

Józef Wojsa¹, Jakub Lewandowski², Renata Suwak¹

¹CiMB, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach

²Politechnika Wroclawska, Wydział Budownictwa Lądowego i Wodnego, Instytut Inżynierii Lądowej, Zakład Wytrzymałości Materiałów

Ocena zdolności wiążącej zapraw ogniotrwałych w wysokich temperaturach

Assessment of binding ability of refractory mortars at high temperatures

Słowa kluczowe: zaprawy ogniotrwałe, trwałość połączenia

Key words: refractory mortars, durability

1. Wprowadzenie

Zaprawa to drobnoziarnisty materiał ceramiczny służący do łączenia wyrobów formowanych. Szacuje się, że w stosunku do ogólnej masy stosowanych materiałów ogniotrwałych wypalanych udział zapraw wynosi 6–8%. Pozostaje to w wyraźnej sprzeczności z wiedzą o podstawach technologii i właściwościach zapraw, w szczególności z uwzględnieniem wpływu temperatury i środowiska procesu. Jest to tym bardziej dziwne, że spoiny stanowią na ogół słabszy pod względem odporności na korozję element wyłożenia, ponadto istotnie wpływają na dobór dylatacji, decydujący o trwałości wymurówki. W literaturze fachowej jest niewiele informacji dotyczących metod badań i właściwości zapraw ogniotrwałych. Mają one charakter bardzo ogólnych omówień (1, 2, 3), bądź też nie zawierają pełnych danych dotyczących metod (3, 4), a norma ASTM (5) charakteryzuje zachowanie zapraw w wysokich temperaturach wyłącznie opisowo, bez danych liczbowych. W pracy (7) zbiorowej przytoczono ilościową formułę wiążącą ścisłość zapraw z wielkością naprężenia ściskającego. Empiryczny wzór prowadzi do wniosku, że ścisłość jest wprost proporcjonalna do naprężenia ściskającego.

1. Introduction

Fine-grained ceramic materials used as binding agents are known as mortars. They constitute about 6–8% by mass of burnt refractory materials. However, the knowledge dealing with the technological background and properties of these mortars is poor; particularly as the effect of temperature and adjacent elements is concerned. This is surprising because the joints are generally the weakest part of lining, as the high temperature corrosion resistance is taken into account. Moreover, they play a decisive role when the dilatation gap is fixed and they affect the stability of lining. There is shortage of available data related to the studies and properties of refractory mortars. The published data reveal very general character (1-3), or there is no full and complete information as the experimental techniques are concerned (3, 4). In the ASTM standard (5) the durability of mortars at higher temperature is characterized only descriptively, with no numerical parameters. In report (7) a quantitative formula giving the relation between the compressibility of mortar and compressive strength is presented. One can conclude that this experimental relation is simply proportional.

Nowością jest niewątpliwie metoda oceny wytrzymałości połączenia zaprawy z wyrobem ogniotrwałym, która polega na ścisaniu próbki składającej się z dwu części połączonych zaprawą, przy czym płaszczyzna spoiny usytuowana jest skośnie do kierunku działającej siły (13). Metoda umożliwia obliczenie granicznego naprężenia ścinającego i rozciągającego w zależności od temperatury. Zaletą metody jest precyzja, wadą stosowanie ścisania próbki, a nie bardziej rozpowszechnionej techniki – zginania w wysokich temperaturach.

Przytoczona publikacja jest poszerzoną wersją streszczenia niezawierającą ważnych szczegółów o konstrukcji urządzenia.

Pewien pogląd na właściwości i metody badań zapraw ogniotrwałych wynika z prac stanowiących dorobek własny autorów.

W publikacjach (6, 11) analizowano dwa ważne czynniki: wpływ uziarnienia i rodzaju spoiwa w zaprawach na właściwości termomechaniczne i rozszerzalność cieplną łączonych elementów oraz wpływ rodzaju spoiwa na odporność korozyjną zapraw, na przykładzie tworzyw magnezjowych dla przemysłu szklarskiego.

Z praktycznym problemem oceny zapraw z punktu widzenia ich zdolności wiążącej w wysokich temperaturach zmierzali się Sienkiewicz i Taylor (9) Badano zaprawy krzemionkowe w zakresie temperatur 20–800°C.

Metoda pomiaru siły maksymalnej (nie naprężenia) polegała na przygotowaniu beleczek o wymiarach 100x25x11 mm, połączeniu ich „na zakładkę” na długości 50 mm, wypaleniu w żądanej temperaturze i ochłodzeniu wraz z piecem, a następnie oznaczeniu w tej samej temperaturze maksymalnej siły zginającej, powodującej niszczenie próbki. Metoda z pewnością jest selektywna, jej słabością jest asymetria próbki, konieczność chłodzenia materiałów po wypaleniu i powtórnego ogrzewania przy oznaczaniu wielkości siły zginającej.

Wytrzymałość połączenia zaprawa – wyrób ogniotrwały należy do zespołu kryteriów, według których dokonywana powinna być ocena i dobór zapraw.

Należy brać pod uwagę następujące czynniki:

- 1) właściwości reologiczne (krzywa konsystencji, lepkość w zależności od czasu),
- 2) granice czasowe początku i końca wiązania w zależności od temperatury otoczenia,
- 3) odporność korozyjną w warunkach rozpatrywanego procesu technologicznego,
- 4) wytrzymałość połączenia zaprawa – wyrób w zależności od temperatury.

Rodzaj i udział spoiwa zawsze są wynikiem pewnego kompromisu pomiędzy właściwościami wiążącymi a odpornością na korozję.

Są jednak pewne obszary stosowania materiałów ogniotrwałych, w których właściwości mechaniczne połączenia zaprawa – wyrób nabierają specjalnego znaczenia.

Undoubtedly, the method of determination of strength proposed in (7), characterizing the joint between the mortar and refractory element, is innovative. This method consists in the compression of sample in which the two parts are joined and the joint is diagonal to the direction of force (13). In this method the limit value of shear and tensile stress, as a function of temperature, can be determined. This method is advantageous in view of precision; however, the compression instead of bending, as it should be practised at high temperature, is a weak point.

The work reported above is a broadened version of the abstract with no important details relating to the construction of measuring device.

The properties and methods of refractory mortars examination have been recognized by the authors of presented contribution.

