

中华人民共和国国家标准

《耐火材料 耐酸性试验方法》

编制说明

标准修订工作组

2022年7月

《耐火材料 耐酸性试验方法》编制说明

一、任务来源

根据国标委发[2021]19号“国家标准化管理委员会关于下达2021年推荐性国家标准修订计划及相关标准外文版计划的通知”，GB/T 17601—2008《耐火材料 耐酸性试验方法》已列入国家标准制修订计划，计划编号为20211949-T-469。该标准由中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司与郑州安耐克实业公司等单位负责修订，由全国耐火材料标准化技术委员会归口。

二、主要工作过程

根据全国耐标委下达的任务文件，由中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司负责本次修订。任务下达后，作为标准第一起草单位中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司立即成立标准编制小组，明确了成员分工和工作进度。

2.1 信息收集、汇总、分析

标准编制小组对文献资料进行收集、汇总，了解国内外现有的无机材料中耐酸侵蚀的测试标准及各标准的适用范围、技术差异，查阅了本标准所引用标准的更新以及应用状况、应用范围，根据标准使用的反馈并结合相关标准、文献，确定了耐火材料耐酸试验的条件试验方案和修订的主要技术参数。

2.2 标准征求意见稿的确定

为使该标准更好的适应当前的发展需要，本工作组主要进行了相关文献、国内外标准查阅，组织主要技术人员召开了专题讨论会，确定了实验方案，2021年11月至2022年6月进行了耐火制品、不定形耐火材料耐酸侵蚀的条件试验。2022年7月按照GB/T 1.1—2020的规定进行，根据条件试验的结果，对标准的条款进行了制定，完成征求意见稿和编制说明。

三、目的及意义

GB/T 17601—2008《耐火材料 耐酸性试验方法》已经实施10多年，为了使标准更好的服务于耐火材料的生产和使用，特提出修订本标准。根据耐火材料现场的实际使用情况，硫酸、盐酸、硝酸均对耐火材料有侵蚀。因此，根据耐火材料的使用条件修订标准，在原有硫酸的侵蚀试验基础上，增加不同种类无机酸的侵蚀实验方法，使标准的适用性更广泛，检测结果有效指导耐火材料的使用。修订后的标准适用于定形和不定形

耐火材料，为评价耐火材料耐酸侵蚀性能提供了统一的方法。

四、修订原则及修订内容说明

本标准按照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定进行编写。准确、规范、实用、发展是标准修订的原则，标准中提供的耐酸侵蚀有 3 种方法，能够评价不同环境下耐火材料的耐腐蚀性能，符合材料的检测需求并尽可能与国际国外评价方法接轨。

本次修订后与上一版的主要差异有以下几条：

- a) 更改了标准的名称，由“耐火材料 耐硫酸侵蚀试验方法”改为“耐火材料 耐酸性试验方法”；
- b) 更改了适用范围，增加了不定形耐火材料（见第 1 章，2008 版的第 1 章）；
- c) 增加了术语和定义（见第 3 章）；
- d) 增加试验筛、水浴锅、干燥器（见第 4 章）；
- e) 增加硫酸（ $\rho=1.84 \text{ g/cm}^3$ ，质量浓度 40%）、硝酸（ $\rho=1.40 \text{ g/cm}^3$ ）、盐酸（ $\rho=1.19 \text{ g/cm}^3$ ）（见第 5 章）；
- f) 增加了不定形取样规定和 0.25 mm~0.5 mm 颗粒料、抗折条试样的制备方法（见第 6 章）；
- g) 修改了试验结果的表示，规定了耐酸度的计算方法，将原酸侵蚀质量损失率的计算规定修改为注（见第 7 章）；
- h) 增加了方法 2（定形制品耐混合酸侵蚀）（见第 8 章）；
- i) 增加了方法 3（不定形制品耐硫酸侵蚀）（见第 9 章）。

