
PRACE

**Instytutu Ceramiki
i Materiałów Budowlanych**

Scientific Works
of Institute of Ceramics
and Construction Materials

Nr 7

ISSN 1899-3230

Rok IV

Warszawa–Opole 2011

*ANNA GERLE**

*HALINA WAŁĘGA-CHWASTEK***

*AGNIESZKA KALARUS****

Badania porównawcze odporności na wstrząsy ciepłe materiału magnezytowego

Odporność na wstrząsy ciepłe decyduje o wyborze materiału w przypadku jego użytkowania w warunkach, w których występuje gradient temperatury. Obejmuje to wyroby stosowane w procesach wysokotemperaturowych, prowadzonych zarówno w sposób okresowy, jak i ciągły. Odporność na wstrząsy ciepłe określana jest w sposób empiryczny poprzez umowną ocenę skutków wywołanych przez bezpośrednie poddawanie wyrobów cyklicznym zmianom temperatury.

W celu oznaczania odporności na wstrząsy ciepłe zostało opracowanych wiele metod pomiarowych, umożliwiających szacowanie efektywnego czasu pracy wyrobu w warunkach zmiennej temperatury. Metoda pomiarowa jest tym doskonalsza, im warunki badania bardziej odwzorowują autentyczne warunki pracy badanego materiału. Wymóg ten jest jednak bardzo trudny, a wręcz niemożliwy do spełnienia w warunkach laboratoryjnych.

W niniejszej pracy dokonano przeglądu metod oznaczania odporności na wstrząsy ciepłe materiałów ogniotrwałych. Wzięto pod uwagę zarówno metody znormalizowane, jak i nieznormalizowane opisane w dostępnej literaturze. Opisane metody porównano i wskazano najistotniejsze różnice w metodyce oraz sposobie prezentacji wyniku badania oraz omówiono słabe strony tych metod. Zaprezentowano wyniki porównawczych badań odporności na wstrząsy ciepłe materiału magnezytowego uzyskane w dwóch niezależnych laboratoriach. Badania zostały przeprowadzone według wcześniej określonej metodyki i miały na celu ustalenie wpływu warunków przeprowadzenia badania na wynik końcowy.

1. Wprowadzenie

Wstrząsami cieplnymi i skutkami, jakie wywołują one w materiałach ogniotrwałych zajmowano się od momentu, w którym podjęto próby świadomego kształ-

* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

** Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

*** Mgr inż., Ferrocarbo Sp. z o. o.

towania ich właściwości użytkowych. Rozważania nad wpływem gwałtownych zmian temperatury na materiały stałe rozpoczęła w 1838 r. praca Duhamela [1]. Po niej powstało wiele opracowań dotyczących zarówno zagadnień teoretycznych, jak i eksperymentalnych związanych z wstrząsami cieplnymi w materiałach stałych.

Wstrząs cieplny, czyli gwałtowna zmiana temperatury, powoduje powstawanie w materiale naprężeń cieplnych. Jeżeli naprężenie takie przekroczy wartość krytyczną dla danego materiału, to spowoduje inicjację, a następnie propagację pęknięć, co w rezultacie doprowadzi do zniszczenia materiału.

Wśród naprężeń cieplnych wyróżnia się naprężenia pierwszego rodzaju, które powstają, gdy w krystalicznej strukturze materiału występuje anizotropia współczynników rozszerzalności cieplnej. W takim przypadku naprężenia tworzą się na granicy ziaren o różnych współczynnikach rozszerzalności cieplnej. Powstawaniu tego typu naprężeń sprzyjają przemiany polimorficzne związane ze zmianą objętości [2–5]. Naprężenia drugiego rodzaju mają swoje źródło w nierównomiernym rozkładzie temperatury w materiale. Gradient temperatury w materiale może spowodować zarówno gwałtowną, jak i stopniową zmianę temperatury. Nieliniowy rozkład temperatury w materiale spowodowany jest jego małym przewodnictwem cieplnym. Przyczyną powstawania naprężeń cieplnych drugiego rodzaju jest wzajemne blokowanie swobodnego rozszerzania się i kurczenia obszarów o różnej temperaturze [2].

W latach pięćdziesiątych XX w. Kingery [6] wskazał na następujące czynniki wpływające na odporność materiału na wstrząsy cieplne: (1) wymiary i kształt próbki, (2) współczynnik przewodzenia ciepła, (3) współczynnik rozszerzalności cieplnej, (4) własności sprężyste, (5) wytrzymałość, (6) wzajemne ich zależności. Opracował on dwa równania pozwalające wyliczyć współczynniki odporności na wstrząsy cieplne, które określają potencjał inicjacji pęknięć w materiale narażonym na gwałtowną zmianę temperatury:

$$R = \frac{s(1-\mu)}{E\alpha} \quad (1)$$

$$R' = \frac{ks(1-\mu)}{E\alpha} \quad (2)$$

gdzie:

R – współczynnik odporności na wstrząsy cieplne odpowiadający ΔT , czyli różnicy temperatury wstrząsu cieplnego, która jeszcze nie spowoduje zniszczenia próbki [K],

R' – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne [W/m],

s – wytrzymałość [Pa],

μ – współczynnik Poissona,

E – moduł Younga [Pa],

α – liniowy współczynnik rozszerzalności cieplnej [1/K],

k – współczynnik przewodności cieplnej [W/m · K].

