục vụ thử nghiệm khác như: khuôn tạo mẫu xỉ, chảo trộn mẫu xỉ bằng thép, khay đựng mẫu, kim cán dài bằng thép, thước kẻ, thước cặp có độ chính xác đến 0,1 mm...

2.2.3 Mẫu thử

2.2.3.1 Mẫu sản phẩm chịu lửa: viên sản phẩm chịu lửa làm mẫu thử không được có các khuyết tật như: rạn, nứt, mặt lồi, lõm hoặc xỉ bám .v.v.Hình dạng và kích thước mẫu thử được gia công như Hình 4:

- Bề mặt góc ban đầu của viên mẫu được giữ làm mặt để xỉ ăn mòn.
- Số lượng viên mẫu thử: mỗi tổ mẫu gồm 3 viên.

CHÚ THÍCH – Trong trường hợp viên mẫu thử có kích thước nhỏ hơn qui định, có thể dùng viên sản phẩm cùng loại chèn khít phía ngoài nhưng đảm bảo mặt mẫu tiếp xúc với xỉ phải phẳng.

2.2.3.2 Mẫu xỉ: dùng xỉ trong thực tế mà mẫu sản phẩm chịu lửa tiếp xúc trực tiếp trong khi lò hoạt động để làm mẫu thử. Mẫu xỉ được gia công như sau:

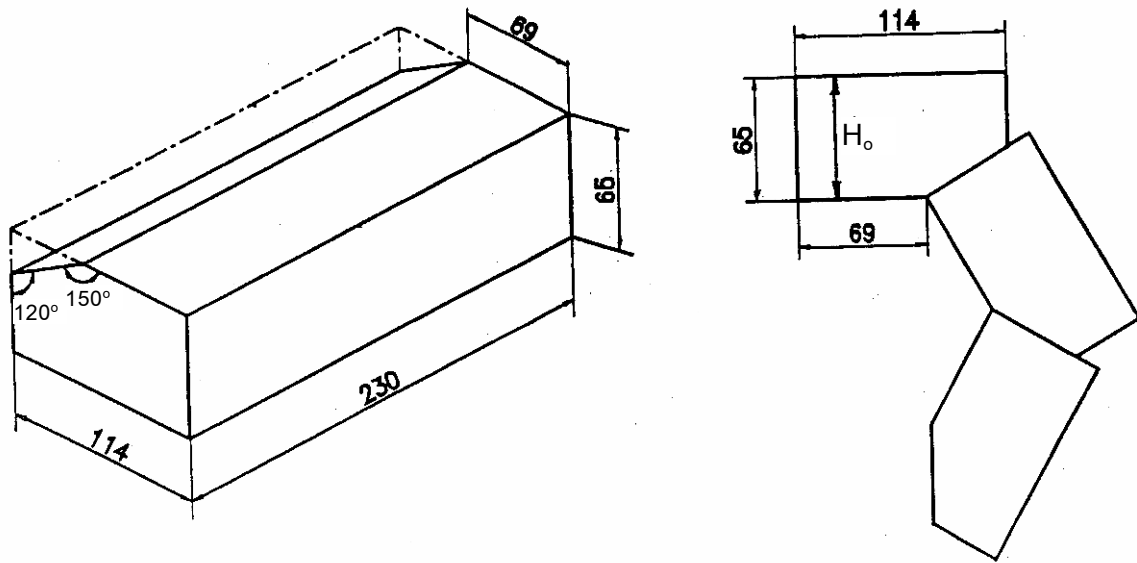
- Nghiền mịn xỉ qua sàng tiêu chuẩn 0,5 mm, sau đó tạo thành viên hình trụ kích thước ϕ 25 mm và dài 38 mm với khối lượng khoảng 45 gam/viên. Viên xỉ trước khi đưa vào lò phải khô sao cho có thể đưa qua tấm bịt đầu vào lò bằng kim thép, và có thể đếm được số viên cho mỗi lần nạp xỉ vào lò.