In published works (6, 11) the two important factors: fineness and composition of binding material from the thermo-mechanical properties and thermal expansibility point of view in the case of joined elements were analysed. The effect of binding material on the corrosion resistance was investigated too; the magnesia materials for glass industry were taken into account as an example.

The practical problems of quality of mortars as binding materials at high temperatures were studied by Sienkiewicz and Taylor (9). The silica mortars were investigated at the temperature range of 20–800°C.

The method of maximum force (not stress) measurement was carried out in the following steps: at first the bars 100x25x11 mm were produced, in the next step they were joined along the 50 mm distance, heated at given, assumed temperature and cooled with the furnace; then the maximum bending force, leading to the destruction of the sample, was determined at the same temperature. This method is of selective character. The asymmetry of the sample, the cooling of burnt sample and its re-heating for determination of bending force are the weak points.

The strength of mortar – refractory element joint is a criterion which should be used in the assessment and selection of mortar.

The following factors should be taken into account:

- 1) rheological properties (flow curve, viscosity vs time),
- 2) initial and final setting time vs temperature,
- 3) corrosion resistance in conditions of the technological process,
- 4) strength of mortar – refractory element joint vs temperature.

The type and percentage of binder must be compromised between the binding ability and corrosion resistance.

However, there are some applications of refractories where the mechanical properties of mortar – refractory element joint are of significant importance. This problem occurs in the case of mortars for silica elements working during the heating operation in coke production batteries, in the rotary kilns lining or in the lining covering the arch vaults of low curvature.

Z tym problemem spotykamy się w przypadku zapraw do łączenia wyrobów krzemionkowych przy rozgrzewaniu baterii koksowniczych, wykonywaniu obmurzy pieców obrotowych, lub sklepień łukowych o małej krzywiznie.

W praktyce metody ilościowej oceny wytrzymałości połączeń mogą służyć do doboru materiału łączącego, stosownie do wymagań wynikających z procesu technologicznego na etapie budowy lub eksploatacji.

Celem niniejszej publikacji jest określenie metody, lub co najmniej ukierunkowanie badań, których wynikiem byłoby sformułowanie ilościowego kryterium oceny wytrzymałości połączenia wyrób ogniotrwały – zaprawa, w zależności od temperatury.

2. Właściwości materiałów, metody badań i obliczeń

W badaniach wykorzystano trzy odmiany formowanych i wypalanych, powszechnie dostępnych materiałów ogniotrwałych oraz siedem odmian zapraw, w tym dwie zasadowe, trzy krzemionkowe oraz dwie szamotowe.

Podstawowe właściwości wyrobów podano w tablicy 1.

Stosowano następujące zaprawy:

Zaprawa zasadowa Z-1: uziarnienie mniejsze od 0,09 mm, zawartość w % masowych: MgO 25,7%, Cr₂O₃ 46,5%, SiO₂ 6,4%, spoiwo-roztwór wodny szkła wodnego o stężeniu 30% mas., udział spoiwa 23,5 części masowych na 100 części masowych suchej zaprawy.

Zaprawa zasadowa Z-2: zawartość w % masowych: MgO 56%, Cr₂O₃ 27,7%, SiO₂ 3,9%, spoiwo jak w przypadku Z-1, udział spoiwa 25 części masowych na 100 części masowych zaprawy.

Tablica 1 / Table 1

PODSTAWOWE WŁAŚCIWOŚCI WYROBÓW FORMOWANYCH

BASIC PROPERTIES OF REFRACTORY MATERIALS

Właściwości Feature	Wyrób / Material		
	magnezjowo-chromitowy magnesia-chromite MC	krzemionkowy silica SK	szamotowy fire-clay BS
MgO	58,3	–	–
Cr ₂ O ₃	22,0	–	–
SiO ₂	1,10	93,4	62
CaO	1,0	2,71	–
Al ₂ O ₃	–	1,10	34,20
Fe ₂ O ₃	–	1,40	2,50
Porowatość otwarta, Open porosity, %	16,4	19,8	19,3
Gęstość pozorna, Apparent density, g/cm ³	3,24	1,88	2,03
Wytrzymałość na ściskanie, Compressive strength, MPa	65,0	61,6	27,5

In practice, the quantitative determination of joint strength can be useful in selection of binding material, according to the requirements related to the technological process, prior to the construction and exploitation of installation.

This work is focused in searching the method and in the examinations leading to determination of quantitative criteria relating to the strength of mortar – refractory element joint as a function of temperature.

2. Materials, methods and calculations

Three types of cast and burnt refractory materials, commonly available and seven types of binders for mortars were used in the studies. The two of them were of basic character, three – the silica ones and two – the fire-clay ones. The properties of materials are presented in Table 1.

The following mortars were produced:

Basic mortar Z-1: fineness below 0.09 mm, composition in % by mass: MgO 25.7%, Cr₂O₃ 46.5%, SiO₂ 6.4%, binding agent - water glass of concentration 30% by mass, proportions: 23.5 parts of binding agent by mass per 100 parts of dry mortar material.

Basic mortar Z-2: composition in % by mass: MgO 56%, Cr₂O₃ 27.7%, SiO₂ 3.9%, binding agent as in case of Z-1, proportions: 25 parts of binding agent by mass per 100 parts of dry mortar material.

Silica mortar K-1: fineness below 0,10 mm, including 80% by mass below 0,06 mm, SiO₂ content 93.5%, mixing water at w/s ratio 0.26.

Silica mortar K-2: 95% K-1 mortar + 5% ground clay G-1, fineness below 0.10 mm, processed with water at w/s ratio 0.26.

Silica mortar K-3: composition as K-2, binding agent H₃PO₄ solution of concentration 13.9% by mass, liquid to solid ratio 0.27.

Fired-clay mortar Sz-1: grog PG1 (60% mas.) + 40% clay G-3, fineness below 0.1 mm, binding agent - water glass of concentration 27% by mass, liquid to solid ratio 0.37.

Fired-clay mortar: Sz-2: composition as in case of Sz-1, binding agent (NaPO₃)₆ of concentration 11%, liquid to solid ratio 0.28.

The mortars were used to join the elements cut from the refractory materials of similar composition, it means the magnesite-chromite ones with Z-1 and Z-2, silica ones – K-1, K-2 and K-3, fire-clay ones – Sz-1 and Sz-2.

