



中华人民共和国国家标准

GB/T 17732—2008
代替 GB/T 17732—1999, GB/T 13244—1991

致密定形含碳耐火制品试验方法

Dense, shaped refractory products—
Test methods for products containing carbon

(ISO 10060:1993, MOD)

2008-06-03 发布

2008-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
致密定形含碳耐火制品试验方法
GB/T 17732—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32813 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

371-2
4



GB/T 17732-2008

前 言

本标准修改采用 ISO 10060:1993《致密定形耐火制品——含碳制品试验方法》(英文)。

本标准修改采用 ISO 10060:1993 时作了一些改变,在附录 A 中给出了本标准章条编号与 ISO 标准章条编号的对照一览表,在附录 B 中给出了本标准与 ISO 标准的技术性差异及其原因一览表。有关技术性差异已在标准所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。本标准与 ISO 10060:1993 的主要差异如下:

- 删除了范围中对含碳耐火制品的限制词,扩展了适用范围;
- 引用标准改为与 ISO 标准相应的我国标准;
- 定义增加了“抗氧化性”词条;
- 规定残碳量直接测定法(化学分析法)为仲裁试验法;
- 在 8.1.6 增加了公式(4);
- 增加了“抗氧化性试验”一章;
- 对 ISO 标准条文的注,按照 GB/T 1.1—2000 的要求作了编辑性修改,删去了原来的编号,有的还直接写入了条文。

本标准代替 GB/T 17732—1999《致密定形含炭耐火制品试验方法》和 GB/T 13244—1991《含碳耐火材料抗氧化性试验方法》。

本标准与 GB/T 17732—1999 相比主要差异如下:

- 定义中增加“抗氧化性”词条;
- 残碳量的化学分析方法改用 GB/T 16555;
- 将 GB/T 13244—1991 的抗氧化性试验内容纳入。

本标准附录 A 和附录 B 是资料性附录。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司。

本标准主要起草人:杜文忠、彭西高、王玉霞。

本标准所代替标准版本的历次发布情况:

- GB/T 17732—1999;
- GB/T 13244—1991。

致密定形含碳耐火制品试验方法

1 范围

本标准规定了含碳耐火制品的试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2997 致密定形耐火制品体积密度、显气孔率和真气孔率试验方法(GB/T 2997—2000, eqv ISO 5017:1998)

GB/T 3000 耐火制品透气度试验方法(GB/T 3000—1999, eqv ISO 8841:1991)

GB/T 3001 耐火制品常温抗折强度试验方法(GB/T 3001—2007, ISO 5014:1997, MOD)

GB/T 5072 耐火材料 常温耐压强度试验方法(GB/T 5072—2008, ISO 8895:2004, ISO 10059-1:1992 & ISO 10059-2:2003, MOD)

GB/T 16555 含碳、碳化硅、氮化物耐火材料化学分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

沥青结合耐火制品 **pitch-bonded refractory**

一种用颗粒级配料和沥青的混合物压制的不烧耐火制品。

注:可用“焦油”代替“沥青”。

3.2

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

一种沥青结合的、不超过 800℃热处理的耐火制品。

3.3

树脂结合耐火制品 **resin-bonded refractory**

一种用颗粒级配料和树脂的混合物压制的不烧耐火制品。

3.4

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

一种树脂结合的、不超过 800℃热处理的耐火制品。

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 3.1~3.4 定义的含碳制品。

3.6

碳化 **carbonization**

从沥青(焦油)、树脂等含碳材料结合或浸渍制成的耐火材料试样中,除去挥发分并获得残存碳的过程。

3.7

抗氧化剂 anti-oxidant

向 3.1~3.4 定义的含碳制品中所加入的金属元素或其他物质,以提高制品的抗氧化能力。

3.8

抗氧化性 anti-oxidability

规定尺寸的试样在高温和氧化气氛中抵抗氧化的能力。

4 原理

含碳制品用碳化的方法除去挥发分,测定碳化前、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:试验异型制品时,可能无法制取尺寸合适的试样。在此种情况下,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1:含石墨和碳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2:对有可能软化或含有挥发分的耐火材料,例如沥青结合耐火材料,其干燥温度不应高于 40℃。

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。如果不满足这些条件,应干法制样或使用不与材料反应的液体。

6 除去挥发分

6.1 说明

某些含碳耐火制品,包括第 3 章所定义的各类耐火材料,含有挥发分,要测定其碳化性能(见第 7 章)和某些碳化后的物理性能(见 8.2),需要进行碳化。

6.2 设备

6.2.1 试验炉,电炉或燃气炉,能容纳碳化盒(6.2.3),并且在 1 000℃保温时,其热容量可使碳化盒中心的温度在 3 h 内由室温升至 980℃。保证试验炉通风顺畅。