W latach sześćdziesiątych XX w. Hasselmann [7–8] oparł się na bilansie energetycznym w celu zdefiniowania warunków, jakie muszą zostać spełnione, aby doszło do propagacji pęknięć już istniejących w materiale. Zaproponował on dwa równania, które pozwalają na wyliczenie współczynników odporności materiałów ogniotrwałych na wstrząsy cieplne:

$$R''' = \frac{E\gamma_{wof}}{\sigma^2(1-\mu)} \quad (3)$$

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma_{wof}}{\alpha^2 E}} \quad (4)$$

gdzie:

R''' – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne odpowiadające długości pęknięcia niepowodującego jeszcze zniszczenia próbki [m],

R_{st} – współczynniki odporności na wstrząsy cieplne charakteryzujący odporność próbki na propagację pęknięć [$K \cdot m^{1/2}$],

E – moduł Younga [Pa],

γ_{wof} – praca pęknięcia [J/m^2],

μ – współczynnik Poissona,

σ – wytrzymałość [Pa],

α – liniowy współczynnik rozszerzalności cieplnej [1/K].

Wielu autorów [1–2, 9–17] porównywało współczynniki odporności na wstrząsy cieplne wyliczone za pomocą powyższych równań z wynikami otrzymanymi z eksperymentów. Jednak teorie odporności na wstrząsy cieplne lepiej sprawdzają się przy wyjaśnianiu mechanizmów degradacji tworzyw, niż przy obliczaniu rzeczywistych wartości naprężeń [18]. Jest to spowodowane tym, że wyznaczenie stałych materiałowych wymienionych we wzorach 1–4 nie jest rzeczą prostą, a otrzymane wyniki mogą być obarczone znacznym błędem. Powyższe równania nie uwzględniają zmienności tych stałych wraz z temperaturą. Korelacje pomiędzy kryteriami obliczeniowymi a rzeczywistą odpornością materiałów na wstrząsy cieplne nie są znane [19].

2. Przegląd metod badania odporności na wstrząsy cieplne

Głównym celem badania odporności na wstrząsy cieplne jest ilościowe określenie odporności materiału na zniszczenie lub uszkodzenie wywołane przez kontrolowaną zmianę temperatury, na jaką wystawiony jest materiał w trakcie badania. Badania takie wykonuje się na etapie: kontroli jakości, potwierdzania zgodności wyrobu z wymaganiami odbiorcy, porównywania wyrobów ogniotrwałych między sobą, określania możliwości zastosowania wyrobu, badania przy opracowywaniu nowych technologii.

Różnorodność zastosowań materiałów ogniotrwałych i związane z tym różne warunki ich pracy powodują, że opracowywanych jest wiele metod badania odporności na wstrząsy cieplne, a warunki badania dobierane są do właściwości badanego materiału i jego dalszego zastosowania. Do tej pory nie udało się opracować jednego „idealnego” testu, który pozwoliłby na szacowanie odporności materiałów na wstrząsy cieplne.

Zmiany w procesach technologicznych wykorzystujących materiały ogniotrwałe zaostrzają warunki ich pracy, co z kolei wymusza produkcję materiałów ogniotrwałych coraz lepszej jakości. Bardziej odporne materiały wymagają zaostrzonych warunków ich badania. Taka sytuacja, gdzie zmiany w technologii wymusiły poprawę jakości stosowanych materiałów ogniotrwałych ma miejsce np. w procesie produkcji stali [20].

W literaturze opisane są bardzo zróżnicowane metody badań odporności na wstrząsy cieplne. Zasadnicze różnice dotyczące sposobu oceny odporności na wstrząsy cieplne dotyczą: wymiarów próbek, sposobu ogrzewania i studzenia, stopnia przechłodzenia ΔT . W tabeli 1 przedstawiono najistotniejsze założenia metod badania odporności na wstrząsy cieplne. Zestawienie obejmuje zarówno metody znormalizowane, jak i nieznormalizowane, których opis znaleziono w literaturze [21–30].

T a b e l a 1

Wybrane metody badania odporności na wstrząsy cieplne materiałów ogniotrwałych opisane w literaturze

Lp.	Kształt i wymiary próbek	Sposób, temperatura i czas ogrzewania	Sposób, temperatura i czas chłodzenia	Sposób oceny odporności na wstrząsy cieplne	Literatura
1	prostokątne 200–250 mm x x 100–150 mm x x 50–100 mm	piec 950°C (zmienione na 850°C) 40 min	bieżąca woda 10–30°C 5 min	liczba zmian temperatury, które wytrzymała badana próbka do chwili straty 20% pierwotnej masy	[21]

cd. tab. 1

Lp.	Kształt i wymiary próbek	Sposób, temperatura i czas ogrzewania	Sposób, temperatura i czas chłodzenia	Sposób oceny odporności na wstrząsy cieplne	Literatura
2	prostokątne 114 mm x 64 mm x 64 mm	piec 950°C 45 min	powietrze pod ciśnieniem 0,1 MPa temperatura pokojowa. Po schłodzeniu próbkę poddaje się naprężeniu zginającemu o wielkości 0,3 MPa	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem lub resztkowa wytrzymałość na zginanie i resztkowa prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po czterech cyklach ogrzewania i chłodzenia	[22]
3	walce o średnicy 50 mm lub 36 mm i wysokości 50 mm	piec 950°C 15 min	bieżąca woda 10–20°C 3 min	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem	[23]
4	beleczyki 25 mm x 25 mm x 150 mm	piec 1200°C 15 min	powietrze temperatura pokojowa 15 min	resztkowa wytrzymałość na zginanie i resztkowa prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po pięciu cyklach ogrzewania i chłodzenia	[24]
5	cyliny o średnicy 1 cm i wysokości 1 cm	piec 950°C 15 min	woda 3 min	liczba cykli gwałtownych schłodzeń, które próbka wytrzymała przed zniszczeniem	[25]
6	1) belki 30 mm x 30 mm x 150 mm 2) belki 50 mm x 50 mm x 150 mm	1) piec 1200°C 60 min 2) ciekłe aluminium 1000°C	1) woda 2) powierzchnia przeciwległa do powierzchni zanurzonej w aluminium znajdowała się w stanie nieogrzewanym	1) prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po wstrząsach cieplnych, resztkowy moduł Younga i resztkowa wytrzymałość na zginanie, 2) prędkość przejścia ultradźwięków przez próbkę po wstrząsach cieplnych, resztkowy moduł Younga	[26]