CHÚ THÍCH – Khi tạo hình viên xỉ, chất kết dính không được ảnh hưởng đến tính chất của xỉ và mẫu thử.

2.2.4 Cách tiến hành

2.2.4.1 Trước khi ghép mẫu, đo chiều dày từng viên mẫu tại vị trí giữa và cách giữa 75 mm về hai phía (kích thước d trong Hình 4) theo chiều dài 230 mm. Mỗi vị trí lấy một giá trị để tính độ dày trung bình.

Kích thước tính bằng milimét



Hình 4 - Gia công và ghép mẫu thử

2.2.4.2 Bố trí mẫu thử

- 3 viên mẫu thử của mỗi nhóm được nối liền với nhau tạo thành góc 120° như Hình 4. Khi cần thiết có thể dùng bột nghiền mịn từ viên mẫu để làm vữa kết dính cho mối nối của các viên mẫu đã ghép.
- Mỗi lần thử đặt hai tổ mẫu. Sáu viên mẫu thử đã ghép tạo thành khối lăng trụ 6 cạnh rỗng tâm, mặt ngoài (phần ngòai) của mỗi viên mẫu thử được đánh dấu bằng bột màu crôm, cần ghi rõ mẫu ở giữa của mỗi nhóm.

CHÚ THÍCH – Các loại vật liệu có độ bền xỉ khác nhau tương đối nhiều không nên thử nghiệm trong cùng một lò.

- Đặt khối lăng trụ này lên trên một tấm bịt đầu của lò, xung quanh chèn vật liệu cách nhiệt. Sau đó đặt tiếp viên bịt đầu còn lại lên trên khối lăng trụ. Phải chuẩn sao cho 2 tấm bịt đầu phải đồng tâm với lò. Dùng miếng bông gốm chịu lửa đặt phía ngoài tấm bịt đầu lò, cuối cùng dùng nắp đậy ép cố định lại.

2.2.4.3 Nâng nhiệt và nạp xỉ vào lò theo từng bước sau:

- Cho lò quay ở phương nằm ngang. Tốc độ quay không đổi 3 - 5 vòng/phút. Nâng nhiệt với tốc độ 500 °C/h cho đến nhiệt độ thử qui định. Giữ ở nhiệt độ thử trong thời gian 30 phút. Nhiệt độ lò được xác định tại vị trí giữa của mẫu thử (phía trong của lò);
- Nạp khoảng 1200 g xỉ vào lò. Tiếp tục tăng nhiệt đến nhiệt độ thử sao cho xỉ nóng chảy tạo thành màng dày khoảng 10 mm trên mặt mẫu (nếu chưa tạo được màng xỉ thì cho thêm 500 g xỉ nữa). Nếu xỉ bị rò nhiều, không tạo được màng xỉ thì thử nghiệm phải tiến hành lại;

- Duy trì nhiệt độ thử trong 1 giờ. Sau đó nhanh chóng cho nghiêng lò 90° để đổ xỉ ra, đồng thời tiếp tục gia nhiệt và quay lò sao cho có thể đổ hết xỉ ra ngoài. Sau khi đổ hết xỉ ra, thân lò được khôi phục vị trí nằm ngang;
- Tiếp tục cho thêm 500 g xỉ vào lò và duy trì nhiệt độ thử trong 1 giờ, sau đó lại nghiêng lò 90° để đổ hết xỉ ra ngoài.

Quá trình trên được lặp đi lặp lại, trong thời gian từ 5 - 50 giờ tùy theo yêu cầu thử nghiệm (sao cho thường xuyên tạo được màng xỉ trên mặt mẫu dày khoảng 10 mm).

Kết thúc thử nghiệm, quay lò về vị trí nằm nghiêng và để nguội tự nhiên.

CHÚ THÍCH – Khi vận hành lò phải thực hiện theo quy trình của thiết bị.