6.2.2 天平,分度值 0.2 g。

6.2.3 碳化盒和盖,用 3 mm 厚并适于在 1 000℃使用的耐热钢制成。其形状及最小尺寸如图 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(6.2.4)。在盖上还应有一个直径 3 mm 的出烟孔,且仅开一个出烟孔以避免产生气流引起氧化。

注:当盒和盖变形或在氧化气氛下使用时,盒里的炭粒和试样可能发生氧化反应。在这种情况下,建议密封盒子,如用气硬性火泥密封或将盒盖连续砂封。当采用密封时,不再需要出烟孔。

6.2.4 带保护管的热电偶,适于测量到 1 000℃。

6.2.5 干燥器,装有硅胶或五氧化二磷。

6.2.6 冶金焦炭,粒度 0.5 mm~2 mm。使用前在碳化盒中于 1 000℃±10℃预烧 2 h,然后在干燥条件下贮存备用。

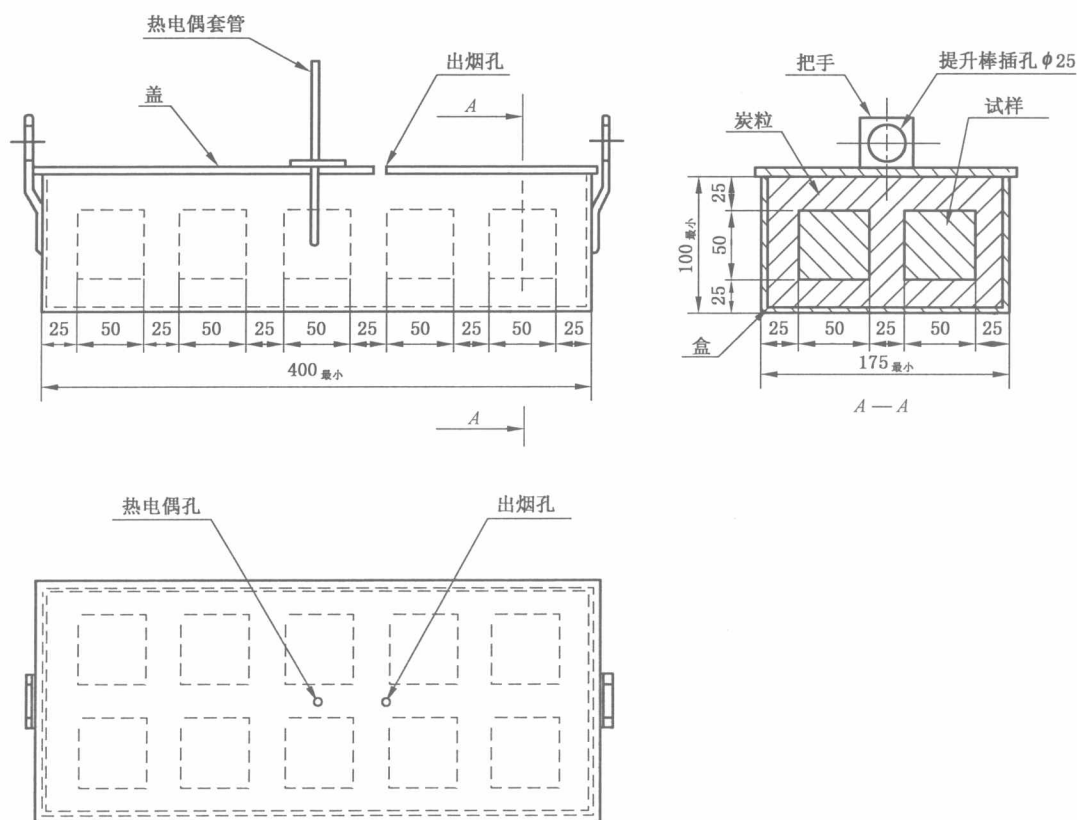


图1 碳化盒和盖(以边长 50 mm 立方体试样为例)

6.3 装碳化盒

在碳化盒(6.2.3)的底部,铺一层 25 mm 厚的冶金焦炭(6.2.6)。

测定碳化性能时(见第7章),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,试样之间和试样与盒壁之间的距离应相等,至少 25 mm (见图1)。需要时,可用与试样尺寸相同、化学成分类似的其他样块填充空位,以使试样间距相等。向盒内倒入冶金焦炭(6.2.6),使试样上表面埋入的深度至少为 25 mm。

将盖子盖在盒上,如图1所示。插入热电偶(6.2.4),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,则在碳化盒入炉(见6.4)后自炉顶孔竖向插入。

6.4 碳化程序

将试验炉(6.2.1)加热到 $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,并保温,同时将装好试样及冶金焦炭粒的碳化盒(6.2.3)放进试验炉内。然后,记录盒中热电偶显示的温度达到 980°C (见6.2.1)的时间,从这时起在 $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 保温 2 h。

