

ICS 81.080
Q 40

中华人民共和国国家标准

GB/T 17732—1999

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 10060:1993《致密定形耐火制品—含炭制品试验方法》。在下列章条中略有改变:

- 5.2 (删除“要炭化的水敏性材料,不得与水接触”和“例如对未热处理的白云石”);
- 6.1.3 将图 1 中热电偶的端点由炭化盒的底部改在中心;
- 6.2 增加不同情况下热电偶的插入方式;
- 7.3.1 将测定残存炭含量用的化学分析法明确为 GB/T 13245—1991《含碳耐火材料化学分析方法 燃烧重量法测定总碳量》;
- 7.3.3 增加残存炭含量的仲裁试验规定;
- 8.1.2 将使用水的试验,由“30 min 完成”改为“连续进行,不得中断”。

本标准由中华人民共和国原冶金工业部提出。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:原冶金工业部洛阳耐火材料研究院。

本标准主要起草人:曲学斌。

本标准 1999 年 4 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准团体(ISO 成员团体)的一个世界性联合会。制定国际标准的工作通常由 ISO 的各技术委员会进行。各成员团体若对某技术委员会确立的项目感兴趣,均有权参加该委员会的工作。与 ISO 有联系的各国际组织(官方或非官方的),也可参加有关工作。ISO 在电工技术标准化的各个方面,与国际电工委员会(IEC)密切合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,提交各成员团体表决,至少获得参加表决的成员团体 75%的赞成票,才能作为国际标准发布。

国际标准 ISO 10060 是由 ISO/TC 33 国际标准化组织耐火材料技术委员会制定的。

1 范围

本标准规定了含残存炭(见 7.3)、其余主要组分是烧结或电熔的白云石、镁砂或其混合物的耐火制品的试验方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2997—1982 致密定形耐火制品显气孔率、吸水率、体积密度和真气孔率试验方法

GB/T 3000—1982 耐火制品透气度试验方法

GB/T 3001—1982 耐火制品常温抗折强度试验方法

GB/T 5072.1—1998 致密定形耐火制品常温耐压强度试验方法 无衬垫仲裁试验

GB/T 13245—1991 含碳耐火材料化学分析方法 燃烧重量法测定总碳量

3 定义

本标准使用下列定义:

3.1 沥青结合耐火制品 pitch-bonded refractory

用级配料和沥青的混合料压制的一种不烧耐火制品。

注 1: 术语“焦油”可代替“沥青”。

3.2 沥青结合热处理耐火制品 pitch-bonded tempered refractory

经 800℃ 以下热处理过的一种沥青结合的耐火制品。

3.3 树脂结合耐火制品 resin-bonded refractory

用级配料和树脂的混合料压制的一种不烧耐火制品。

3.4 树脂结合热处理耐火制品 resin-bonded tempered refractory

经 800℃ 以下热处理过的一种树脂结合的耐火制品。

3.5 沥青浸渍耐火制品 pitch-impregnated refractory

成型后用液态沥青浸渍的一种耐火制品。这种制品可以是烧成制品,也可以是不烧制品。

3.6 炭化 carbonization

从沥青(焦油)、树脂之类的含炭材料结合或浸渍的耐火材料试样中,除去挥发分以保留其残存炭的过程。

3.7 抗氧化剂 anti-oxidant

为改善不烧的含炭制品的抗氧化性,向其中所加入的金属元素或其他物质。

4 原理

测定含炭制品炭化前、后的物理性能。

5 试样

5.1 尺寸

试样尺寸应按每一单项试验方法的规定。

注2：试验异型制品时，可能无法制取尺寸合适的试样。在这种情况下，试样尺寸的任何变化，均应使其体积或几何形状与规定的类似，并在试验报告中注明。

5.2 试样的制备

试样应从试验砖上平行其压制方向切取或钻取。

注3：含石墨和炭的材料可呈现明显的各向异性。为充分表征其特性，也可在直角处分别切取能表示三个轴向性能的试样。

用湿法切取或钻取的试样，应立即用吹风机或鼓风干燥箱，干燥至恒量。

注4：对有可能软化或挥发分挥发的耐火材料，例如沥青结合耐火材料，其干燥温度不应高于40℃。

要在常温下试验的水敏性材料，只有在与水接触30 min内不出现水化的情况下，才可用湿法制样，且与水接触不得超过30 min；如果不满足这些条件，应干加工或使用不与材料反应的液体。