2.2.5 Xử lý mẫu sau khi thử nghiệm

Sau khi làm nguội, lấy mẫu thử ra khỏi lò, làm sạch bề mặt mẫu bằng cách bóc lớp xỉ dính bám trên bề mặt. Dọc theo chiều dài 230 mm của viên mẫu thử trong vùng 150 mm kể từ tâm sang hai phía, cứ cách 15 mm đo chiều dày của mẫu thử một lần (độ chính xác 0,1 mm) và đo tại điểm có phần còn lại ít nhất.

CHÚ THÍCH – Khi đo độ dày còn lại của mẫu cần chú ý chỉ đo phần mẫu có cùng màu với màu mẫu ban đầu, không đo phần mẫu bị xỉ làm biến màu. Phần mẫu bị xỉ làm biến màu tuy chưa bị ăn mòn song các tính chất của mẫu bị giảm đi rất nhiều, trong thực tế đã không còn giá trị sử dụng.

2.2.6 Tính kết quả: Dựa vào độ dày trước và sau thử nghiệm tính:

- Độ bền xỉ trung bình (B_{tb}) (độ dày trung bình còn lại của mẫu thử), tính bằng milimet, theo công thức:

$$B_{tb} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_{11}}{11} \quad (1)$$

- Độ bền xỉ ($B_{b,x}$) (độ dày còn lại của mẫu thử), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$B_{b,x} = \frac{B_{tb}}{H_o} \times 100 \quad (2)$$

- Độ bền xỉ tại điểm có hốc xỉ ăn mòn sâu nhất (B_{min}) (độ dày còn lại của mẫu tại điểm có hốc xỉ ăn mòn sâu nhất), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$B_{min} = \frac{H_{min}}{H_o} \times 100 \quad (3)$$

- Độ ăn mòn trung bình của mẫu thử (M_{TB}), tính bằng milimet, theo công thức:

$$M_{TB} = H_o - B_{tb} \quad (4)$$

- Độ ăn mòn của mẫu thử ($M_{a,m}$), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$M_{a,m} = \frac{M_{TB}}{H_o} \times 100 \quad (5)$$

- Độ ăn mòn lớn nhất (M_{max}), tính bằng milimet, theo công thức:

$$M_{max} = H_o - H_{min}$$

trong đó:

H_o là độ dày trung bình ban đầu của mẫu, tính bằng milimet;

H_{min} là độ dày còn lại tại điểm có hố xỉ ăn mòn sâu nhất, tính bằng milimet;

H_1, H_2, \dots, H_{11} là độ dày còn lại của mẫu sau thử nghiệm tại các điểm, tính bằng milimet;

Khi tính kết quả cần chú ý: Nếu điểm có hố xỉ sâu nhất trùng với điểm đo qui định ở 2.2.5 của phương pháp thử động thì trong tính kết quả chỉ có 11 điểm, còn nếu không trùng với các điểm đo qui định thì phải cộng thêm kích thước đo được tại điểm có hố xỉ sâu nhất và lúc này sẽ có 12 điểm đo để tính kết quả.

CHÚ THÍCH:

- 1) Khi đánh giá kết quả thử nghiệm yêu cầu: quan sát kỹ hiện tượng xâm thực, ăn mòn xảy ra ở mẫu, để phân biệt chính xác màu sắc của mẫu (phần mẫu đồng màu với mẫu ban đầu và phần mẫu bị xỉ làm biến đổi màu).
- 2) Người xử lý, đánh giá kết quả thử nghiệm phải có chuyên môn về vật liệu chịu lửa hoặc có kinh nghiệm chuyên sâu về thử nghiệm vật liệu chịu lửa.

Kết quả thử là kết quả trung bình của từng mẫu, từng tổ mẫu.