从高温炉内取出碳化盒,自然冷却到约 100°C 。将试样移入干燥器(6.2.5),冷却到室温,除去粘在试样表面的炭粒。如需要,称量每一试样,精确到 0.2 g (见6.3),碳化后的试样质量记为 m_2 。

7 碳化性能的测定

7.1 试样

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

7.2 碳化质量损失

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

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

式中:

m_1 ——试样原始质量(见 6.3),单位为克(g);

m_2 ——试样碳化后的质量(见 6.4),单位为克(g)。

7.3 残碳含量的测定

7.3.1 直接测定法(化学分析法)

将碳化后的试样磨细后,取适量的样品按照 GB/T 16555 测定游离碳的方法测定残存碳含量。本方法为仲裁试验法。

注:通常的分析方法是库仑滴定法和红外法测定在氧气流中燃烧生成的二氧化碳量。也可用其他适宜的化学分析方法测定残碳含量。

7.3.2 烧失法

本方法仅适用于不含下列任一项成分的制品:

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

再次称量碳化后的试样质量(m_2),将其放在称量过的干燥的瓷坩埚或粘土坩埚里。把坩埚放进试验炉(见 6.2.1)内或其他合适尺寸的加热炉内,以不超过 250℃/h 的升温速率加热到 1 000℃。

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,然后把坩埚移入干燥器中,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 。

重复上述程序,直至达到恒量。

注:通常在 12 h 后达到恒量。

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

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

式中:

m_2 ——试样碳化后的质量(见 6.4),单位为克(g);

m_3 ——试样灼烧后的质量,单位为克(g)。

7.3.3 报告

试验报告(第 10 章)应指明所采用的方法(7.3.1 或 7.3.2)。

7.4 碳回收率

碳回收率(CY),是试样碳化后灼烧前、后的质量差与试样原始质量和灼烧后质量之差的比值,按式(3)计算,数值以 % 表示:

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

式中:

m_1 ——试样原始质量(见 6.3),单位为克(g);

m_2 ——试样碳化后的质量(见 6.4),单位为克(g);

m_3 ——试样灼烧后的质量(见 7.3.2),单位为克(g)。

注:本方法不适用于含有抗氧化剂或氧化铁大于 1.5% 的材料。

8 物理试验

8.1 原始试样的试验

8.1.1 试样的制备

进行 8.1.2~8.1.8 试验,所需尺寸的试样制备见 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的试验按 GB/T 2997 进行。

如试样含有游离石灰,可使用不溶解沥青的、合适的有机液体。如使用水试验应在 30 min 内完成。

注: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碳化物,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

可用测量试样质量和尺寸的方法代替 8.1.2 体积密度的测定。

称量定形制品的质量,精确到 0.2%,其中至少一维尺寸大于 100 mm。

大于 250 mm 的尺寸,用一个直角尺靠在试样的边上,使用钢卷尺测量;小于 250 mm 的尺寸,使用卡尺测量。对长度、宽度和厚度各测量 2 次。对宽度和厚度,在砖的两侧分别测量,测量时卡尺的卡脚距棱边不应大于 10 mm,以免锥度引起测量误差。为避免因砖不规整可能得到不准确的测量结果,在其长度范围内扭曲大于 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

常温耐压强度试验按 GB/T 5072 进行。对沥青结合试样,应在 $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 存放,并尽可能在接近这个温度下试验,试验温度还应在报告中注明。

8.1.5 常温抗折强度的测定

常温抗折强度试验按 GB/T 3001 进行,试样尺寸为 $150\text{ mm} \times 25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 。

对沥青结合试样,按 8.1.4 要求的温度进行。

8.1.6 灼烧质量变化的测定

按 8.3 将试样中的碳全部除去。根据试样灼烧前、后的质量差与原始质量(8.1.3 测定)之比计算灼烧质量变化(CMI),按式(4)计算,以百分数表示:

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

式中:

m_1 ——试样原始质量(见 8.1.3),单位为克(g);

m_3 ——试样灼烧后的质量,单位为克(g)。

注:该项试验对含有抗氧化剂的制品意义不大。

8.2 碳化后试样的试验

这些试验在碳化程序(6.4)完成后进行。

8.2.1 试样的制备

进行 8.2.2 的试验,所需尺寸的试样制备见第 5 章,并按第 6 章规定的程序碳化。

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的试验按 8.1 的规定进行。透气度的试验按 GB/T 3000 进行。

如试验材料含有抗氧化剂,应在试样碳化后立即进行试验。以免与空气中的水分反应。

注 1: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碳化物,则这些试样不可用来做进一步的试验(例如强度试验)。