cd. tab. 1

Lp.	Kształt i wymiary próbek	Sposób, temperatura i czas ogrzewania	Sposób, temperatura i czas chłodzenia	Sposób oceny odporności na wstrząsy cieplne	Literatura
7	płytki 12,7 mm x 12,7 mm x 4,0 mm	komora grzewcza 120°C i 200°C 20 min. Przed pierwszym ogrzewaniem w próbkach zapoczątkowywa- no zniszczenie, stosując metodę Vickersa	woda 20°C	oceniano całkowitą liczbę pęknięć oraz ich propagację po narażeniu próbki na wstrząsy cieplne. Oznaczano resztko- wą wytrzymałość w funkcji ΔT	[27]
8	krążki o średnicy 30 mm i grubości 3–5 mm	strumień gazów do 2000°C 15–20 s	bieżąca woda omywająca powierzchnię przeciwną do powierzchni ogrzewanej	pęknięcia pojawia- jące się w próbce wykrywane były za pomocą specjalnego czujnika dźwięku	[28]
9	płytki 230 mm x 64 mm x 12 mm	piec 1000°C 2 h	powietrze pod ciśnieniem 0,6 MPa temperatura pokojowa 5 min	po schłodzeniu mie- rzono ciągle zmiany modułu Younga i tarcia wewnętrzne- go w próbce przez 24 h	[29]
10	płytki 20 mm x 40 mm x 5 mm	piec 1250°C 30 min	woda	resztkowa wytrzy- małość na zginanie resztkowy moduł Younga i współ- czynnik Poissona	[30]

Ź r ó d ł o: Opracowanie własne.

Próbki do badania odporności na wstrząsy cieplne mogą mieć kształt równoległoboków [21–22, 24, 26, 29–30] lub dysków, czy cylindrów o różnych wymiarach [23, 25, 28]. Jako czynnik ogrzewający próbkę stosowano w zależności od metody: ogrzewanie próbki w piecu [21–27, 29–30], stopionym metalu [26] lub w strumieniu gorących gazów [28]. Czynnik chłodzący stanowiły: woda [21, 23, 25–28, 30] lub powietrze [22, 24, 26, 29].

Ilościowej oceny odporności materiału na wstrząsy cieplne dokonuje się na podstawie: liczby cykli grzania i studzenia, które próbka wytrzyma do jej zniszczenia [21–23, 25], na podstawie oceny pęknięć wywołanych naprężeniami cieplnymi [27–28] lub właściwości resztkowych próbki. Najczęściej badane właściwości resztkowe próbek to: moduł Younga [26, 29–30], współczynnik Poissona [30], szybkość przejścia ultradźwięków przez próbkę [22, 24, 26], tarcie wewnętrzne [29], czy wytrzymałość na zginanie [22, 24, 26–27, 30].

3. Porównawcze badania odporności na wstrząsy cieplne metodą oziębiania w wodzie

Niniejsza praca miała na celu określenie wpływu warunków prowadzenia badania odporności na wstrząsy cieplne na jego wynik. Badanie prowadzono najczęściej stosowaną metodą polegającą na ogrzewaniu próbki w piecu do zadanej temperatury, a następnie schłodzeniu jej przy pomocy wody o temperaturze pokojowej. Chłodzenie wodą powoduje szybszą wymianę ciepła niż ta, na którą jest narażony materiał w trakcie jego użytkowania. Skutkuje to tym, że materiał ulega zniszczeniu przy stosunkowo niższej różnicy temperatury (ΔT).

Oznaczenia prowadzone były równolegle w dwóch niezależnych laboratoriach. Ich metodyka była oparta na punkcie 3 tabeli 1. Plan badania zakładał:

- 1) wykonanie badania w dwóch różnych temperaturach 850°C i 950°C, przy czym badanie nie mogło zostać przerwane w trakcie jego wykonywania;
- 2) wykonanie badania w temperaturze 950°C z przerwą po dniu roboczym i pozostawieniem próbki po schłodzeniu w warunkach pokojowych;
- 3) wykonanie badania w temperaturze 950°C z przerwą po dniu roboczym i pozostawieniem próbki po schłodzeniu w komorze grzewczej w temperaturze od 250°C do 300°C.

Dodatkowo, w jednym z laboratoriów, oznaczono odporność na wstrząsy cieplne zgodnie z [22]. Miało to na celu sprawdzenie jak bardzo wpływa metodyka badania oraz kształt próbki na wynik. Warunki przeprowadzenia badania zawiera punkt 2 tabeli 1. Metoda ta polegała na ogrzewaniu próbki do temperatury 950°C, następnie jej schłodzeniu w strumieniu sprężonego powietrza, po czym poddaniu obciążeniu zginającemu o naprężeniu 0,3 MPa. W razie konieczności przerwania badania po dniu roboczym procedura ta zakłada umieszczenie próbki w komorze grzewczej w temperaturze od 250°C do 300°C.

