

УДК 006:658.56]:666.76

СРАВНЕНИЕ ОТЕЧЕСТВЕННЫХ И ЗАРУБЕЖНЫХ СТАНДАРТОВ НА МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ОГНЕУПОРНОЙ ПРОДУКЦИИ, КОТОРЫЕ ПРИМЕНЯЮТ ДЛЯ ПРИЕМОСДАТОЧНОГО КОНТРОЛЯ

Приведены краткие сведения, касающиеся сравнения отечественных и зарубежных стандартов на методы испытаний и контроля качества огнеупоров, которые применяют при приемочных испытаниях.

Ключевые слова: *методы испытаний, огнеупорные изделия, предел прочности при сжатии, огнеупорность, остаточное изменение размеров при нагреве, определение температуры деформации, устойчивость к гидратации огнеупоров.*

В РФ качество огнеупоров регламентируют стандарты на продукцию, технические условия и стандарты организаций (СТО). В большинстве стран за рубежом данные о свойствах изделий приводят в каталогах фирм-изготовителей, а также в корпоративных или фирменных стандартах.

Для адекватной оценки качества и обеспечения конкурентоспособности продукции необходимы методы испытаний и контроля качества огнеупоров, обеспечивающие получение сопоставимых результатов. Следовательно, необходима унификация и стандартизация методов испытаний и контроля качества огнеупоров.

Вместе с тем Соглашение о технических барьерах в торговле Всемирной торговой организации и Таможенного союза называет применение международных стандартов одним из важнейших условий, обеспечивающих устранение технических барьеров в торговле. В соответствии с этим при разработке новых и актуализации действующих российских стандартов одной из важнейших задач является максимально возможная гармонизация национальных стандартов на методы испытаний и контроля огнеупоров с международными стандартами и тем самым обеспечение сопоставимости результатов испытаний. Анализ отечественных, международных и национальных стандартов зарубежных стран позволил установить сходство и различие стандартизованных методов испытаний, в том числе оценить сопоставимость их результатов.

Национальные стандарты на методы определения прочностных свойств огнеупоров — предел прочности при сжатии при комнатной температуре — показатель, который чаще всего определяют при приемочном контроле. При разработке стандартов, регламентирующих определение предела

прочности при сжатии, было принято решение о разработке двух национальных стандартов, в одном из которых должны быть отражены требования международного стандарта ISO 10059-1-92, в другом — требования основных положений методик определения предела прочности при сжатии, действующих на российских предприятиях, а также учитывающие ряд положений ISO 10059-2-2003.

Исходя из этого, в настоящее время действуют два стандарта на определение предела прочности при сжатии при комнатной температуре: модифицированный ГОСТ Р 53065.1-2008 (ISO 10059-1:1992) «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре. Часть 1. Испытание без применения прокладок» и ГОСТ Р 53065.2 «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре. Часть 2. Испытание с применением прокладок».

Часть 1 национального стандарта (Испытание без применения прокладок) разработана путем небольших модификационных изменений ISO 10059-1:1992. В данном стандарте установлены жесткие условия испытания:

- испытуемый образец должен быть в форме цилиндра высотой и длиной 50 мм,
- нагружаемые (опорные) поверхности должны быть шлифованными,
- размеры опорных поверхностей испытательного пресса должны быть нормированы.

Выполнение этих требований обеспечивает идентичность условий испытаний, но значительно увеличивает стоимость, поэтому метод реко-

мендован для арбитражных испытаний и при поставках продукции на экспорт.

Часть 2 национального стандарта (Испытание с применением прокладок) разработана на базе ГОСТ 4071.1–94 «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре» и с учетом ряда нормативных положений ISO 10059.2–2003. Стандарт предназначен для массового контроля продукции. В область применения впервые включены образцы из неформованных материалов, испытания которых ранее не были предусмотрены в стандарте.

Международные и российские стандартизованные методы определения огнеупорных и термических свойств в ряде случаев значительно различаются и дают несопоставимые результаты.