Zaprawa krzemionkowa K-1: uziarnienie mniejsze od 0,10 mm, w tym 80% masowych mniejszych od 0,06 mm, udział SiO_2 93,5%, zaprawę zarabiano wodą w stosunku 0,26.

Zaprawa krzemionkowa K-2: 95% zaprawy K-1 + 5% gliny mielonej G-1, uziarnienie mniejsze od 0,10 mm, stosunek woda/sucha zaprawa 0,26.

Zaprawa krzemionkowa K-3: skład jak K-2, spoiwo roztwór wodny H_3PO_4 o stężeniu 13,9% mas., stosunek roztworu do suchej zaprawy 0,27.

Zaprawa szamotowa Sz-1: palonka PG1 (60% mas.) + 40% glina G-3, uziarnienie mniejsze od 0,1 mm, spoiwo – wodny roztwór szkła wodnego o stężeniu 27% mas. w stosunku do suchej zaprawy 0,37.

Zaprawa szamotowa: Sz-2: skład jak Sz-1, spoiwo – roztwór wodny $(\text{NaPO}_3)_6$ o stężeniu 11%, stosunek do suchej zaprawy 0,28.

Zaprawami tymi łączono kształtki wycięte z wyrobów o zbliżonym składzie chemicznym, to znaczy magnezjowo-chromitowe zaprawami - Z-1 i Z-2, krzemionkowe – K-1, K-2 i K-3, szamotowe – Sz-1 i Sz-2.

2.1. Metody badań

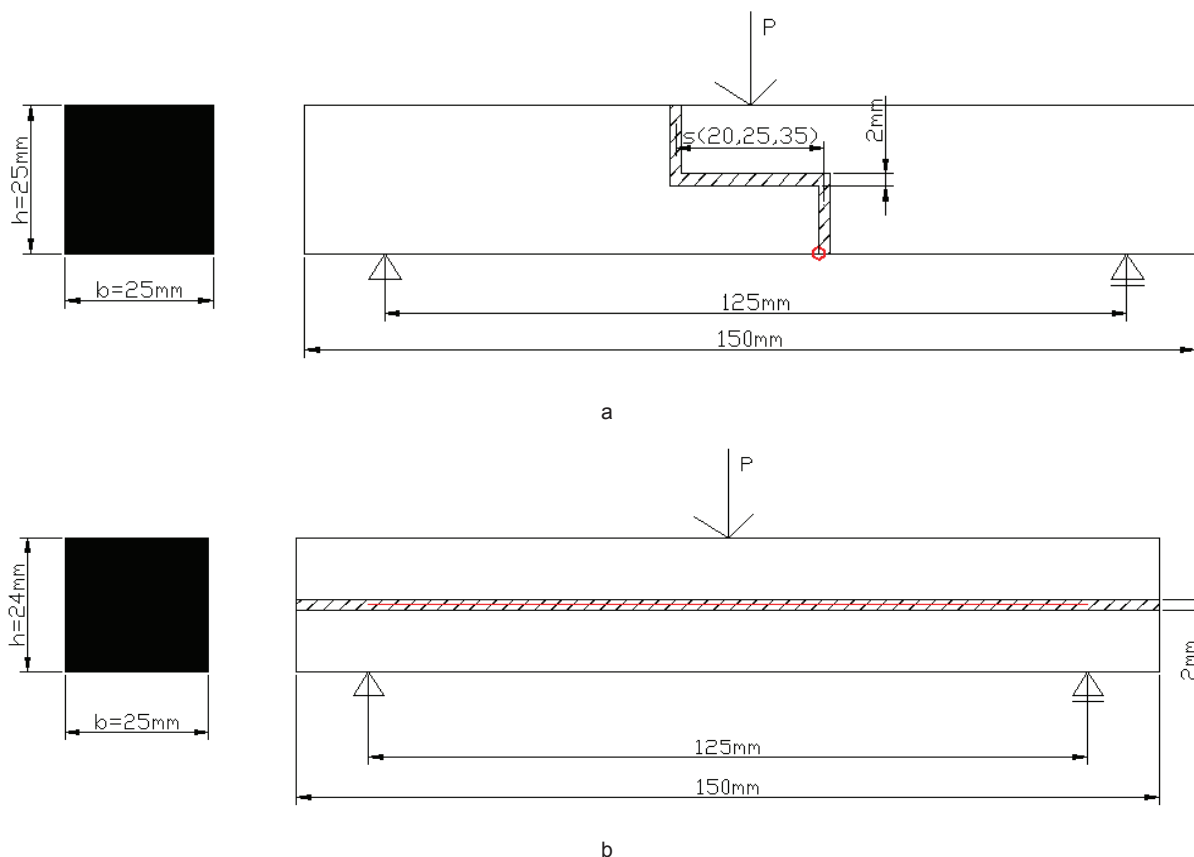
Porowatość otwartą i gęstość pozorną oraz wytrzymałość oznaczano zgodnie z normami: porowatość PN-EN 993-1, wytrzymałość na

2.1. Methods

The open porosity, apparent density and strength were determined according to the relevant standards. Porosity – according to PN-EN 993-1, compressive strength - according to PN-EN 993-5, flexural strength - PN-EN 993-6 and 7 (HMOR – Netzsch device) respectively. The work of cracking was evaluated by the method given in PBT-12-1. Young elasticity modulus was characterized by resonance method given in PBS-5-2 (second edition, RFDA device), Young elasticity modulus by static method – according to (12) from the slope of left branch of force – deformation curve, during the cracking work measurement. The chemical composition was determined by XRF method.

The specimens cut from the refractory materials were joined by the layer of mortar 2 mm thick. The two types of joint shape were produced: a “step” and a “sandwich” one, as it is illustrated in Fig. 1.

The surface of each part was wetted with water and covered with mortar; the excess of the mortar was removed to form the 2 mm thick layer. After sealing the samples were stabilized between the ceramic plates, put on the upper and side surfaces. The samples were subjected to the 24h drying at room temperature and subsequently dried in a dryer at 120 or 150°C for 4h. Finally, they were burnt at assumed temperatures for 4h. After cooling, the samples were put together with the furnace in the HMOR chamber when the



Rys. 1. Połączenie schodkowe (a) i „sandwich” (b)

Fig. 1. “Step” joint (a) and “sandwich” joint (b)

* zwana dalej skrótnie wytrzymałością na zginanie

ściskanie PN-EN 993-5, wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu PN-EN 993-6 i 7 (urządzenie HMOR – Netzsch), pracę pęknięcia metodą podaną w PBT-12-1, moduł Younga, metodą rezonansową - PBS-5-2 wydanie 2, urządzenie RFDA, moduł Younga, metodą statyczną – metodą opisaną w publikacji (12) z nachylenia lewej gałęzi krzywej w układzie siła-odkształcenie przy pomiarze pracy pęknięcia, skład chemiczny – metodą fluorescencji rentgenowskiej.