Ilościowe określenie odporności materiału na wstrząsy cieplne stanowi liczba cykli, które wytrzymała próbka do jej zniszczenia.

3.1. Materiał do badań

Próbki do badania przygotowane zostały z losowo wybranych kształtek magnezytowych. Skład chemiczny materiału do badań przedstawiano w tabeli 2, a inne istotne właściwości w tabeli 3.

T a b e l a 2
Skład chemiczny materiału magnezytowego

Skład chemiczny [%]	
Strata prażenia w 1025°C	0,35
SiO ₂	1,14
Al ₂ O ₃	0,71
Fe ₂ O ₃	4,32
TiO ₂	0,05
CaO	1,98
MgO	90,72
Na ₂ O	0,02
Cr ₂ O ₃	0,50
MnO	0,24
P ₂ O ₅	0,06

Ź r ó d ł o: Jak w tab. 1.

T a b e l a 3

Właściwości materiału magnezytowego zastosowanego do badania odporności
na wstrząsy cieplne

Właściwość	Jednostka	Wartość liczbowa
Gęstość pozorna	g/cm ³	3,032
Porowatość otwarta	%	15,2
Moduł Younga	GPa	108,6
Wytrzymałość na ściskanie	MPa	64,37
Wytrzymałość na zginanie	MPa	11,3
Ciepło właściwe	J/kg · K	1,122
Rozszerzalność cieplna w temperaturze:		
800°C	%	+ 1,02
850°C		+ 1,08
900°C		+ 1,20
950°C		+ 1,24
950°C/1h		+ 1,35
950°C/2h		+ 1,34
Trwała zmiana wymiarów po schłodzeniu do temperatury otoczenia – 19°C		- 0,09

Ź r ó d ł o: Jak w tab. 1.

Próbki przed badaniem odporności na wstrząsy cieplne pokazano na rycinie 1.



Źródło: Opracowanie własne.
 Ryc. 1. Próbkki do badania odporności na wstrząsy cieplne:
 a) walce $\varnothing = h = 50$ mm, b) prostopadłościany 64 mm x 64 mm x 114 mm

3.2. Wyniki

W tabeli 4 zestawiono wyniki, jakie uzyskano w dwóch niezależnych laboratoriach dla walców ogrzewanych do określonej temperatury, a następnie chłodzonych wodą.

Tabela 4
 Wyniki badania odporności na wstrząsy cieplne uzyskane w dwóch laboratoriach dla próbek walcowych ogrzewanych, a następnie chłodzonych wodą

Badanie w temperaturze 950° (bez przerywania w trakcie prowadzenia badania)									
Laboratorium nr	nr próbki	1	2	3	4	5	6	średnia	SD
1	ilość zmian, które wytrzymała próbka przed zniszczeniem	4	3	3	3	3	5	3,5	0,84
2		5	4	5	5	3	5	4,5	0,84
Badanie w temperaturze 850° (bez przerywania w trakcie prowadzenia badania)									
Laboratorium nr	nr próbki	1	2	3	4	5	6	średnia	SD
1	ilość zmian, które wytrzymała próbka przed zniszczeniem	7	6	6	8	9	8	7,3	1,21
2		8	8	7	11	6	7	7,8	1,72
Badanie w temperaturze 950° (z przerwą w trakcie badania, próbka przechowywana w warunkach pokojowych)									
Laboratorium nr	nr próbki	1	2	3	4	5	6	średnia	SD
1	ilość zmian, które wytrzymała próbka przed zniszczeniem	6	5	5	5	3	4	4,7	1,03
2		6	5	4	6	5	3	4,8	1,17
Badanie w temperaturze 950° (z przerwą w trakcie badania, próbka przechowywana w komorze grzewczej w temperaturze 250–300°C)									
Laboratorium nr	nr próbki	1	2	3	4	5	6	średnia	SD
1	ilość zmian, które wytrzymała próbka przed zniszczeniem	6	4	4	4	4	5	4,5	0,84
2		5	4	5	5	6	5	5,0	0,63

Źródło: Jak w tab. 1.

W tabeli 5 przedstawiono wyniki, jakie otrzymano dla próbek prostopadłościennych badanych zgodnie z normą PN-EN 993-11.

T a b e l a 5

Wyniki badania odporności na wstrząsy próbek prostopadłościennych ogrzewanych do temperatury 950° następnie chłodzonych strumieniem powietrza i obciążanych

Nr próbki	1	2	3	4	5	6	Średnia	SD
Ilość zmian, które wytrzymała próbka przed zniszczeniem	5	3	2	3	3	2	3,0	1,10

Ź r ó d ł o: Jak w tab. 1.

