

前 言

本标准主要是对耐火材料的孔径分布的测定。

本标准无相应的国外标准参照。

本标准附录 A 是提示的附录。

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：武汉钢铁(集团)公司。

本标准主要起草人：桂必群、陈香萍、詹晓明、宋木森。

1 范围

本标准规定了耐火材料气孔孔径分布的测试原理、试验设备、试验程序和试验报告。

本标准适用于测定耐火材料的开口气孔的孔径分布、平均孔径、气孔的孔容积百分率。测试孔径范围 $0.005 \mu\text{m} \sim 360 \mu\text{m}$ 。

2 定义

本标准采用下列定义。

平均孔径：在所测孔径范围内，直径对孔容积的积分除以总的孔容积。

小于 $1 \mu\text{m}$ 孔容积百分率：耐火材料中小于 $1 \mu\text{m}$ 的孔容积百分数。

孔径分布：不同孔径下的孔容积分布频率。

3 原理

汞在给定的压力下会浸入多孔物质的开口气孔，当均衡地增加压力时能使汞浸入样品的细孔，被浸入的细孔大小和所加的压力成反比。

4 试样制备

从待测的样品上任取 $50 \text{ g} \sim 100 \text{ g}$ 试样，破碎后，用标准筛筛取 $4 \text{ mm} \sim 8 \text{ mm}$ 的试样 20 g 左右，置于烘箱中，在 $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 温度下，恒温 2 h 。自然冷却至常温后，置于干燥器中备用。

对小于 4 mm 的样品，则直接称取 20 g 左右，按上述要求烘干备用。

5 试验仪器和设备

5.1 压汞仪

压汞仪原理图，如图 1。

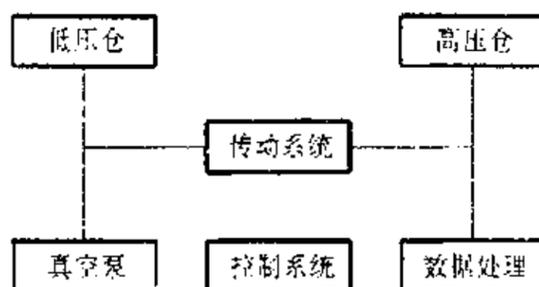


图 1 压汞仪原理图

技术要求：最大压力 207 MPa ；

最小压力 3.45 kPa ；

最大真空度 $50 \mu\text{mHg}$ 。

- 5.2 瓶装氮气(或压缩空气):要求清洁、干净、无油;压力 $>0.3 \text{ MPa}$ 。
- 5.3 天平:顶部开门最大量程 300 g ;精度为 0.1 mg 。
- 5.4 烘箱:最高温度 $200 \text{ }^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 5.5 交流稳压电源:频率为 50 Hz ;电压为 $220 \pm 0.1 \text{ V}$;功率为 3 kVA 。
- 5.6 汞:不少于 5 kg ,纯度 99.9% 。
- 5.7 标准筛: 4 mm , 8 mm 。
- 5.8 其他材料:瓷盘至少 2 个;装废汞的器皿。
- 5.9 压汞仪须置于开有活动门,抽气的密封罩内。
环境温度: $14 \text{ }^\circ\text{C} \sim 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
相对湿度: $30\% \sim 70\%$ 。

6 试验步骤

6.1 膨胀计体积值的标定

压汞仪膨胀计的形状如图 2 所示。体积值的标定在 $14 \text{ }^\circ\text{C} \sim 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 的室温内,任选三个温度点,分别进行一次空膨胀计的注汞操作,按注入的汞质量,算出该温度下的体积值,取三次测量结果的算术平均值,作为该膨胀计的标定值。