Определение остаточных изменений размеров при нагреве огнеупорных теплоизоляционных изделий и огнеупорных изделий с общей пористостью менее 45 %, этот показатель важен для характеристики качества огнеупора, так как большие изменения размеров изделий в футеровке тепловых агрегатов в период службы могут привести к ее разрушению. Для определения остаточных размеров при нагреве были разработаны два стандарта: национальный ГОСТ Р 54311–2011 «Изделия огнеупорные теплоизоляционные. Ускоренный метод определения остаточных изменений размеров при нагреве» и идентичный ГОСТ Р ИСО 2477–2011 «Изделия огнеупорные теплоизоляционные. Определение остаточных изменений размеров при нагреве».

Основные различия национального и идентичного стандартов:

- продолжительность выдержки при температуре испытания (2 ч по российскому стандарту и 12 ч по идентичному);
- в идентичном стандарте регламентировано использование образцов значительно большего размера, чем в российском;
- число измерений испытываемого образца до и после обжига (2 измерения по российскому стандарту и 4 по идентичному);
- в идентичном стандарте строго регламентировано размещение образцов в печи — с большими промежутками, на высокой подставке, что обеспечивает более равномерный нагрев испытываемых образцов, но требует использования печей с большим рабочим пространством.

ГОСТ Р 54311–2011 позволит отечественным производителям проводить приемосдаточные испытания в соответствии со сложившейся практикой и установленными в нормативных документах нормами. Введение ГОСТ ИСО 2477–2011 обеспе-

чит классификацию теплоизоляционных огнеупоров, выпускаемых в России, в соответствии с международной практикой.

Для огнеупорных изделий с общей пористостью менее 45 % также были разработаны два стандарта: национальный ГОСТ Р 54528–2011 «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения остаточных изменений размеров при нагреве» и идентичный межгосударственный ГОСТ ИСО 2478 «Изделия огнеупорные плотные. Определение остаточных изменений размеров при нагреве». В настоящее время ГОСТ ИСО 2478 находится на стадии рассмотрения в Росстандарте.

Основные различия стандартов заключаются в следующем:

- различная длительность выдержки при температуре испытания (2 ч по ГОСТ Р 54528 и 5 ч по ГОСТ ИСО 2478);
- в идентичном стандарте предусмотрены два метода измерений: линейный и объемный, а в национальном стандарте — только объемный с последующим пересчетом на изменение линейного размера;
- в идентичном стандарте регламентировано использование образцов значительно большего размера (50×50×60 мм), чем в национальном (30×30×60 мм);
- в идентичном стандарте строго регламентировано расположение испытываемых образцов в печи, что обеспечит более равномерный нагрев образцов, но требует применения печей с большим рабочим пространством.

Основой международного и национального стандартов на методы определения огнеупорности является один и тот же принцип — сравнение температур падения испытываемого конуса (пироскопа) и контрольного пирометрического конуса. Однако о сопоставимости результатов трудно судить из-за различий в процедуре испытания, связанных прежде всего с различным способом подготовки испытываемых конусов. Огнеупорность изделий по ISO 528 определяют на конусах, вырезанных из изделий. В России традиционно применяют конуса, сформованные из измельченного материала. Как правило, огнеупорность образцов, вырезанных из изделия и сформованных из измельченной пробы, различается на 30–40 °С. Национальный ГОСТ 4069 «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения огнеупорности» не пересматривался с 1969 г., многие положения стандарта устарели, так как появились новая аппаратура, средства измерения. В связи с этим был разработан национальный стандарт ГОСТ Р 53788–2010 «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения огнеупорности», в котором

предусмотрена возможность определения огнеупорности без применения пироскопов инструментальным методом — по показаниям термопары.