Rycina 2 przedstawia próbki po badaniu odporności na wstrząsy cieplne.



a)

b)

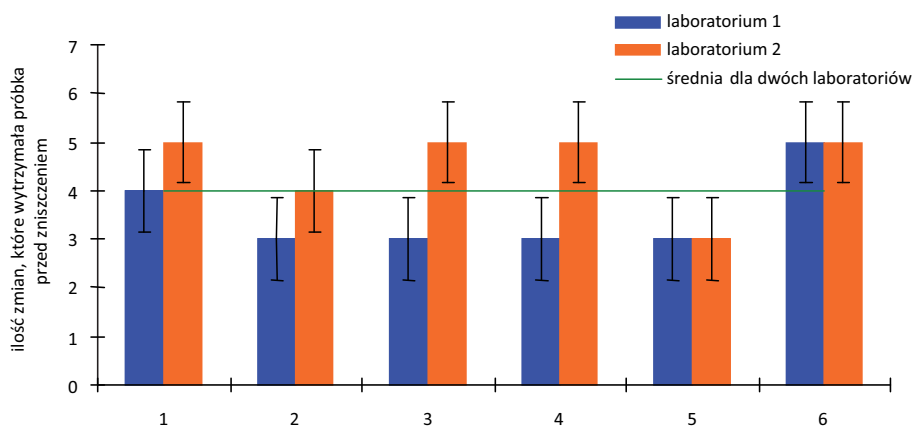
Ź r ó d ł o: Jak w ryc. 1.

Ryc. 2. Próbki po badaniu odporności na wstrząsy cieplne: a) walce $\varnothing = h = 50$ mm, b) prostopadłościanny 64 mm x 64 mm x 114 mm

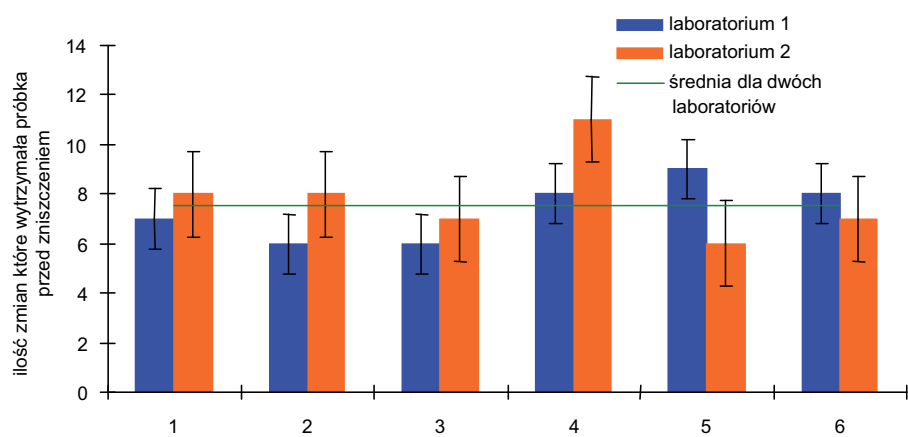
3.3. Omówienie wyników

Otrzymane wyniki pokazują, jaki wpływ na wynik badania mają: różnica temperatury (ΔT), przerwa w prowadzeniu badania po dniu roboczym oraz sposób przechowywania próbki w trakcie tej przerwy. Na rycinach 3 i 4 graficznie przedstawiono wyniki uzyskane zarówno dla próbek walcowych, jak i prostopadłościennych.

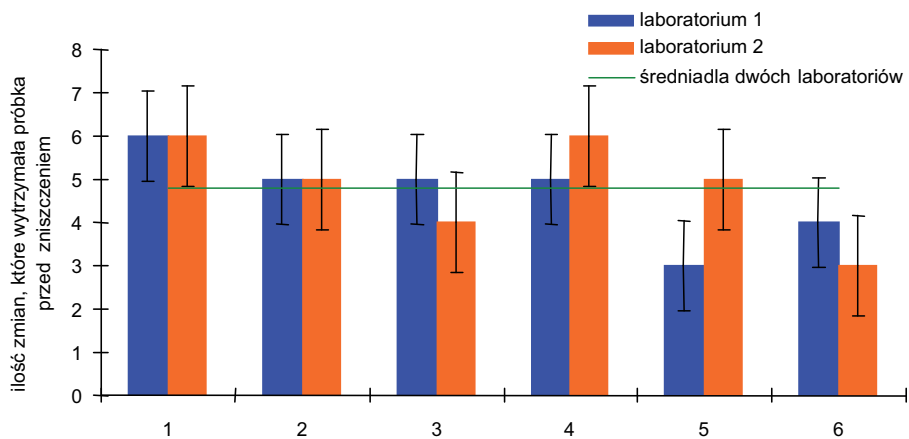
a)

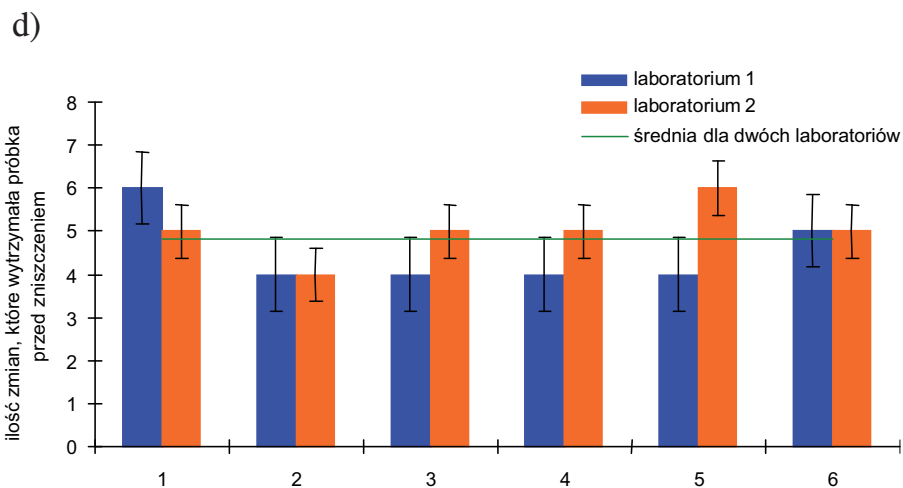


b)



c)