6 炭化

某些含炭耐火材料，包括在第3章中所定义的各类耐火材料，含有挥发分，要测定其炭化性能（见第7章）和某些炭化后的物理性能（见8.2），需要进行炭化。

6.1 设备

6.1.1 试验炉，电炉或燃气炉，能容纳炭化盒（6.1.3），并且，在1 000℃保温时，其热容量可使炭化盒中心的温度在3 h内由室温升至980℃。保证试验炉通风适当。

6.1.2 天平，精确到0.2 g。

6.1.3 炭化盒和盖，用3 mm厚的并适于在1 000℃使用的耐热钢制成。其设计及其最小尺寸应如图1所示。在盖上或在盒的一端应有一个中心孔，以插入带保护管的热电偶（6.1.4）。在盖上还应有一个直径3 mm的出烟孔，为避免气流引起氧化，仅开此一个出烟孔。

注5：当盒和盖变形时或在氧化气氛下使用时，盒里的炭粒和试样可能出现氧化。在这种情况下，建议密封盒子，例如，用气硬性火泥密封或用炭粒将盖连续砂封。当采用密封时，不再需要出烟孔。

6.1.4 带保护管的热电偶，适于测量到1 000℃。

6.1.5 干燥器，装有硅胶或五氧化二磷。

6.1.6 冶金焦炭，粒度0.5~2 mm，使用前在炭化盒中于1 000℃±10℃预烧2 h，然后贮存于干燥条件下。

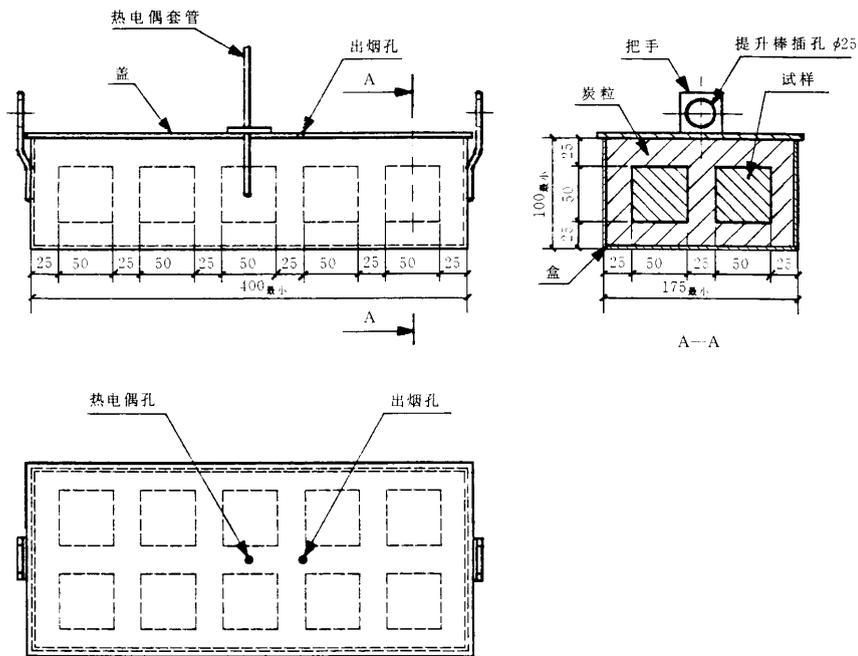


图 1 炭化盒和盖(以边长 50 mm 立方体试样为例)

6.2 装炭化盒

在炭化盒(6.1.3)的底部,铺一层 25 mm 厚的焦炭粒(6.1.6)。当需要测定炭化性能(见第 7 章)时,称量每一试样,精确到 0.2 g,试样质量为 m_1 。