五、 试验过程及结果

修订工作进行查阅相关的文献资料，设计试验方案、开展条件实验，主要进行了定形制品耐酸腐蚀的重复性试验，不定形耐火材料成型、耐酸条件、结果的计算等工作。

5.1 耐火材料耐酸侵蚀试验方法介绍及相关检测方法汇总。

查阅了耐火材料及相关材质的国内、国外标准，标准的主要技术条款汇总情况见表 1。对比不同标准的主要技术条款，各标准在以下 4 方面有差异：

- a. 样品形态：颗粒大小，试块；

- b. 侵蚀介质的种类、浓度：硫酸，混合酸；
- c. 侵蚀的时长、温度；
- d. 侵蚀结果的表示。

耐酸性试验考察的是材料与酸反应的程度，即其耐酸腐蚀的能力，因此，统一试验条件是制修订标准的根本，依照标准检测、规范操作过程是试验的主要内容。

表 1 相关标准汇总表

标准编号	标准名称	主要技术条款
EN 996-16: 1995	定型耐火制品耐硫酸侵蚀试验方法	致密定型耐火材料。 0.63 mm~0.80 mm, 70%的硫酸, 沸腾 (170 °C) 6 h。计算质量损失率。
ISO 1927-8:2012	不定形耐火材料第 8 部分:特殊性能的测定	不定形耐火材料。 试样成型后, 依照 ISO 8890: 1988 测定耐酸侵蚀。 0.63 mm~0.80 mm, 70%的硫酸, 沸腾 (170°C) 6h
GB/T 4513.8-2017	不定形耐火材料第 8 部分:特殊性能的测定	同 ISO 1927-8: 2012
ISO 8890: 1988	致密定型耐火制品 耐硫酸侵蚀试验方法	致密定型耐火材料。0.63 mm~0.80 mm, 70%的硫酸, 沸腾 (170°C) 6 h
GB/T1970-1996	多孔陶瓷耐酸、碱性能试验方法	多孔陶瓷。 试样: 5 5mm 块或者 1.6 mm~2.0 mm 颗粒, 分别测定弯曲强度下降率、质量损失量。20%硫酸或者 1%氢氧化钠, 50 ml, 沸腾 1 h。
GB/T 8488-2008	耐酸砖	非等效 JIS R 1535-1998 《化学工业用耐酸瓷砖》耐腐蚀内衬及地面用砖板。 (0.25~0.50) mm, 10 g, 质量比 10%的硫酸、盐酸、硝酸等体积混合物 100 ml, 90 °C, 5 h。耐酸度
GB/T 17601-2008	耐火材料 耐硫酸侵蚀试验方法	耐火制品。 (0.63~0.80) mm, 20 g, 质量比 40%的硫酸 200 ml, 沸腾 (170 °C), 6 h。耐硫酸侵蚀率
JC/T 258-93	铸石制品性能试验方法 耐酸碱性能试验	辉绿岩、玄武岩、页岩等铸石制品。 (0.5~1.0) mm, 1.0 g, 质量比 20%的硫酸或者氢氧化钠 20 ml, 沸腾 1 h。耐酸度
JC/T 2138-2012	精细陶瓷耐酸碱腐蚀性能试验方法	修改采用 ISO 17092: 2005。精细陶瓷, 其他无机非金属材料也可参考采用。 3.0 mol/l 硫酸 (质量浓度约 29.4%) 或者 6.0 mol/l 氢氧化钠 (质量浓度约 24%), 0.5 L, 微沸腾, 24 h。测定弯曲强度下降率, 质量变化
JC/T 555-2010	耐酸石棉橡胶板	耐酸石棉橡胶板。 40 mm×40 mm 样块, 腐蚀液: 18 mol/l 硫酸, 12 mol/l 盐酸, 1.67 mol/l 硝酸, 室温, 48 h, 测定增