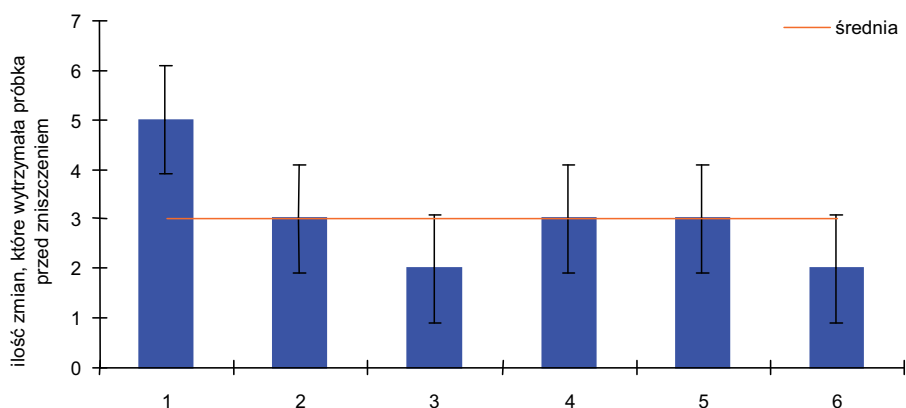




Źródło: Jak w ryc. 1.

Ryc. 3. Odporność na wstrząsy cieplne dla próbek walcowych:

- a) ogrzewanych do temperatury 950°C – badanie wykonane bez przerwy, b) ogrzewanych do temperatury 850°C – badanie wykonane bez przerwy, c) ogrzewanych do temperatury 950°C – badanie wykonane z przerwą, próbka przechowywana w warunkach pokojowych, d) ogrzewanych do temperatury 950°C – badanie wykonane z przerwą, próbka przechowywana w komorze grzewczej w temperaturze 250–300°C

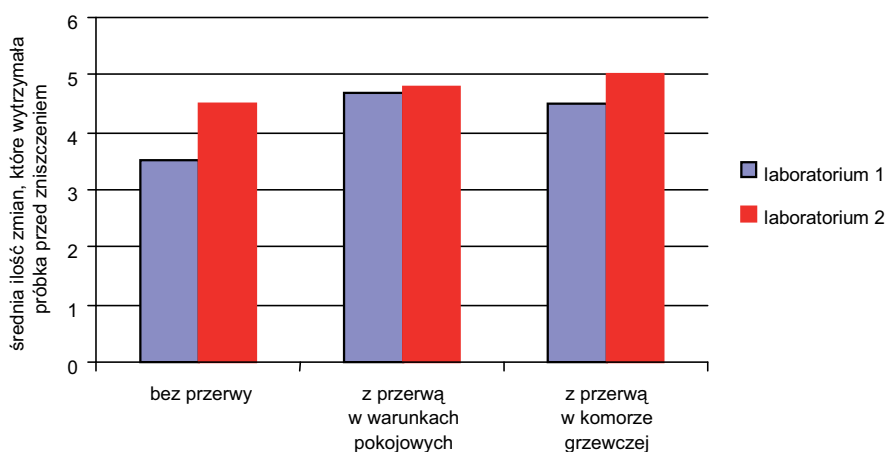


Źródło: Jak w ryc. 1.

Ryc. 4. Odporność na wstrząsy cieplne dla próbek prostokątnych ogrzewanych do temperatury 950°C, a następnie chłodzonych strumieniem powietrza i obciążanych

W przypadku prowadzenia badania na próbkach w kształcie walców ogrzewanych do określonej temperatury, a następnie chłodzonych wodą można zaobserwować, że przerwanie badania po dniu roboczym oraz sposób przechowywania próbki w trakcie tej przerwy nie wpływają istotnie na wynik badania. Średnie obliczone z wyników obu laboratoriów, biorących udział w badaniach, wynoszą odpowiednio: 4,0 cykle dla badania bez przerwy i 4,8 cykli dla badania z prze-

rwą po dniu roboczym, w przypadku kiedy próbka była przechowywana w warunkach pokojowych oraz 4,8 dla testu z próbkami przechowywanymi w komorze grzewczej w temperaturze od 250°C do 300°C. Różnica pomiędzy tymi wynikami odpowiada odchyleniu standardowemu wyników otrzymanych w poszczególnych laboratoriach, a więc można przyjąć, że jest ona spowodowana niejednorodnością badanego materiału, a nie wpływem zmiennych warunków wykonania badania. Na rycinie 5 porównano wyniki uzyskane dla próbek ogrzewanych do temperatury 950°C w różnych wariantach testu.



Źródło: Jak w ryc. 1.

Ryc. 5. Odporność na wstrząsy cieplne dla próbek walcowych ogrzewanych do temperatury 950°C, a następnie chłodzonych wodą

Stwierdzono, że znaczny wpływ na wynik badania ma różnica temperatury (ΔT) na jaką narażone są próbki. Obniżenie temperatury ogrzewania próbek o 100°C (z 950°C do 850°C) spowodowało, że próbki wytrzymały większą liczbę cykli ogrzewania i chłodzenia. Średnia obliczona z wyników uzyskanych w dwóch laboratoriach dla próbek ogrzewanych do temperatury 850°C i chłodzonych wodą wynosi 7,6 cykli, a dla próbek ogrzewanych do temperatury 950°C i chłodzonych wodą jedynie 4,0 cykle.