Одновременно разработаны два национальных стандарта, идентичных международным стандартам: ГОСТ Р ИСО 528–2009 «Огнеупоры. Определение эквивалентного пирометрического конуса (огнеупорности)» и ГОСТ Р ИСО 1146–2009 «Конусы пирометрические контрольные для лабораторного применения». В международном ISO 528 для определения огнеупорности предусмотрено использование пироскопов по ISO 1146, поэтому было необходимо разработать оба стандарта одновременно.

Российский и международный стандарты на методы определения температуры деформации под нагрузкой принципиально различаются способами измерения высоты образца в процессе испытания, что делает результаты испытаний несопоставимыми. Поэтому в план национальной стандартизации на 2012–2013 гг. включен пересмотр действующего ГОСТ 4070–2000 «Изделия огнеупорные. Метод определения температуры деформации под нагрузкой», который требует актуализации и правильного оформления в соответствии с ГОСТ 1.5–2001 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению», а ISO 1893–89, включенный в приложение к ГОСТ 4070, отменен и заменен на ISO 1893–2007. Одновременно разрабатывается идентичный ГОСТ ИСО 1893. В настоящее время окончательные редакции ГОСТ 4070 «Изделия огнеупорные. Метод определения температуры деформации под нагрузкой» и ГОСТ ИСО 1893 «Изделия огнеупорные. Определение деформации под нагрузкой (дифференциальный метод измерения при возрастающей температуре)» согласованы, формируется пакет документов для направления в Росстандарт.

Анализ основных положений стандартов на методы определения истинной и кажущейся плотности, открытой пористости показал сопоставимость результатов испытания, однако в стандартах все же имеются различия. На стадиях окончательной редакции находятся ГОСТ 2409 «Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения», требующий актуализации и переформирования в соответствии с ГОСТ 1.5, и идентичный межгосударственный ГОСТ ИСО 5017 «Изделия огнеупорные плотные. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости».

В последние годы появились новые стандарты на методы испытаний, которые также следует отнести к определению прочностных свойств, например:

- EN ISO 12680–2007 ч. 1 «Изделия огнеупорные. Методы испытаний. Часть 1. Определение динамического модуля Юнга путем импульсивного возбуждения вибрации»;

- серия ISO 1927–2012 «Монолитные (неформованные) огнеупоры». Части 1–8.

В РФ аналогов таких методов испытаний нет.

Производство и применение огнеупоров во всех странах характеризуется постоянным увеличением доли неформованных огнеупоров: бетонов, набивных и торкрет-масс, обмазок. В промышленно развитых странах рост производства неформованных огнеупоров сопровождается разработкой специальных методов испытаний и контроля и, соответственно, их стандартизацией. Введена в действие новая серия ISO 1927–2012 (ч. 1–8) по классификации, подготовке образцов и проведению испытаний для монолитных (неформованных) огнеупоров.

В РФ действует несколько стандартов на методы испытания неформованных огнеупоров: ГОСТ 31175–2003 «Мертели огнеупорные. Методы испытаний», ГОСТ 18847–84 «Огнеупоры неформованные сыпучие. Методы определения водопоглощения, кажущейся плотности и открытой пористости зернистых материалов» и с 1 января 2007 г. введен в действие национальный ГОСТ Р 52541–2006 «Бетоны огнеупорные. Подготовка образцов для испытаний», в котором учтены основные нормативные положения европейских стандартов (EN 1402-4:2003, DIN EN1405-5:2003). ГОСТ Р 52541 регламентирует подготовку образцов из бетонных масс на основе глиноземистого и высокоглиноземистого цементов.

С развитием производства перспективного вида теплоизоляционных огнеупоров, таких как волокнистые теплоизоляционные материалы и изделия, появились новые специфические методы их испытаний и соответствующие стандарты, регламентирующие условия проведения этих испытаний (ISO, EN, BS, DIN).

Национальные стандарты на методы испытаний волокнистых теплоизоляционных огнеупоров в России отсутствуют. Действующий ГОСТ 23619–79 «Материалы и изделия огнеупорные теплоизоляционные стекловолокнистые» включает методы определения ряда свойств. Эти методы отличаются от методов, установленных в международном и британском стандартах, что затрудняет сравнение показателей отечественной и зарубежной продукции.