		重率。不高于 50%、45%、40%。
HG/T 3210-2002	耐酸陶瓷材料性能试验方法	修改采用 JIS R 1503-1991 《化工用耐酸陶瓷性能试验方法》。适用耐酸陶瓷。 (0.25~0.50) mm, 10 g, 质量比 10%的硫酸、盐酸、硝酸等体积混合物 100 ml, 90 °C, 5 h。耐酸度
DL/T 693-1999	烟囱混凝土耐酸防腐涂料	测定混凝土表面的防腐涂料。 轻型涂料: 40%硫酸 (20±5) °C 浸泡 30 d, 或者 80 °C、15 d。重型涂料: 30%硫酸 (20±5) °C 浸泡 30 d, 或者 80 °C、15 d。检查外观裂纹、起泡、剥落
DL/T 901-2017	火力发电厂烟囱(烟道)防腐材料	耐酸砖: 样品尺寸 100 mm×100 mm×样品厚度, 6 块; 40%硫酸, 7 d; 记录外观, 测定耐压保持率 耐酸喷涂料: 样品尺寸 160 mm×40 mm×40 mm, 3 块; 40%硫酸, 7 d; 记录外观, 测定耐压保持率

5.2 酸侵蚀质量损失率试验结果

5.2.1 实验原理

5.2.1.1 硫酸侵蚀-质量损失率 (以下简称方法一)

按规定方法制备的试样, 放入沸腾的质量浓度 70%的硫酸中侵蚀 6 h, 然后测定质量损失量, 以试样质量损失量与初始质量之比的百分数表示耐硫酸侵蚀率。

5.2.1.2 混合酸侵蚀-质量损失率 (以下简称方法二)

按规定方法制备的试样, 放入 90 °C 的硫酸、盐酸和硝酸中侵蚀 5 h, 然后测定质量损失量, 以侵蚀后试样质量与初始质量之比的百分数表示耐酸度。

5.2.2 仪器与试剂 (适用于方法一和方法二)

刚玉质粉碎装置或其他合适的粉碎装置; 试验筛; 天平(分度值 0.001 g); 三口短颈圆底烧瓶(带磨口塞子, 容量 500 ml); 螺旋冷凝管(长 250 mm)水银温度计(300 °C, 精度±1 °C, 长度约 110 mm); 沙浴或油浴器(恒温范围室温至 300 °C); 水浴锅; 玻璃砂芯坩埚(滤孔 40 μm~80 μm, 容量不小于 30 ml)。烘箱(控温(110±5) °C)。

分析时, 仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

硫酸 ($\rho=1.84 \text{ g/cm}^3$); 氯化钡溶液 (50 g/l); 硝酸; 盐酸。

5.2.3 结果的表示 (适用于方法一和方法二)

耐火制品的侵蚀率用质量分数 $w_{\text{酸侵蚀率}}$ 计, 数值以 % 表示, 按式 (1) 计算:

$$w_{\text{侵蚀率}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_{\text{侵蚀率}}$ ——侵蚀率；

m_1 ——试料初始质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——耐酸后残存试料质量的数值，单位为克（g）。

耐火制品的耐酸度用质量分数 $w_{\text{耐酸度}}$ 计，数值以 % 表示，按式（2）计算：

$$w_{\text{耐酸度}} = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_{\text{耐酸度}}$ ——耐酸度；

m_1 ——试料初始质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——耐酸后残存试料质量的数值，单位为克（g）。