W przypadku badania wykonanego zgodnie z normą PN-EN 993-11 zmianie uległy: kształt i wymiary próbki, czynnik chłodzący oraz wprowadzony został kolejny element wywołujący naprężenia w próbce, przez poddawanie jej obciążeniu zginającemu po każdym schłodzeniu. Poddanie próbki naprężeniom zginającym po każdym schłodzeniu ma na celu ograniczenie ilości cykli ogrzewania i chłodzenia i tym samym skrócenie czasu oznaczania odporności na wstrząsy cieplne. Średnia wyników otrzymanych w tym badaniu, w temperaturze 950°C, wynosi 3,0 cykle i jest niższa od pozostałych średnich otrzymanych dla próbek w kształcie walców chłodzonych wodą. Tym samym czas związany z wykonaniem oznaczania uległ skróceniu o 35% względem czasu potrzebnego na wykonanie badania na walcach ogrzewanych do temperatury 950°C.

4. Podsumowanie

Odporność materiałów na wstrząsy cieplne to jedna z istotniejszych cech użytkowych materiałów ogniotrwałych. Różnorodność gatunków materiałów ogniotrwałych oraz ich zastosowań wymuszają dużą liczbę metod badawczych pozwalających określić odporność tych materiałów na wstrząsy cieplne.

Z przeglądu literaturowego wynika, że w badaniach odporności na wstrząsy cieplne dąży się do odwzorowania warunków pracy badanego materiału. Jeżeli badany materiał będzie narażony w trakcie jego eksploatacji na działanie stopionego metalu, to metoda badawcza zakłada kontakt powierzchni badanego materiału z płynnym metalem. Taka sama zasada dotyczy gazowej atmosfery, na działanie której narażony będzie materiał w trakcie jego użytkowania. Jednak wykonywanie takich badań pociąga za sobą znaczne koszty i nie zawsze jest uzasadnione. Z tego powodu większość laboratoriów stosuje testy uproszczone. Jednocześnie różnorodność metod badawczych utrudnia lub wręcz uniemożliwia porównywanie wyników. Dlatego najbardziej powszechnym sposobem określania odporności na wstrząsy cieplne w warunkach laboratoryjnych jest ogrzewanie próbek badanego materiału w piecu do określonej temperatury, a następnie ich nagłe schłodzenie w wodzie o temperaturze pokojowej lub w strumieniu sprężonego powietrza. Badania takie nie do końca odwzorowują warunki pracy materiału badanego, ale są stosunkowo łatwe i tanie w wykonaniu. A jeżeli są prowadzone w tych samych warunkach, dają możliwość porównywania wyników uzyskanych dla różnych materiałów.

Niniejsza praca miała wykazać jaki jest wpływ warunków pomiaru, najpowszechniej stosowanej metody, na wynik badania. Udowodniono, że istotny wpływ na wynik badania ma, co było do przewidzenia, ponieważ jest zgodne z równaniem (1), różnica temperatur na jaką narażona jest próbka w trakcie badania oraz sam sposób prowadzenia badania: kształt i wymiary próbki, sposób chłodzenia, dodatkowe elementy wprowadzające naprężenia w próbce. Sposób przechowywania próbek, w przypadku gdy oznaczenie należy z jakiegoś powodu przerwać, nie wpływa w istotny sposób na wyniki oznaczania odporności na wstrząsy cieplne.

Literatura

- [1] S e m l e r Ch.F., *Thermal Shock Testing of Refractories – Revisited: Part 1*, „Refractory Application & News” 2008, Vol. 13, No. 1, s. 18–22.
- [2] W o j s a J., W r o n a A., C z e c h o w s k a K., Sprawozdanie nr 3416/100250/DN/BL/BT/2003 Instytutu Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.
- [3] P a m p u c h R., *Zarys nauki o materiałach. Materiały ceramiczne*, PWN, Warszawa 1977.
- [4] P a m p u c h R., *Budowa i własności materiałów ceramicznych*, Wydawnictwo AGH, Kraków 1995.