Действующие в настоящее время в РФ межгосударственные стандарты устанавливают методы определения термической стойкости обожженных изделий и образцов, вырезанных из изделий, не взаимодействующих с водой. Таким образом, вне области применения стандарта остается ряд огнеупоров, например периклазоизвестковые, бетонные, безобжиговые. Кроме того, из-за «жесткости» режима (нагрев до 1300 °С — охлаждение в проточной воде) этими методами нельзя испытывать изделия с низкой термостойкостью.

С 01.01.07 введен в действие разработанный Ассоциацией «СПб НТЦ» ГОСТ Р 52542–2006 «Огнеупоры. Методы определения термической стойкости при охлаждении сжатым воздухом», в котором учтены основные нормативные положения DIN CEN/TS 993-11:2003 «Методы испытания плотных огнеупоров. Часть 11. Определение ус-

тойчивости к термическому удару». Стандарт регламентирует два метода.

1. Определение числа теплосмен, которые выдерживает образец при нагружении изгибающим усилием 0,3 Н/мм² после каждой теплосмены до разрушения.

2. Определение термической стойкости по изменению предела прочности при изгибе после заданного числа теплосмен.

Для оценки эксплуатационных свойств огнеупоров очень важна оценка их химической устойчивости к расплавам шлака и стекла, растворам серной кислоты и щелочи, монооксиду углерода. За рубежом действует ряд стандартов на методы испытаний, которые позволяют качественно оценивать эти свойства. В России стандарты на такие методы испытаний отсутствуют.

Действующие и разрабатываемые стандарты на методы испытаний

Национальные стандарты (ГОСТ Р...), разработанные на базе межгосударственных (ГОСТ...)

ГОСТ Р 53065.1–2008 (ИСО 10059-1:1992) «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре. Часть 1. Испытание без применения прокладок (MOD)». Дата введения 01.07.2009.

ГОСТ Р 53065.2–2008 «Изделия огнеупорные с общей пористостью менее 45 %. Метод определения предела прочности при сжатии при комнатной температуре. Часть 2. Испытание с применением прокладок». Дата введения 01.07.2009.

ГОСТ Р 53785–2010 «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения огнеупорности». Дата введения 01.01.2011.

ГОСТ Р 54311–2011 «Изделия огнеупорные теплоизоляционные. Ускоренный метод определения остаточных изменений размеров при нагреве». Дата введения 01.01.2012.

ГОСТ Р 54528–2011 «Изделия с общей пористостью менее 45 %. Метод определения остаточных изменений размеров при нагреве». Дата введения 01.09.2012.

Национальные стандарты (ГОСТ Р ИСО...), идентичные международным

ГОСТ Р ИСО 528–2010 «Огнеупоры. Определение эквивалентного пироскопа». Дата введения 01.08.2010.

ГОСТ Р ИСО 1146–2010 «Конусы пирометрические контрольные для лабораторного применения». Дата введения 01.06.2010.

ГОСТ Р ИСО 2477–2011 «Изделия огнеупорные теплоизоляционные. Определение остаточного изменения размеров при нагреве».

Дата введения 01.01.2012.

Межгосударственные стандарты (ГОСТ ИСО), идентичные международным

ГОСТ ИСО 1893 «Изделия огнеупорные. Определение деформации под нагрузкой (дифференциальный метод измерений при возрастающей температуре)». Разработана окончательная редакция.

ГОСТ ИСО 5017 «Плотные огнеупорные изделия. Определение кажущейся плотности, открытой и общей пористости».

Разработана окончательная редакция.

ГОСТ ИСО 8840 «Огнеупоры. Определение кажущейся плотности зернистых материалов (плотность зерна)».

Разработана первая редакция.

Межгосударственные стандарты (ГОСТ), пересмотр.

