

## 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  $20 \text{ g}$  左右，置于烘箱中，在  $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  温度下，恒温  $2 \text{ h}$ 。自然冷却至常温后，置于干燥器中备用。

对小于  $4 \text{ mm}$  的样品，则直接称取  $20 \text{ g}$  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。

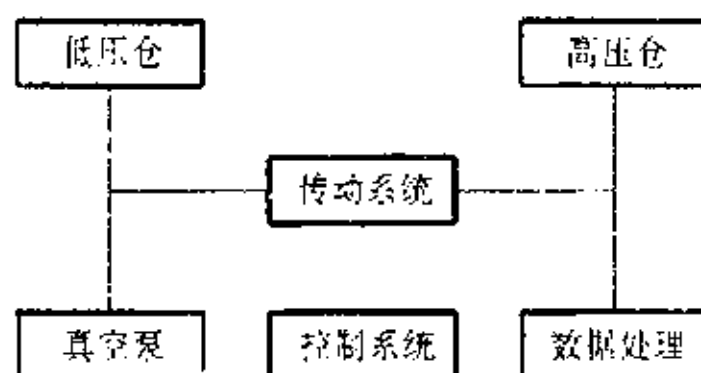


图 1 压汞仪原理图

技术要求：最大压力  $207 \text{ MPa}$ ；

最小压力  $3.45 \text{ kPa}$ ；

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  $300 \text{ g}$ ;精度为  $0.1 \text{ mg}$ 。
- 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  $50 \text{ Hz}$ ;电压为  $220 \pm 0.1 \text{ V}$ ;功率为  $3 \text{ kVA}$ 。
- 5.6 汞:不少于  $5 \text{ kg}$ ,纯度  $99.9\%$ 。
- 5.7 标准筛: $4 \text{ mm}$ , $8 \text{ mm}$ 。
- 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。

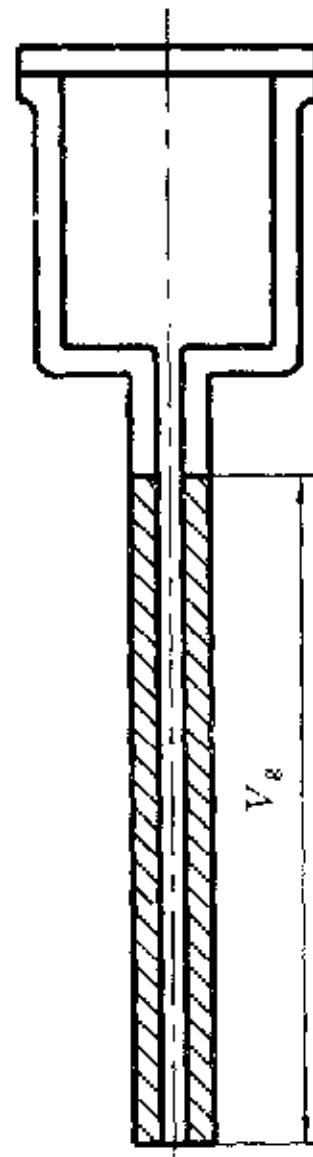


图 2 膨胀计形状

### 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  $\text{N}_2$  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,  $\mu\text{m}$ ;

$D$ ——某一压力所对应的孔直径,  $\mu\text{m}$ ;

$V_{\Sigma}$ ——开口气孔的总容积,  $\text{cm}^3$ ;

$dV$ ——孔容积微分值,  $\text{cm}^3$ 。

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,  $\mu\text{m}$ ;

$P$ ——压力,  $\text{MPa}$ ;

$\gamma$ ——汞的表面张力,  $485 \text{ dyn/cm}$ ;

$\theta$ ——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, %;

$V_{\Sigma}$ ——汞压入总量,  $\text{cm}^3$ ;

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

## 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,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$V_1$ ——膨胀计最大可测体积,  $\text{cm}^3$ 。

**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。