- [5] W a t t O.H., D e w - H u g e s D., *Wprowadzenie do inżynierii materiałowej: metale, ceramika i tworzywa sztuczne*, WNT, Warszawa 1978.
- [6] K i n g e r y W.D., *Factors Affecting Thermal Stress Resistance of Ceramic Materials*, „Journal of the American Ceramic Society” 1955, Vol. 38, No. 1, s. 3–15.
- [7] H a s s e l m a n n D.P.H., *Elastic Energy at Fracture and Surface Energy as Design Criteria for Thermal Shock*, „Journal of the American Ceramic Society” 1963, Vol. 46, No. 11, s. 535–540.
- [8] H a s s e l m a n n D.P.H., *Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics*, „Journal of the American Ceramic Society” 1969, Vol. 52, No. 11, s. 600–604.
- [9] A k s e l C., W a r r e n P.D., *Thermal shock parameters [R , R'' and R'''] of magnesia – spinel composites*, „Journal of the European Ceramic Society” 2003, Vol. 23, s. 301–308.
- [10] G l a n d u s J.C., B o c h P., *Main Testing Methods for Thermal Shock*, „Interceram” 1984, Vol. 33, No. 5, s. 33.
- [11] S e m l e r C.E., H a w i s e r T.H., *Evaluation of Thermal Shock Resistance of Refractories using the Ribbon Test*, „Bulletin of the American Ceramic Society” 1980, Vol. 59, No. 7, s. 732–738.
- [12] A i n s w o r t h J.H., H e r r o n R.H., *Thermal Shock Damage Resistance of Refractories*, „Bulletin of the American Ceramic Society” 1974, Vol. 57, No. 7, s. 533–538.
- [13] A i n s w o r t h J.H., H e r r o n R.H., *Calculation of Safe Heat-up Rate for Steelplant Furnace Lining*, „Bulletin of the American Ceramic Society” 1979, Vol. 58, No. 7, s. 676–678.
- [14] F a b e r K.T., H u a n g M.D., E v a n s A.G., *Quantitative Studies of Thermal Shock in Ceramics Based on a Novel Test Technique*, „Journal of the American Ceramic Society” 1981, Vol. 64, s. 296–301.
- [15] I z a d p a n a h M.R., D e z f o l i A.R.A., *Prediction of the Thermal Shock Resistance of Refractory Materials using R values*, „Materials Science – Poland” 2009, Vol. 27, No. 1, s. 131–140.
- [16] P o d w ó r n y J., W o j s a J., W a l a T., Ś l i w a A., C z e c h o w s k a K., S t e c K., Sprawozdanie nr 3539/100310/BL/2009 Instytutu Szkła, Ceramiki, Materiałów Ogniotrwałych i Budowlanych, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.
- [17] P o d w ó r n y J., W o j s a J., S u w a k R., C z e c h o w s k a K., Sprawozdanie nr 3668/100384/BL/2010 Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.
- [18] D z i u b a k C., R e ć k o W.M., *Szok cieplny w tworzywach ceramicznych. Część 1 – Współczesne teorie szoku cieplnego*, „Prace Instytutu Szkła, Ceramiki, Materiałów Ogniotrwałych i Budowlanych” 2009, nr 4, s. 9–28.
- [19] W o j s a J., *Zasadowe materiały ogniotrwałe nieformowane*, Instytut Szkła, Ceramiki, Materiałów Ogniotrwałych i Budowlanych, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach, Gliwice 2009.
- [20] S e m l e r Ch.E., *Thermal Shock Testing of Refractories – Revisited: Part 2*, „Refractory Application & News” 2008, Vol. 13, No. 2, s. 18–24.
- [21] BN-65/6760-05 „Materiały ogniotrwałe: Oznaczanie odporności na nagłe zmiany temperatury”.

- [22] PN-EN 993-11:2010 „Metody badań zwartych formowanych wyrobów ogniotrwałych – Część 11: Oznaczanie odporności na wstrząsy cieplne”.
- [23] DIN 51068-1 „Testing of ceramic materials; Determination of Resistance to Thermal Shock; Water quenching method for refractory bricks”.
- [24] ASTM C-1171 „Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories”.
- [25] Posarac M., Dimitrijevic M., Volkov-Husovic T., Devecerski A., Matovic B., *Determination of Thermal Shock Resistance of Silicon Carbide / Cordierite Composite Material Using Nondestructive Test Methods*, „Journal of the European Ceramic Society” 2008, Vol. 28, s. 1275–1278.
- [26] Damhof F., Brekelmans W.A.M., Geers M.G.D., *Experimental analysis of the evolution of thermal shock damage using transit time measurement of ultrasonic waves*, „Journal of the European Ceramic Society” 2009, Vol. 29, s. 1309–1322.
- [27] Andersson T., Rowcliffe D.J., *Indentation Thermal Shock Test for Ceramics*, „Journal of the American Ceramic Society” 1996, Vol. 79, No. 6, s. 1509–1514.
- [28] Panda P.K., Kannan T.S., Dubois J., Olagnon C., Fantozzi G., *Thermal Shock and Thermal Fatigue Study of Ceramic Materials on a Newly Developed Ascending Thermal Shock Test Equipment*, „Science et Technology of Advanced Materials” 2002, Vol. 3, s. 327–334.
- [29] Podwórny J., Wojsa J., *Stress Relaxation After Thermal Shock of Basic Refractories*, „Stahl und Eisen” 2006, No. Special: 49th International Colloquium on Refractories. Aachen, Germany, 7–8 November 2006, s. 35–38.
- [30] Leonelli C., Boccaccini D.N., Romagnoli M., Veronesi P., Dlouhy I., Boccaccini A.R., *Microstructural Investigation and Thermal Shock Behavior of Mullite – Cordierite Refractory Materials*, Gruppo Italiano Frattura, Convegno IGF XVII, Bologna 2004.

ANNA GERLE
HALINA WAŁĘGA-CHWASTEK
AGNIESZKA KARALUS

COMPARATIVE TESTS OF THERMAL SHOCK RESISTANCE OF MAGNESITE MATERIAL

Thermal shock resistance determines the choice of material for applications in temperature gradient conditions. This includes products used in batch and continuous high temperature processes. Thermal shock resistance is determined empirically by evaluation of the effects of direct sample treatment by cyclic changes of temperature.

There have been developed many methods of thermal shock resistance determination. This methods allow to determine the effective time of the product live under conditions of variable temperature. The measuring method is the more accurate when the more test conditions are closer to real working

conditions of the testes material. This requirement is very difficult or even impossible to meet in the laboratory.

This paper presents the review of the methods for the thermal shock resistance testing of refractory materials. Both the standardised and not standardised methods described in the literature are presented.

These methods were compared and identified the most important differences in methodology and presentation of the test results. The weaknesses of the presented methods were discussed. The results of comparative tests of thermal shock resistance of magnesite material obtained in two independent laboratories were presented. Tests were carried out according to predetermined methodology. The tests aimed to determine the influence of test conditions on the result.