ГОСТ 4070 «Изделия огнеупорные. Метод определения температуры деформации под нагрузкой». Разработана окончательная редакция.

ГОСТ 2409 «Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения». Разработана окончательная редакция.

ГОСТ ИСО 2478 «Изделия огнеупорные плотные. Определение остаточных изменений размеров при нагреве». Окончательная редакция направлена в Росстандарт.

В России разработан стандарт Ассоциации «СПб НТЦ» СТО 73399783-002–2006 «Огнеупоры. Метод определения устойчивости к гидратации», при разработке которого использованы опыт Великобритании, США, результаты собственной экспериментальной проработки. Стандарт распространяется на порошки, заполнители, изделия на основе оксида магния. Такие материалы в теплой влажной атмосфере могут гидратироваться, при этом зерна порошков рассыпаются и материал измельчается, а изделия растрескиваются. Сущность метода заключается в обработке проб неформованных материалов или образцов, вырезанных из изделий, водяным паром под давлением с последующим определением изменения массы и зернового состава пробы и визуальной оценкой степени разрушения образцов. Устойчивость к гидратации можно определить двумя методами:

– обработкой испытуемого материала паром при нормальном или повышенном давлении и температуре, соответствующей давлению;

– выдержкой в климатической камере при температуре ниже 1000 °С и высокой влажности.

Методы, основанные на выдержке в камере, ближе к естественным условиям, но очень длительны — испытания длятся сутками. Поэтому в основу СТО положена методика обработки проб (образцов) паром в автоклаве.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Принят ряд российских стандартов и стандартов, идентичных международным, актуализируются и пересматриваются межгосударственные стандарты, что позволяет получать сопоставимые результаты при оценке качества отечественной и зарубежной продукции (см. таблицу). Для получения сопоставимых результатов испытаний необходимы образцы одинаковой формы и размеров, одинаковые условия испытаний.

В РФ практически отсутствуют стандарты на методы испытаний неформованных огнеупоров, а также теплоизоляционных волокнистых материалов и изделий. Расширение объемов производства указанных материалов в настоящее время обуславливает необходимость разработки стандартов на методы испытаний с учетом требований международной стандартизации.

Для достоверной оценки качества продукции отечественных производителей в сравнении с зарубежными аналогами необходимо систематическое проведение сопоставительных испытаний как по национальному, так и по международному стандартам. Применение стандартов, идентичных международным, позволит адекватно оценивать сырье и продукцию при поставках на экспорт. К сожалению, новые стандарты не внедряются в практику работы заводских лабораторий. Результаты таких испытаний могли бы дополнить характеристику качества огнеупоров. ■

Получено 29.01.13

© И. Н. Ефимова, 2013 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

METALFORUM
Exhibition of Metallurgy,
Foundry and Metal Industry

METALFORUM 2013

4–7 июня 2013 г.
г. Познань, Польша

Международная выставка по металлургии, литью и металлообработке

Профили выставки:

- Добыча и переработка руд черных и цветных металлов
- Сырье металлургического производства – руды и концентраты, лом, отходы и шлаки
- Машины и оборудование для металлургии – **плавильные, отжиговые печи**, литейные ковши и литейные и формовочные машины, прокатные станы, волочильное, намоточное и обрезное оборудование
- Прессы и экструдеры. Молоты и **печи для термообработки**
- Оборудование для производства труб и проволоки, листа и фольги
- Материалы и добавки – **огнеупоры**, смеси, стержни, опоки
- Машины и оборудование для очистки и снятия напряжений в отливках
- Машины и оборудование для порошковой металлургии
- Металлы, сплавы черных и цветных металлов и изделия из них
- Трубы, проволока, пружины, кабели, цепи, продукция порошковой металлургии
- Металлоконструкции для промышленности и строительства, инструмент
- Научно-исследовательские разработки, услуги, программное обеспечение и т. п.

<http://www.expoclub.ru/>