Z wyrobów wycinano kształtki, które łączono warstwą zaprawy o grubości 2 mm.

Stosowano dwa rodzaje połączeń: schodkowe i „sandwicz”, co przedstawiono na rysunku 1.

Powierzchnię każdej z łączonych części zwilżano wodą, nakładano zaprawę, której nadmiar wyciskano do uzyskania grubości spoiny 2 mm. Po sklejeniu próbki usztywniano kształtkami ceramicznymi z boków i od góry, suszono w temperaturze pokojowej przez 24 godziny, następnie w suszarce w 120 lub 150°C przez 4 godziny i wypalano do zadanej temperatury, przetrzymując w maksymalnej temperaturze przez 4 godziny. Po ochłodzeniu próbki wraz z piecem umieszczano w komorze urządzenia HMOR i zginano w temperaturze wypalania, oznaczając maksymalną siłę zginającą i wytrzymałość na zginanie. Dla części próbek zastosowano inną metodę: próbki wysuszone podgrzewano w urządzeniu HMOR do zadanej temperatury, w której przetrzymywano je przez 2 godziny i oznaczano wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu oraz pracę pęknięcia.

2.2. Stosowane metody obliczeniowe

W przypadku połączenia schodkowego (rysunek 1a) zastosowano metodę elementów skończonych w celu wyznaczenia granicznego naprężenia rozciągającego na dolnej powierzchni zginanej kształtki (9). W przypadku połączenia „sandwicz” metodą elementów skończonych obliczono naprężenie ścinające w osi zginanej belki i porównano z wynikami obliczeń za pomocą wzoru Żurawskiego (10):

$$\tau = \frac{3}{4} \cdot \frac{P}{b \cdot h} \quad [1]$$

gdzie: τ – naprężenie styczne (ścinające) w osi belki, MPa, pozostałe oznaczenia jak na rys. 1.

Różnice między wynikami nie przekraczały 1%.

Zastosowanie wzoru [1] możliwe jest po przyjęciu pewnych założeń upraszczających: belka ze spoiną (rysunek 1b) traktowana jest jako jeden element, a wartość naprężenia stycznego na granicy zaprawa-kształtka bardzo nieznacznie różni się od naprężenia w osi belki.

Podjęto próbę oceny trwałości połączenia wyrobu z zaprawą poprzez porównanie maksymalnych sił zginających belki (lub dwóch jej połówek połączonych zaprawą) i belki składającej się z dwu części o równej grubości (lub rozwarstwowanego połączenia belki i zaprawy).

bending test was performed at burning temperature. The maximum bending force and compressive strength was thus determined. Some samples were subjected to the procedure consisting in heating in HMOR chamber to the assumed temperature, 2h storage at this temperature and subsequent determination of flexural strength with work of cracking.

2.2. Methods of calculation

In the case of joint of the stepped system (Fig. 1a) the method of finite elements was applied to determine the limit tensile stress on the lower surface of sample (9). In case of “sandwich” joint the tensile strength was calculated by the method of finite elements along the axis of the bar; the result was compared with the value obtained from the formula proposed by Żurawski (10):

$$\tau = \frac{3}{4} \cdot \frac{P}{b \cdot h} \quad [1]$$

where: τ = the shear stress along the axis of the bar, MPa, the other notations as in Fig. 1.

The differences between the results did not exceed 1%.

The application of formula [1] is possible at some simplified assumptions: the bar with the joint (Fig. 1b) is taken as one element and the value of shear stress between the mortar and the element only slightly differs from the stress along the axis of the bar.

An attempt of the refractory element – mortar joint durability evaluation was performed through the comparison of maximum bending force of the bar (or the two halves joined with the mortar) with the maximum bending force of the bar composed of two parts with the same thickness (or de-layered joint bar – mortar).

In the first case the maximum value of tensile stress on the lower surface σ_1 can be calculated according to the formula [2]:

$$\sigma_1 = \frac{3}{2} \cdot \frac{P_1 l}{b \cdot h^2} \quad [2]$$

where:

P_1 – bending force operating on the whole bar or on the sample with mortar joint, N

l – distance between the supports, m

b, h – width and thickness of the bar respectively, m

The second case in which there are two parallel half-bars of the same thickness or the bar with de-layered joint is described by the formula [3]:

$$\sigma_2 = 6 \left(1 - \frac{L}{2l} \right) \cdot \frac{P_2 l}{b \cdot h^2} \quad [3]$$

where:

σ_2 – maximum tensile stress, MPa

P_2 – bending force, N

L – total length of the bar, m

Dla pierwszego przypadku wartość maksymalnego naprężenia rozciągającego na dolnej powierzchni belki σ_1 obliczyć można ze wzoru [2]:

$$\sigma_1 = \frac{3}{2} \cdot \frac{P_1 l}{b \cdot h^2} \quad [2]$$

gdzie:

P_1 – siła zginająca całą belkę lub trwale połączoną zaprawą, N

l – odległość między podporami, m

b, h – odpowiednio szerokość i grubość belki, m

Drugi przypadek, w którym są dwie równoległe ułożone połówki belki o równej grubości lub belka z rozwarstwionym połączeniem, opisuje wzór [3]:

$$\sigma_2 = 6 \left(1 - \frac{L}{2l} \right) \cdot \frac{P_2 l}{b \cdot h^2} \quad [3]$$

gdzie:

σ_2 – maksymalne naprężenie rozciągające, MPa

P_2 – siła zginająca, N

L – całkowita długość belki, m

Pozostałe oznaczenia jak we wzorze (2).