5.2.4 试验步骤

5.2.4.1 硫酸侵蚀-质量损失率（方法一）

称取约 20 g 试料，精确至 0.001 g，记为 m_1 。至少做 2 次平行测定。把称好的试料放入三口短颈圆底烧瓶中，倒入 200 ml 硫酸（质量浓度 70%）淹没试料。接上螺旋冷凝管，开启冷凝水，插入温度计至液面下至少 15 mm。将烧瓶置于沙浴或油浴器中，加热至沸点约需 30 min [70%硫酸的沸点大约为 170 °C]，记录开始沸腾时液体的温度。保持液体轻微沸腾 6 h，记录试验结束时液体的温度。液体轻微沸腾 6 h 后，从沙浴或油浴器中取出烧瓶，自然冷却 1 h。小心倒出浮在试料上面的澄清酸液。慢慢加入约 300 ml 水，将烧瓶中的溶液和所有试料逐步倒入预先干燥并恒量(两次称量差≤0.001 g)的玻璃砂芯坩埚中，自然过滤酸液。用水反复洗涤过滤坩埚中的残存试样，直至向滤液中加入几滴氯化钡溶液后无白色絮状物产生为止。将装有残存试料的坩埚置于 (110±5) °C 的烘箱中烘干至恒量(两次称量差≤0.001 g)，取出放入干燥器中，冷却至室温。称量装有残存试料坩埚的质量，精确至 0.001 g。计算残存试料质量 m_2 。

5.2.4.2 混合酸侵蚀-质量损失率（方法二）

从干燥器中取出约 10 g 干燥试样（5.2.2），称量精确至 0.1 mg。将称量好的试样放入规格为 300 ml 预先恒重的锥形瓶中，然后加入重量百分比均为 10% 的硫酸、盐酸和硝酸的等体积混合溶液 100 ml，轻轻摇匀后接好回流冷凝器，在 90 °C ± 1 °C 水浴锅中加热 5 h，期间 2.5 h 将锥形瓶摇晃一次。取出锥形瓶，加入适量纯水，静置冷却 15 min，倾出瓶中上层酸溶液。用纯水以倾洗法反复洗涤至没有酸性为止，再用无水乙醇洗净。然后放入 110 °C ± 5 °C 电热干燥箱中烘干至恒重。称量腐蚀后的试样质量，精确至 0.1 mg。

5.2.5 酸侵蚀质量损失率试验数据

从表 1 标准汇总的情况可以看出，耐酸质量损失率试验比较成熟且在众多相关无机材料标准中规定的条件和步骤非常接近或相同，标准的本部分采标了 ISO 8890-1988、参照了耐酸陶瓷的混合酸方法，因此主要考察了 2 个方法的精密度，找到采标时容易出现的问题。选择几种材质的耐火材料分别进行了硫酸侵蚀（方法一）和混合酸侵蚀（方法二）的实验，结果见表 2。耐酸侵蚀率与耐酸度的含量是 100%，同一个实验结果中耐酸侵蚀率的数值小，相对标准偏差大，因此采用耐酸侵蚀率来衡量实验方法的精密度。从表 2 中统计结果可以看出，方法一和方法二的酸侵蚀率的相对标准偏差在（4.2~5.9）%，满足实验要求。方法一和方法二的差别在于样品的粒度，侵蚀的介质、温度不同，要根据检测对象的实际使用环境确定相近的试验条件，选择合适的检测方法。

表 2 方法一和方法二精密度实验

方法一				
样品名称	$w_{\text{硫酸侵蚀率}}, \%$	$w_{\text{avg}}, \%$	标准偏差	RSD, %
1 耐酸砖	1.98, 2.25, 2.30 2.39, 2.12, 2.06	2.18	0.13	5.9
2 耐酸耐温砖	1.96, 1.86, 2.01 1.82, 1.69, 1.87	1.86	0.08	4.2
3 耐酸铅砖	1.22, 0.99, 1.04 1.11, 1.10, 1.06	1.09	0.06	5.2
方法二				
	$w_{\text{混合酸侵蚀率}}, \%$	$w_{\text{avg}}, \%$	标准偏差	RSD, %
1 耐酸砖	0.21, 0.20, 0.23, 0.19, 0.20, 0.21	0.21	0.01	4.8

2 耐酸耐温砖	0.17, 0.18, 0.16, 0.17, 0.15, 0.16	0.16	0.008	5.0
3 耐酸锆砖	0.20, 0.21, 0.18, 0.18, 0.19, 0.21	0.20	0.01	5.9