将试样放在焦炭层上,其间的距离和与盒壁间的距离均相等,至少 25 mm(见图 1)。需要时,可用与试样尺寸(见 5.2)相同,化学组成类似的其他试样插空,以使试样间距相等。向盒内倒入焦炭粒,使试样上表面埋入的深度至少为 25 mm。

将盖放在盒上,如图 1 所示。插入热电偶(6.1.4),使其热端位于盒的中心。如热电偶孔在盒的一端,则横向插入;如在盖上,则在炭化盒入炉(见 6.3)后自炉顶孔竖向插入。

6.3 炭化程序

将试验炉(6.1.1)加热到 $1\ 000\text{ C} \pm 10\text{ C}$,保温 2 h。在 $1\ 000\text{ C} \pm 10\text{ C}$ 保持炉温的同时,将装毕的炭化盒放进高温炉内。然后,注意盒中热电偶显示的温度达到 980 C (见 6.1.1)的时间,从这时起,在 $1\ 000\text{ C} \pm 10\text{ C}$ 保持炉温 2 h。

从高温炉内取出炭化盒,自然冷却到约 100 C ,将试样移入干燥器(6.1.5),冷却到室温,除去粘在表面上的炭粒。如需要,称量每一试样,精确到 0.2 g(见 6.2),记作炭化后的试样质量 m_2 。

7 炭化性能的测定

7.1 试样

测定 7.2~7.4 所列炭化性能用的试样,应是边长 $50\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ 的立方体或直径与高均为 $50\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ 的圆柱体。

7.2 炭化质量损失

炭化质量损失(CML),是试样炭化损失的质量与其原始质量之比,以百分数表示,按式(1)计算:

$$CML = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： m_1 ——试样原始质量，g；
 m_2 ——试样炭化后的质量，g。

7.3 残存炭含量

残存炭含量(RC)，是炭化后试样中炭的百分含量。按下列方法测定。

7.3.1 化学分析法

将炭化后的试样磨细后，按照 GB/T 13245 测定残存炭含量。

注 6：也可用适宜的其他化学分析方法测定。

7.3.2 烧失法

本方法仅适用于不含下列任一成分的制品：

- a) 抗氧化剂；
- b) 氧化铁大于 1.5%；
- c) 与大气反应的材料(如游离氧化钙)。

再次称量炭化后的试样质量(m_2)，将其放在称量过的干燥的瓷坩埚或粘土坩埚里。把坩埚放进上述炉(见 6.1.1)或其他尺寸合适的炉内，加热到 1 000℃。

注 7：最高升温速率应是 250℃/h。

向炉内通入空气，以保持氧化气氛。保温至少 12 h。坩埚随炉冷却，然后移入干燥器，冷却至室温。从干燥器内取出坩埚再次称量，精确到 0.2 g。减去坩埚的质量，得试样灼烧后的质量 m_3 。

重复上列程序，直至达到恒量。

注 8：恒量通常在 12 h 后达到。

用烧失法测定的残存炭含量(RC)，是炭化后试样灼烧前后质量差与其灼烧前质量之比，以百分数表示，按式(2)计算：

$$RC = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_2 ——试样炭化后的质量，g；
 m_3 ——试样灼烧后的质量，g。

7.3.3 仲裁试验用 GB/T 13245 规定的化学分析法。

7.3.4 报告

试验报告(第 9 章)应指出所采用的程序(是 7.3.1 还是 7.3.2)。

7.4 炭收得率

炭收得率(CY)，是炭化后试样灼烧前、后的质量差与原始试样灼烧前、后的质量差之比，以百分数表示，按式(3)计算：

$$CY = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——试样原始质量，g；
 m_2 ——试样炭化后的质量，g；
 m_3 ——试样灼烧后的质量，g。