Z warunku równości naprężeń σ_1 i σ_2 wynika, co następuje:

$$\frac{P_1}{P_2} = 4 \left(1 - \frac{L}{2l} \right) \quad [4]$$

Po wstawieniu danych z rysunku 1, to znaczy $L = 150$ mm i $l = 125$ mm, stosunek $\frac{P_1}{P_2} = 1.6$ oznacza, że przy takiej samej wartości naprężeń jedna belka lub trwale połączona zaprawą przeniesie siłę 1,6 raza większą niż belka o rozwarstwionym połączeniu „sandwicz”. Wniosek ten jest użyteczny w ocenie trwałości połączeń „sandwicz”.

3. Wyniki badań i dyskusja

3.1. Połączenie schodkowe

Wymiary spoiny schodkowej ustalano doświadczalnie: wykonano po 5 pomiarów wytrzymałości na zginanie kształtek różniących się wymiarem „s” (rysunek 1a; 20, 25 i 30 mm), po wysuszeniu w 150°C i po wypaleniu w 1000°C. Kształtki wycięte z wyrobu MC łączono zaprawą Z-2. Obliczono odchylenie standardowe wytrzymałości na zginanie próbek wysuszonych w 150°C i wypalonych w 1000°C oraz jego stosunek do wartości średniej. Najmniejszą wartość tego stosunku uzyskano dla kształtek o wymiarze $s = 20$ mm: 8% w 150°C i 5,9% w 1000°C. W dalszych badaniach stosowano spoinę o długości odcinka $s = 20$ mm.

Dla połączenia schodkowego zastosowanie metody elementów skończonych w celu wyznaczenia granicznego naprężenia rozciągającego na dolnej powierzchni zginanej kształtki zakończyło się

the other notations as in formula [2].

From the condition of equal values of stresses σ_1 and σ_2 it results that:

$$\frac{P_1}{P_2} = 4 \left(1 - \frac{L}{2l} \right) \quad [4]$$

After the replacement of the data from Fig. 1, that is $L = 150$ mm and $l = 125$ mm, the ratio $\frac{P_1}{P_2} = 1.6$ and it means that at the same stress value the plain bar or the bar joined with the mortar can transfer the force 1.6 times greater than the bar with de-layered “sandwich” joint. This conclusion is usable in assessment the durability of “sandwich” type joints.

3. Results and discussion

3.1. Joint of the stepped system

The dimensions of stepped joint system were experimentally determined in a following way: 5 measurements of flexural strength of samples differing with the parameter “s” (Figs. 1a, 20, 25 and 30 mm) were done; the samples were dried at 150°C and burnt at 1000°C. The samples were cut from the MC material and joined with Z-2 mortar. The standard deviation of flexural strength of these samples was calculated, as well as the standard deviation to the mean strength value ratio. The lowest results were obtained for the samples with $s = 20$ mm: 8% for 150°C and 5.9% for 1000°C. Further studies were carried out for the joint with $s = 20$ mm.

For the joint of the stepped system the application of the method of finite elements in order to determine the limit tensile stress on the lower surface of sample failed. The difficulty results from the discrepancy of stress values when the destruction commences, as the network of finite elements is concentrated. Therefore it is possible only to compare the maximum bending forces at fixed geometry of joint, these forces are the measure of binding capacity.

The results relating to the bending force as a function of temperature for all three types of mortars are presented in Table 2. The samples were dried and burnt at given temperatures.

In order to verify the method of sample preparation the elements cut from MC materials were joined with Z-1 mortar and dried at 120°C. One part of samples was heated for 4h at temperatures in which the strength measurements were performed and cooled with the furnace. Subsequently the samples were re-heated in the HMOR chamber and the work of cracking was determined. The second part of samples, only dried at 120°C, was placed in the HMOR chamber, heated to the assumed temperature and stored during 2h before the determination of F_z and work of cracking. The effect of sample preparation method on the measured properties is given in Table 3.

The properties of basic mortars, considered as ceramic materials, were determined. The 150x20x25 mm bars were produced in

Tablica 2 / Table 2

SIŁA WIĄŻĄCA ZAPRAW W ZALEŻNOŚCI OD TEMPERATURY WYPALANIA; POŁĄCZENIE SCHODKOWE

BINDING FORCE OF MORTARS AS A FUNCTION OF TEMPERATURE; STEP TYPE JOINT

Zaprawa/Mortar		Siła zginająca [da N] w temperaturze pomiaru Bending force as a function of temperature [da N]								
Rodzaj/Type	Symbol Notation	20°C	120°C	300°C	400°C	500°C	700°C	900°C	1000°C	1300°C
krzemionkowa silica	K-1	3,5	6,5	0	-	0	0	0	-	-
	K-2	10,5	9,5	0	-	0	0	0	-	-
	K-3	17,5	11,5	12,3	-	18,0	9,0	9,3	-	-
zasadowa alkaline	Z-1	43,5	46,5	-	51,8	-	31,3	-	16,7	< 1
	Z-2	47,8	52,0	-	45,3	-	31,2	-	11,3	< 1
szamotowa fired-clay	Sz-1	9,0	14,0	-	7,7	-	7,0	-	11,7	4,8
	Sz-2	14,5	13,0	-	13,5	-	25,3	-	19,7	8,0

niew powodzeniem. Powodem trudności jest brak zbieżności wartości naprężeń w punkcie w którym rozpoczyna się zniszczenie, dla coraz gęstszych siatek elementów skończonych. Z tego względu możliwe jest jedynie porównanie maksymalnych sił zginających przy ustalonej geometrii połączenia, będących miarą zdolności wiążącej zapraw.

W tablicy 2 podano wyniki pomiarów oznaczeń siły zginającej w zależności od temperatury dla wszystkich trzech typów badanych zapraw. Próbki uprzednio wysuszono i wypalono w wybranej temperaturze.

W celu sprawdzenia wpływu metody przygotowania próbek zaprawą Z-1 połączono kształtki wycięte z wyrobu MC, wysuszono je w 120°C, a następnie część z nich wygrzano w temperaturach pomiaru wytrzymałości (400, 700, 1000°C) z czterogodzinnym przetrzymaniem w temperaturze maksymalnej, oraz chłodzono je wraz z piecem. W urządzeniu HMOR powtórnie podgrzano próbki do wybranych temperatur i oznaczono pracę pęknięcia. Drugą część próbek, jedynie wysuszonych w 120°C umieszczono w komorze grzewczej urządzenia HMOR, podgrzano do zadanych temperatur (czas przetrzymania 2 godziny), następnie oznaczano F_z i pracę pęknięcia. Porównanie wpływu metody przygotowania próbek na ich właściwości przedstawiono w tablicy 3.