在沙浴或油浴中，硫酸保持微沸状态，温度约 160 °C。为了方便操作或因为缺少加热设备，有些实验室未采用油浴或沙浴进行加热，而是用普通的水浴加热替代，导致温度偏低。为了确定温度对结果的影响，本实验也做了一组数据，试验的样品同表 1，依照方法一采用水浴加热进行测定，结果见表 3。从试验结果看出，对比表 1 的酸侵蚀率结果，低温加热的硫酸侵蚀率结果明显低于硫酸溶液沸腾的结果，这是因为减弱侵蚀条件，样品被侵蚀的程度下降，因此水浴不能替代沙浴和油浴。

表 3 方法一（水浴）实验结果

样品名称	w 硫酸侵蚀率	标准偏差
1 耐酸砖	0.10, 0.09, 0.10, 0.11, 0.10, 0.12	0.010
2 耐酸耐温砖	0.10, 0.11, 0.10, 0.12, 0.11, 0.11	0.0075
3 耐酸锆砖	0.12, 0.12, 0.13, 0.12, 0.12, 0.13	0.0052

5.3 酸侵蚀抗折强度保持率试验（方法三）

耐酸浇注料通常是指由中性或偏酸性耐火骨料和粉料加入一定的酸性结合剂如硅酸钠等，通过浇注或喷涂等方式成型的一种不定形耐火材料，在较低温度下具有良好的耐酸性能，适用于酸性环境下的耐酸耐火材料。被广泛应用于石油、化工、建材、电力、冶金工业窑炉等领域，特别是酸性环境下的烟囱、烟道、反应器等衬里部位和高温窑炉的炉壳等低温部位。根据材料用途和成型方式又可分为耐酸浇注料、耐酸喷涂料和耐酸胶泥等。

随着环保要求的逐年提高，高温行业的脱硫脱硝几乎全面普及，因此对耐酸性的需求也越来越高，耐火材料行业中针对不定形耐火材料耐酸性侵蚀的试样方法及标准还不太完善，因此本次修订在 GB/T 17601 中增加方法三（抗折强度保持率法），适用于不定形耐火材料耐酸性的检测。

由于侵蚀机理的不同，酸对耐火材料的侵蚀首先是强度损失如抗折耐压强度，其次是化学反应导致的质量损失，还有外观的变化如裂纹、破损、体积膨胀等。我们选择了几种不定形耐火材料进行了耐酸试验，根据其它国内外试验标准和国内行业的调研表明，工业窑炉的烟囱、烟道等装置工作时硫酸浓度最高在 35%~40%，尤其在脱硫装置

之前，但在脱硫装置之后，烟气中硫酸浓度在 20% 以下，温度通常在 70 °C ~ 80 °C，因此，在试验室我们主要考虑浓酸（40% H₂SO₄）的常温和稀酸（20% H₂SO₄）80 °C 时对材料的侵蚀，并制定了一系列的试验条件进行对比试验，试验过程、结果及分析如下。

5.3.1 试验

1) 试剂与仪器

试剂：硫酸（ $\rho=1.84 \text{ g/cm}^3$ ）

仪器：干燥箱、抗折强度试验机、弹性模量测试仪、电子天平等。

2) 试验步骤

样品制备：

分别准备了不同种类的不定形耐火材料，如耐酸浇注料、耐酸喷涂料、低水泥浇注料、高铝水泥浇注料等，按 GB/T 4513.5 制备试样，试样成型后自然养护 24h 脱模，再自然养护 24h，然后 110 °C 烘干 24h 后进行耐酸试验。