注 9：该测定对含有抗氧化剂或氧化铁大于 1.5%的材料不适用。

8 物理试验

8.1 原始试样的试验

8.1.1 试样的制备

按 8.1.2~8.1.8 试验所需的试样尺寸制样(见 5.2)。

8.1.2 体积密度和显气孔率的测定

体积密度和显气孔率按 GB/T 2997 测定。

如试样含有游离氧化钙,可使用不溶解沥青的一种适用的有机液体,也可使用水。如使用水,试验应连续进行,不得中断。

注 10: 当用水测定体积密度和显气孔率时,若试样中含有抗氧化剂,并且这些抗氧化剂能反应生成易水化的炭化物,则这些试样不可用来做进一步的试验(例如强度试验)。

8.1.3 几何体积密度的测定

代替 8.1.2 的另一方法,体积密度可由质量和尺寸度量。

称量定形制品或其至少一维尺寸大于 100 mm 的任一适当试样的质量,精确到 0.2%。

测量大于 250 mm 的尺寸,使用钢卷尺;测量小于 250 mm 的尺寸,使用卡尺。对长度、宽度和厚度各测量两次。对宽度和厚度,在砖的内、外侧分别测量,测量时卡尺距棱边不得大于 10 mm,以免锥度引起的误差。为避免因砖不规整可能得到错误的测量结果,在其整个长度范围内的扭曲大于 2 mm 的砖,不可用于测定体积密度。

8.1.4 常温耐压强度的测定

常温耐压强度按 GB/T 5072.1 测定。对沥青结合试样,应在 $22\text{ C} \pm 2\text{ C}$ 保存,并尽可能在接近这个温度下试验,还应报告试验温度。

8.1.5 常温抗折强度的测定

常温抗折强度按 GB/T 3001 测定,用尺寸为 $(125 \sim 130)\text{ mm} \times (25 \pm 2)\text{ mm} \times (25 \pm 2)\text{ mm}$ 的试样。对沥青结合试样,应用 8.1.4 的温度条件。

8.1.6 灼烧质量变化的测定

称量原始试样的质量,精确到 0.2 g。

按照 8.3 除去试样中全部的炭。

称量灼烧后试样的质量,精确到 0.2 g。

灼烧质量变化(CMI),是原始试样灼烧前后的质量差与灼烧前质量之比,以百分数表示,按式(4)计算:

$$CMI = \frac{m_1 - m_3}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——试样原始质量, g;

m_3 ——试样灼烧后的质量, g。

注 11: 该项试验对含抗氧化剂的制品意义不大。

8.2 炭化后试样的试验

注 12: 这些试验在炭化程序(6.3)完成后进行。

8.2.1 试样的制备

按 8.2.2 试验所需的试样尺寸(见 5.1)制样,并按第 6 章规定的程序炭化。

8.2.2 常温性能

体积密度、显气孔率、常温耐压强度和常温抗折强度,按 8.1 规定的方法测定。透气度按 GB/T 3000 测定。

如试验材料含有抗氧化剂,应在试样炭化后立即进行试验,以免与空气中的潮气反应。

注

13 当用水测定体积密度和显气孔率时,若试样中含有抗氧化剂,并且这些抗氧化剂能反应生成易水化的炭化物,则这些试样不可用来做进一步的试验(例如强度试验)。

14 对含有能反应生成易水化的炭化物的抗氧化剂的试样,其体积密度和显气孔率的测定,用非水液体可能是需要的。

8.3 除去总炭后试样的试验

沥青浸渍的烧成耐火制品(3.5),除去总炭后可进行试验。

从试样(见第5章)中除炭,将其在氧化气氛中以最高升温速率 250 C/h,加热至 1 000 C \pm 10 C,保温至少 12 h 或直至恒量。

注 15: 对较大的试样,最高升温速率 60 C/h 合适。

对除炭后的试样,随即可用致密定形耐火制品试验方法进行试验。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 试验单位;
 - b) 试验日期;
 - c) 所采用的本标准编号;
 - d) 所采用的试验程序(见 7.3.4 和 8.1.3);
 - e) 试验砖的名称、标志(送样单位、类型、形状等);
 - f) 试验砖的数量;
 - g) 试样尺寸的变化(见 5.1);
 - h) 制样和试验中,除水以外所用的液体;
 - i) 所进行的每项试验的结果,需要时包括试验温度。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
致密定形含炭耐火制品试验方法

GB/T 17732—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字

1999 年 7 月第一版 1999 年 7 月第一次印刷

印数 1—1 200

*

书号: 155066·1-15980 定价 10.00 元

*

标 目 379—43



GB/T 17732-1999