Oznaczono podstawowe właściwości zapraw zasadowych jako tworzywa ceramicznego. Próbki w formie belek o wymiarach

metallic moulds, dried 48h at 20°C, then at 150°C. Subsequently a part of samples was burned at 1000°C (stored for 4h at this temperature). The properties of mortars are presented in Table 4. The flexural strength was measured at 150°C and 1000°C. The elasticity modulus E_r was determined by resonance method.

The results given in Table 2 show that the silica mortars (K-1 and K-2) reveal the binding capacity only at low temperatures. For strengthening of brickwork structure, for example during heating operation, the addition of binding agent, for example the phosphate type one, is needed. However this is not the only solution. The basic mortars (Z-1 and Z-2), significantly differing with the chemical composition, do not reveal special differences when they are examined by this method. In the case of fired-clay mortars, the addition of phosphate binding agent results in better durability than the addition of silicate type binder, as it was proved by the measurements of bending force. However, this is not the only criterion of mortar quality.

As it results from Table 3, the method of sample preparation is of significant importance, however, because of the geometry of stepped joint, the possibility of prolonged heating in the HMOR chamber is limited, as the samples placed on the supports are deformed under their own weight. The properties of basic mortars (Table 4) seem to prove this observation. At temperature of 1000°C the flexural strength of mortars are 1.4 and 0.9 MPa, while during the work of cracking determination at 1000°C the joints collapsed

Tablica 3 / Table 3

ZALEŻNOŚĆ SIŁY ZGINAJĄCEJ (F_z) I PRACY PĘKANIA OD TEMPERATURY I METODY PRZYGOTOWANIA PRÓBEK; POŁĄCZENIE SCHODKOWE

BENDING FORCE (F_z) AND WORK OF CRACKING AS A FUNCTION OF TEMPERATURE AND SAMPLE PREPARATION METHOD; STEP TYPE JOINT

Temperatura Temperature °C	Siła F_z / Force F_z da N	Praca pęknięcia / Work of cracking, J/m ²	
	Próbki po wysuszeniu Samples after drying	Próbki po wysuszeniu Samples after drying	Próbki po wysuszeniu i wypaleniu Samples after drying and burning
120	8,0	9,6	16,8
400	3,0	8,9	19,5
700	5,6	4,5	8,7
1000	4,0	0,0	0,0

Tablica 4 / Table 4

PODSTAWOWE WŁAŚCIWOŚCI ZAPRAW ZASADOWYCH

PROPERTIES OF BASIC MORTARS

Właściwości/Feature	Temperatura/Temperature			
	150°C		1000°C	
	Z-1	Z-2	Z-1	Z-2
Wytrzymałość na zginanie / Flexural strength MPa	1,8	1,2	1,4	0,9
Moduł sprężystości, E_r w20°C / Elasticity modulus, E_r at20°C, GPa	24,1	16,3	26,0	22,4
Gęstość pozorna / Apparent density g/cm ³	2,75	2,67	2,75	2,66
Porowatość otwarta / Open porosity %	24,2	19,9	23,0	22,8

150x20x25 mm przygotowano w formach metalowych, suszono 48 godzin w 20°C, potem w 150°C, a następnie część wypalono w 1000°C, przetrzymując w tej temperaturze przez 4 godziny. Właściwości zapraw przedstawiono w tablicy 4, oznaczając wytrzymałość na zginanie w 150°C i w 1000°C. Moduł sprężystości E_r oznaczano metodą rezonansową.

Wyniki pomiarów zawarte w tablicy 2 wykazują, że zaprawy krzemionkowe (K-1 i K-2) mają właściwości materiału wiążącego jedynie w niskich temperaturach. Jeżeli oczekuje się wzmocnienia konstrukcji obmurza, na przykład w okresie rozgrzewania, niezbędne jest zastosowanie dodatkowego spoiwa, na przykład fosforanowego, chociaż z pewnością nie jest to jedyne rozwiązanie. Zaprawy zasadowe (Z-1 i Z-2), różniące się znacznie składem chemicznym nie wykazują większych różnic właściwości wiążących badanych tą metodą. Pomiar siły zginającej w przypadku połączeń zaprawami szamotowymi świadczą o lepszych właściwościach spoiwa fosforanowego w porównaniu z krzemianowym, oczywiście pod kątem trwałości połączenia. Nie jest to jedyne kryterium oceny zaprawy.

Dane z tablicy 3 wykazują wielkie znaczenie metody przygotowania próbek, jednak najprawdopodobniej geometria połączenia schodkowego znacznie ogranicza możliwość długotrwałego wygrzewania kształtek w komorze urządzenia HMOR, z uwagi na ich usytuowanie na podporach i możliwość odkształcania się pod własnym ciężarem, w trakcie ogrzewania. Właściwości zapraw zasadowych (tablica 4) wydają się potwierdzać ten wniosek, gdyż w 1000°C wytrzymałość na zginanie samych zapraw wynosi 1,4 i 0,9 MPa, podczas gdy przy oznaczaniu pracy pęknięcia w 1000°C połączenia ulegały zniszczeniu już pod ciężarem stempla. Wadą połączenia schodkowego jest konieczność zachowania dużej precyzji przy wycinaniu kształtek, stosunkowo niewielka powierzchnia kontaktu zaprawy z wyrobem (około 11 cm²) oraz, jak na razie, brak możliwości oceny połączenia w oparciu o naprężenia.

3.2. Połączenie „sandwich”

Badania połączenia „sandwich” wykonano wyłącznie z zaprawami zasadowymi, łącząc nimi kształtki wycięte z wyrobu MC (tablica 1) o wymiarach 150x25x11,5 mm, zachowując grubość spoiwy równą 2 mm.

Próbki uprzednio suszono i wygrzewano do temperatur wybranych do pomiarów, następnie chłodzono wraz z piecem i powtórnie

under the load of the punch. The requirement of precise cut at the preparation of refractory elements, relatively small surface of the element – mortar contact (about 11 cm²) and impossibility of stress measurements are up to now disadvantages of the stepped joint.

3.2. “Sandwich” type joint

The examination of “sandwich” type joint was carried out taking into account the basic mortars only. The 150x25x11.5 mm elements cut from the MC material (Table 1) were joined with basic mortar 2 mm layers.