注 2:对含有能反应生成易水化的碳化物的抗氧化剂的试样,可能需要用非水液体测定其体积密度和显气孔率。

8.3 除碳后试样的试验

沥青浸渍的烧成耐火制品(3.5),应除去全部的碳后再进行试验。

将试样(见第5章)以250℃/h的最高升温速率在氧化气氛中加热至1000℃±10℃,保温至少12 h或至恒量进行除碳。

注:对较大的试样,合适的最高升温速率为60℃/h。

除碳后的试样,随即可用致密定形耐火制品试验方法进行试验。

9 抗氧化性试验

9.1 原理

将试样置于炉内,在氧化气氛中按规定的加热速率加热至试验温度,并在该温度下保持一定时间,冷却至室温后将试样切成两半,测量其脱碳层的厚度。

9.2 设备

9.2.1 试验炉,应能以规定的加热速率(见9.4.4)将规定尺寸的试样(见9.3.2)加热至试验温度(见9.4.3),并保持一定的时间,其均温区的最大温度偏差不应大于10℃。

9.2.2 鼓风装置,应满足9.4.2的规定。

9.2.3 转子流量计,介质为空气,量程1 L/min~10 L/min。

9.2.4 氧化铝管,其长度应满足9.4.2的规定。

9.2.5 游标卡尺,分度值0.05 mm。

9.3 试样

9.3.1 数量

每组试样应为2个。

9.3.2 形状和尺寸

试样为边长50 mm±2 mm的立方体或直径与高度均为50 mm±2 mm的圆柱体。对厚度小于50 mm的制品,以其厚度作为立方体试样的一维尺寸或圆柱体试样的高,并应在试验报告中注明。

9.3.3 制备

每组试样应在同一块制品上制取。

如果已知制品的成型压制方向,则应在制取的试样上作出标记。

试样如湿切,应在40℃以下的鼓风干燥箱内干燥至恒量,试样在潮湿状态下存放不应超过30 min。

9.4 试验程序

9.4.1 将试样放在约30 mm厚的镁质垫片上,压制面向上(如果已知),置于炉内均温区。试样不得叠放。试样之间、试样与炉壁之间的距离均不应小于50 mm。热电偶的端点应位于两试样之间。

9.4.2 将鼓风装置、流量计、氧化铝管依次相连。将氧化铝管从炉门上的预留孔水平插入炉内距炉壁约5 mm处。从供电开始,以4 L/min的流量向炉内通空气。

9.4.3 试验温度应由有关方面商定,推荐1400℃。

9.4.4 按表1所列的升温速率将试样加热至试验温度。

表1 升温速率

温度范围	升温速率
室温~1000℃	8℃/min~10℃/min
1000℃~试验温度(1400℃)	4℃/min

9.4.5 保温时间应由有关方面商定,推荐2 h。保温时温度波动不应超过±5℃。

9.4.6 保温结束,停止供电并停止通空气。试样随炉冷却至约100℃取出,置于干燥器中冷却。

9.4.7 沿立方体(或圆柱体)试样轴线方向将试样切成两半,然后用游标卡尺,分别于试样切面每边的

中点,测量脱碳层(包括变色层)厚度。

9.5 结果计算

9.5.1 按式(5)计算每个试样的脱碳层厚度 L ,保留 1 位小数。

$$L = \frac{(l_1 + l_2 + l_3 + l_4) + (l'_1 + l'_2 + l'_3 + l'_4)}{8} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

l_1, l_2, l_3, l_4 ——半个试样切面四边测量的脱碳层厚度,单位为毫米(mm);

l'_1, l'_2, l'_3, l'_4 ——另一半试样切面四边测量的脱碳层厚度,单位为毫米(mm)。

9.5.2 试验制品的抗氧化性,以两块试样脱碳层厚度的平均值表示。

10 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) 试验人员;
- d) 所采用的本标准编号;
- e) 所采用的试验程序;
- f) 试验砖的名称、标记(送样单位、类别、形状等);
- g) 试验砖的数量;
- h) 制样和试验中,除水以外所用的液体;
- i) 试样尺寸的变化(见 5.1);
- j) 试验温度(°C);
- k) 保温时间(h);
- l) 所进行的每项试验结果的单值和平均值。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 10060:1993 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 10060:1993 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 10060:1993 章条编号对照

本标准章条编号	ISO 10060:1993 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5
6	6
7	7
8	8
9	—
10	9
图 1	图 1
附录 A	—
附录 B	—

附 录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 10060:1993 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 10060:1993 的技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 10060:1993 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原 因
1	删除含碳耐火制品的限制词	扩大标准适用范围
2	将引用标准改为与 ISO 对应的我国标准	方便标准使用
3.8	增加术语“抗氧化性”	增加了标准的检验项目“抗氧化性”
7.3.1	增加对直接测定法(化学分析法)为仲裁法的说明性规定	方便标准使用
8.1.6	增加“灼烧质量变化计算公式”	方便标准使用
9	增加“抗氧化性试验”	使标准更加实用