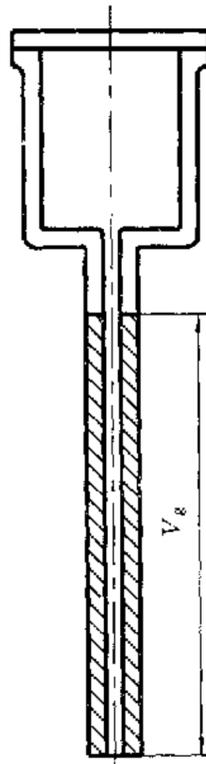


图 2 膨胀计形状

6.2 操作步骤

- 6.2.1 在膨胀计中装入干燥后的试样,密封后用天平称量,记录下质量,将称量值减去试样质量即为空膨胀计质量。
- 6.2.2 将装好试样的膨胀计放入压汞仪的低压仓内固定好。
- 6.2.3 开真空泵抽真空。
- 6.2.4 通入 N_2 气(或压缩空气)。
- 6.2.5 待真空度达到 $50 \mu\text{mHg}$ 时,给膨胀计内注汞。
- 6.2.6 取出已注汞的膨胀计,置于高压仓内,在高压运行中,记录不同压力(P)对应的汞压入量 V 。

7 试验结果和计算

7.1 平均孔径的按公式(1)计算:

$$\bar{D} = \frac{\int_0^{V_{\Sigma}} D dV}{V_{\Sigma}} \dots\dots\dots(1)$$

式中: \bar{D} ——平均孔径, μm ;

D ——某一压力所对应的孔直径, μm ;

V_{Σ} ——开口气孔的总容积, cm^3 ;

dV ——孔容积微分值, cm^3 。

7.2 小于 $1 \mu\text{m}$ 孔容积百分率的计算:

7.2.1 孔径与压力的关系公式(2):

$$D = \frac{4\gamma \cos\theta}{P} \dots\dots\dots(2)$$

式中: D ——孔径, μm ;

P ——压力, MPa ;

γ ——汞的表面张力, 485 dyn/cm ;

θ ——汞的接触角, 度。

7.2.2 不同孔径即对应汞压入量(孔容积), 则公式(3):

$$V' = \frac{V_{\Sigma} - V_1}{V_{\Sigma}} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: V' ——小于 $1 \mu\text{m}$ 的孔容积百分率, %;

V_{Σ} ——汞压入总量, cm^3 ;

V_1 ——大于 $1 \mu\text{m}$ 孔径的汞压入量, cm^3 。

8 试验报告

试验报告包括下列内容:

- a) 委托单位;
- b) 试样名称;
- c) 试样编号;
- d) 试验日期;
- e) 试验人;
- f) 审核人;
- g) 签发人;
- h) 试验单位;
- i) 试验结果: 平均孔径、小于 $1 \mu\text{m}$ 孔容积百分率、孔径分布图。

附录 A
(提示的附录)
膨胀计选择

A1 汞压入量的计算方法

试验中,汞压入量应控制在膨胀计最大可测量体积(V_1)的 25%~90%。

A1.1 测定显气孔率 $n(\%)$ 和体积密度 $d(\text{g}/\text{cm}^3)$ 按 GB/T 2997 标准执行。

A1.2 将试样装满膨胀计,然后倒出称取试样质量。

A1.3 汞压入量的计算按公式(A1):

$$V_g = (W \times n/d \times V_1) \times 100 \dots\dots\dots(A1)$$

式中: V_g ——汞压入量, %;

W ——试样质量, g;

n ——试样显气孔率, %;

d ——试样体积密度, g/cm^3 ;

V_1 ——膨胀计最大可测体积, cm^3 。

A2 膨胀计选择

A2.1 如果计算得 $V_g > 90\%$,可减少试样质量 W ,直至 V_g 值在 50%~70%之间。

A2.2 若计算的值小于 25%,则需要更换膨胀计。重新计算,直至 V_g 值为 50%~70%,即为合适。

A2.3 试样若为粉状($< 4 \text{ mm}$),则需更换特殊膨胀计。