The samples were dried, heated to the assumed temperatures, cooled with the furnace and re-heated to the same temperatures. The flexural strength values as a function of temperature for the samples with Z-1 and Z-2 mortars are presented in Table 5.

As one can conclude from the data presented in Table 5, the greatest differences between the strength of Z-1 and Z-2 mortars are found at low temperatures, that is at 120°C and 400°C.

The relationship given by the formula [1] and [4] can be used in quantitative assessment of the “sandwich” type joint.

Taking into account the notation F_z for the maximum bending force value we can attribute the notations $F_z(MC)$, $F_z(Z-1)$ and $F_z(Z-2)$ to the results obtained for the samples cut from the MC material and samples with sandwich type joints between the elements, glued with the mortars Z-1 and Z-2 respectively. As it can be derived from the formula [4] when the ratio of bending forces $F_z(MC)$ to $F_z(Z-1)$ and $F_z(Z-2)$ is close to 1, the mortar – shaped element joint is strong and durable. The value close to 1,6 or higher is found when the joint is de-layered.

In turn, from the formula [1] one can calculate the shear stress along the axis of the mortar. When the ratio of bending forces is close to 1 it means that the defoliation of joint does not occur and the shear strength is higher than the one calculated from the formula [1]. On the other side when the ratio of bending forces is close to 1.6 it means that the defoliation of joint takes place and the shear strength of joint is lower than the value calculated from the formula [1]. The strength data are presented in Table 6. The symbols of inequality (< and >) are derived from the above analysis. The defoliation (R) is indicated by „+”, the shortage of

ogrzewano do zadanej temperatury. Zależność wytrzymałości na zginanie od temperatury próbek łączonych zaprawami Z-1 i Z-2 przedstawiono w tabelicy 5.

Z danych zamieszczonych w tabelicy 5 wynika, że największe różnice wytrzymałości zapraw Z-1 i Z-2 występują w temperaturach niskich, 120°C i 400°C.

Do ilościowej oceny wytrzymałości połączenia „sandwicz” wykorzystać można zależności określone wzorami [1] i [4].

Oznaczając przez F_z maksymalną siłę zginającą, przypisujemy kolejno symbolom $F_z(MC)$, $F_z(Z-1)$ i $F_z(Z-2)$ wyniki badań pojedynczej belki wyciętej z wyrobu MC, połączeń „sandwicz” zaprawą Z-1 i zaprawą Z-2. Jak wynika ze wzoru [4] stosunek sił zginających $F_z(MC)$ do $F_z(Z-1)$ i $F_z(Z-2)$ bliski jedności świadczy o trwałości połączenia zaprawa-wyrób, a zbliżony do wartości 1,6 (lub większy) – o rozwarstwieniu połączenia.

Z kolei ze wzoru [1] można obliczyć wielkość naprężenia ścinającego w osi warstwy zaprawy. Jeżeli stosunek sił zginających zbliżony jest do wartości 1 to oznacza, że nie nastąpiło rozwarstwienie połączenia, a wytrzymałość połączenia na ścinanie jest większa od obliczonej ze wzoru [1].

Natomiast jeżeli stosunek sił jest bliższy wartości 1,6 to oznacza, że nastąpiło rozwarstwienie połączenia zaprawa – wyrób, a jego wytrzymałość na ścinanie jest mniejsza od obliczonej ze wzoru [1]. Wytrzymałość połączeń podano w tabelicy 6, a znaki nierówności (< i >) wynikają z przeprowadzonej powyżej analizy. Wystąpienie rozwarstwienia (R) opisano znakiem „+”, a jego brak „-”. Literą τ oznaczono naprężenie ścinające w osi warstwy zaprawy, a literą T oszacowaną wytrzymałość na ścinanie połączenia zaprawa – wyrób.

Dane zawarte w tabelicy 6 wyraźnie wskazują na większą wytrzymałość zaprawy Z-2 w stosunku do Z-1, wynikającej z połączenia zaprawa-wyrób.

Tablica 6 / Table 6

WYTRZYMAŁOŚĆ POŁĄCZEŃ „SANDWICZ” W ZALEŻNOŚCI OD TEMPERATURY
STRENGTH OF THE “SANDWICH” TYPE JOINT AS A FUNCTION OF TEMPERATURE

Rodzaj wytrzymałości Strength parameter	Temperatura / Temperature, °C					
	20	120	400	700	1000	1300
$F_z(MC)$, da N	85,0	83,0	76,0	79,9	90,0	72,0
$F_z(Z-1)$, da N	75,0	43,5	45,0	39,5	39,5	31,5
$F_z(MC)/ F_z(Z-1)$	1,13	1,91	1,69	2,02	2,28	2,28
$\tau(Z-1)$, MPa	0,94	0,54	0,56	0,49	0,49	0,39
T(Z-1), MPa	> 0,94	< 0,54	< 0,56	< 0,49	< 0,49	< 0,39
R(Z-1)	-	+	+	+	+	+
$F_z(Z-2)$, da N	83,8	76,2	87,5	50,8	44,0	38,8
$F_z(MC)/ F_z(Z-2)$	1,01	1,09	0,87	1,57	2,04	1,86
$\tau(Z-2)$, MPa	1,05	0,95	1,09	0,63	0,55	0,48
T(Z-2), MPa	> 1,05	> 0,95	> 1,09	< 0,63	< 0,55	< 0,48
R(Z-2)	-	-	-	+	+	+

Tablica 5 / Table 5

ZALEŻNOŚĆ WYTRZYMAŁOŚCI NA ZGINANIE OD TEMPERATURY
PRÓBEK Z WYROBU MC ŁĄCZONYCH ZAPRAWAMI ZASADOWYMI
FLEXURAL STRENGTH AS A FUNCTION OF TEMPERATURE FOR THE
SAMPLES OF MC MATERIAL JOINED WITH BASIC MORTARS

Temperatura Temperature °C	Wytrzymałość na zginanie/Flexural strength, MPa		
	zaprawa/mortar Z-1	zaprawa/mortar Z-2	Wyrób MCV MCV material
20	8,5	9,8	9,7
120	5,0	8,9	9,5
400	5,3	10,2	8,5
700	4,5	5,8	9,2
1000	4,5	5,0	9,4
1300	3,6	4,3	8,2

defoliation by „-” respectively. τ symbol means the shear stress along the axis of the mortar layer; T – the estimated shear strength of the mortar – refractory element joint.