2.2.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải có đầy đủ các thông tin sau:

- Người (cơ quan) gửi mẫu; ngày, tháng, năm gửi mẫu;
- Các thông tin liên quan đến mẫu thử: đối với mẫu sản phẩm chịu lửa cần ghi loại và mục đích sử dụng (thành phần hóa, độ chịu lửa, khối lượng thể tích nếu có); đối với xỉ cần ghi loại và khối lượng xỉ cần thiết cho thử nghiệm (thành phần hóa, độ chịu lửa, chỉ số axit hoặc bazơ nếu có);
- Ngày thử, phòng thử nghiệm và người thử nghiệm;
- Số hiệu tiêu chuẩn này;
- Kết quả của từng mẫu thử và kết quả trung bình của cả 3 viên mẫu thử;
- Các ghi nhận khác trong quá trình thử nghiệm (nếu có).
- Ghi lại các nhận xét đã quan sát.

Các thông tin trên được trình bày trong phiếu ghi kết quả theo phụ lục B.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Phiếu trả kết quả thử theo phương pháp tĩnh

Cơ quan gửi mẫu:

Tên người gửi:

Ngày gửi mẫu:

Thử theo phương pháp: Tĩnh, TCVN 6530-8 : 2003

Tên mẫu sản phẩm chịu lửa làm mẫu thử:

Tên mẫu xỉ:

Ký hiệu mẫu (mẫu sản phẩm chịu lửa và mẫu xỉ kết hợp cùng thử):

Số lượng mẫu thử:

Lượng xỉ tham gia thử (g):

Nhiệt độ thử:

Thời gian lưu mẫu ở nhiệt độ tối đa:

Thành phần hoá, độ chịu lửa của mẫu thử (mẫu sản phẩm chịu lửa, mẫu xỉ) (nếu có).

Mẫu sản phẩm chịu lửa ghi độ xốp, khối lượng thể tích. Mẫu xỉ ghi chỉ số axit hoặc bazơ (nếu có).

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM ĐỘ BỀN XỈ

Ký hiệu mẫu	Diện tích bị ăn mòn S , cm^2	Thể tích ban đầu V_o , cm^3	Thể tích sau thử V , cm^3	Hệ số α	Chỉ số ăn mòn $M_{a,m}$, %	Độ bền xỉ $B_{b,x}$, %	Nhận xét đã quan sát
1							
2							
3							
Giá trị trung bình							

Ngày tháng năm

Cơ quan thử mẫu

Người thử nghiệm

Phụ lục B

(Tham khảo)

Phiếu trả kết quả thử theo phương pháp động

Cơ quan gửi mẫu:

Tên người gửi:

Ngày gửi mẫu:

Thử theo phương pháp: Động TCVN 6530-8 : 2003

Mẫu thử (tên mẫu sản phẩm chịu lửa và mẫu xỉ kết hợp cùng thử):

Số lượng mẫu thử:

Lượng xỉ tham gia thử (g):

Nhiệt độ thử °C:

Thời gian lưu mẫu ở nhiệt độ tối đa:

Thời gian duy trì thử nghiệm:

Thành phần hoá, độ chịu lửa của mẫu thử (mẫu sản phẩm chịu lửa, mẫu xỉ) (nếu có).

Mẫu xỉ cần ghi thêm chỉ số axit hoặc bazơ (nếu có).

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM ĐỘ BỀN XỈ

Ký hiệu mẫu	Độ dày trung bình ban đầu H_o , mm	Độ bền xỉ trung bình B_{tb} , mm	Độ bền xỉ $B_{b,x}$, %	Độ bền xỉ nhỏ nhất B_{min} (%)	Độ ăn mòn trung bình M_{TB} , mm	Độ ăn mòn $M_{a,m}$, %	Độ ăn mòn lớn nhất M_{max} , %	Nhận xét trong quá trình thử
1								
2								
3								
Giá trị trung bình								

Ngày tháng năm

Cơ quan thử mẫu

Người thử nghiệm