The strength of Z-2 mortar is higher than the strength of Z-1 mortar calculated from the joining data for mortar – element, as it is shown in Table 6.

4. Summary

The results presented in this contribution can be the source of new data concerning the properties of refractory mortars and generally of castables. The examination of joints between the shaped refractory elements and mortars are a challenge because of many requirements dealing with the precision of cut elements dimensioning, regime of mortar preparation and formation of joined assemblage.

The “sandwich” type joint is advantageous opposite to the joint of the stepped system. The contact surface is almost three times greater (37.5 cm² vs. 11 cm²) and the sample preparation proce-

4. Podsumowanie

Wyniki wykonanych badań dostarczają nowych wiadomości o właściwościach nieformowanych materiałów ogniotrwałych, jakimi są zaprawy. Badania połączeń kształtek ogniotrwałych z zaprawami są trudne z uwagi na wymaganą dokładność wymiarów łączonych elementów oraz konieczność ścisłego przestrzegania zasad związanych z przygotowaniem zapraw i wykonaniem połączenia.

Porównanie połączenia schodkowego i „sandwicz” wypadła zdecydowanie na korzyść tego drugiego: ponad trzykrotnie większa powierzchnia kontaktu (37,5 cm² vs. 11 cm²) i łatwiejsze wykonanie próbek. Ponadto bogatszy aparat obliczeniowy możliwy do zastosowania jest także zaletą tego połączenia.

Odnosząc się do strony praktycznej, to jest możliwości wykorzystania uzyskanych wyników, można stwierdzić, że zaprezentowana metoda pozwala na ilościowe porównanie wytrzymałości połączeń zaprawa – wyrób, zarówno w odniesieniu do składu surowcowego, jak i układu wiążącego, co wynika z danych zawartych w tablicy 6, co więcej, także z uwzględnieniem wpływu temperatury. Oczywiście możliwe są do przeprowadzenia doświadczenia, w którym procesy suszenia i wypalania przeprowadza się w komorze urządzenia HMOR. Jest to trudniejsze i kosztowniejsze, nie wpływa jednak na zaprezentowane w artykule kryteria oceny właściwości mechanicznych połączeń.

Wnioski dotyczące stosowanych wyrobów i zapraw zostały poruszone przy omawianiu wyników badań. Pomiary siły zginającej, obliczenia stosunku siły zginającej w przypadku jednej belki i połączenia, wnioski odnośnie do wystąpienia rozwarstwienia połączenia oraz oszacowanie jego wytrzymałości na ścinanie zasługują na wprowadzenie do warsztatu badawczego każdego technologa, dla którego poruszana tu problematyka będzie miała duże znaczenie.

Publikację przygotowano na podstawie wyników pracy nr 2N001S13/2013 pt.: „Opracowanie metody zdolności wiążącej zapraw w wysokich temperaturach” wykonanej przez autorów w ramach działalności statutowej w Oddziale Materiałów Ogniotrwałych Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych.

Literatura / References

1. S. C. Carniglia, G. L. Barna, Handbook of Industrial Refractories Technology: Noyes Publications 1992.
2. Manual: Refractory Materials, Editor: G. Poutschka, Vulkan-Verlag Essen 1997.
3. Refractories Handbook Publisher: The Technical Association of Refractories, Japan, Tokyo 1998.
4. H. J. Koschlig, W. Sieweke, Silica mortar for coke ovens – effect in brickwork, composition and properties, UNITERC CONGRESS'91, XXXIV Int. Coll. on Refractories, p. 318-320, Aachen 1991.
5. Annual Book of ASTM Standards, Standard test method for pier test for refractory mortars, Design. C 199-84 (reapproved 2000).

ture is easier. This joint can be processed according to the much sophisticated mathematical approach.

From the practical point of view, that is the possibility of application of results; one can conclude that the proposed method gives the possibility to compare quantitatively the strength of mortar – element joints in terms of the composition of materials and temperature (see Table 6). Obviously, the drying and burning experiments should be done in the HMOR chamber. This creates some difficulties, however it does not affect the criteria relating to the mechanical properties.

The conclusions relating to the applicability of shaped elements and mortars are included in the discussion. The measurements of bending force, the calculations of bending forces ratio in case of the bar and the joint, investigations aimed in detection of defoliation, estimation of shear stress should be incorporated to the scientific activity of specialists working in the field of materials being the subject of this report.

This report is based upon the results of the project nr 2N001S13/2013 titled.: „The research of the methods of high temperature mortars binding capacity examination”, performed as a tutorial activity in Refractory Department of the Institute of Ceramics and Building Materials.

6. J. Wojsa, *Zasadowe materiały ogniotrwałe nieformowane*, s. 68-76, Wyd. ISCMOIB, Gliwice 2009.
7. Praca zbiorowa, *Ogneupory – Technologie stroitelstwa i remonta pieczej* (tłumacz. z j. japońskiego). Wyd. Metałurgija, Moskwa 1980.
8. J. Wojsa, B. Lipowska, *Sprawozdanie ISCMOIB nr 3634/300912/BS/2009, Wpływ temperatury na zdolność wiążącą zapraw krzemionkowych stosowanych w koksochemii*.
9. O. C. Sienkiewicz, R. L. Taylor, *Finite Element Method (5th Edition)*, vol. 1. The Basis. Elsevier 2000.
10. A. Gawęcki, *Mechanika Materiałów i Konstrukcji Prętowych*, IKB Alma Mater 2003.
11. J. Wojsa, *High temperature properties of the system: pure magnesite materials – refractory mortars*, Stahl u Eisen, Sp. 1993 p. 98-101, Int. Coll. on Refractories, Aachen 1993.
12. J. Wojsa, J. Podwórny, R. Suwak, *Thermal shock resistance of magnesia-chrome refractories – experimental and criterial evaluation*, Ceramics Int., **39**, 2, 1-10 (2013).
13. J. Brulin, E. Blond, E. de Bilbao, A. Rekik, M. Landreau, A. Gasser, Y. Colleville, *Experimental set-up for mortar/brick interface strength characterization at high temperature*, p. 90 (2-A-17), UNITECR Congress, Kyoto, Japan 2011.