检测方法：取同批制备的试样 2 组（6.2.3），每组 3 块，经 110 °C \pm 5 °C 干燥 24 h 后置于干燥器冷却至室温，其中一组作为基准试样，另一组作为试验样。将试验样水平放入常温下 40% H₂SO₄ 溶液中，试样之间、试样与酸液面的距离不低于 10 mm，浸泡 7 天，取出试样，用水冲洗干净，经 110 °C \pm 5 °C 烘干后置于干燥器冷却至室温。观察并记录试样外观的腐蚀、剥落、裂纹、膨胀等异常情况。按 GB/T 3001 分别测定基准试样和浸酸后试样的抗折强度，取其算术平均值，精确至 0.1 MPa。

结果计算：浸酸后的抗折强度保持率用 r 表示，数值以 % 表示，按下式计算，结果保留至整数。耐酸侵蚀率可以由 $(1-r)$ 表示，数值以 % 表示。

$$r = \frac{F_s}{F_0} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$r_{\text{保持率}}$ ——浸酸后的抗折强度保持率；

F_s ——浸酸后 3 个试样抗折强度的算术平均值，单位为兆帕（MPa）；

F_0 ——浸酸前 3 个试样抗折强度的算术平均值，单位为兆帕（MPa）。

5.3.2 结果与讨论

5.3.2.1 40% H₂SO₄ 对不同浇注料的侵蚀性

为了考察 40% H₂SO₄ 对不同浇注料的侵蚀情况，本文取同批制备的试样 5 组，每组 3 条，一组做为基准样，测泡酸前的抗折耐压强度及弹性模量，另 4 组做 40% H₂SO₄ 的泡酸试验，分别浸泡 1d、3d、7d、15d 后测试样的抗折耐压强度及弹性模量等，结果

如下所示:

表 4 耐酸浇注料耐酸性试验

耐酸浇注料 40% H_2SO_4 常温	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	弹性模量(GPa)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	弹性模量保持率(%)	质量增加率(%)
泡酸前	10.4	62.0	25.8	无腐蚀 无裂纹 无剥落 无膨胀 等现象	/	/	/	
泡酸 1 天	13.1	58.5	37.5		126	94	145	1.4
泡酸 3 天	14.4	57.8	37.9		138	93	146	1.7
泡酸 7 天	12.3	63.8	35.6		118	103	138	2.2
泡酸 15 天	11.9	66.3	34.0		114	107	132	2.9

表 5 耐酸喷涂料（轻质）耐酸性试验

耐酸喷涂料 40% H_2SO_4 常 温	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	弹性模量(GPa)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	弹性模量保持率(%)
泡酸前	4.7	20.8	10.2	无腐蚀 无裂纹 无剥落 无膨胀等现象	/	/	/
泡酸 3 天	8.0	30.1	16.8		170	145	165
泡酸 7 天	9.2	35.3	18.5		196	170	181
泡酸 15 天	8.9	36.0	18.2		189	161	178

表 6 低水泥浇注料耐酸性试验

低水泥浇注料 40% H_2SO_4 常温	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	质量(g)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	质量保持率(%)
泡酸前	8.5	61.6	600	表面腐蚀、剥落	/	/	/
泡酸 1 天	6.3	41.8	549		74	68	92
泡酸 3 天	7.0	37.0	524		83	60	87

泡酸 7 天	5.8	/	498		68	/	83
--------	-----	---	-----	--	----	---	----

表 7 耐酸浇注料耐酸性试验结果

耐酸浇注料 40%H ₂ SO ₄ 80℃	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	弹性模量(GPa)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	弹性模量保持率(%)	质量增加率(%)
泡酸前	10.0	49.6	29.0	无腐蚀	/	/	/	/
泡酸 1 天	13.7	62.6	40	无裂纹	137	126	138	1.9
泡酸 3 天	13.4	<u>45.2</u>	35.1	无剥落 无膨胀等	134	<u>91</u> 异常	121	2.2
泡酸 7 天	14.0	64.1	33.6	现象	140	129	116	2.9
泡酸 15 天	13.6	74	34.1		136	149	118	3.2

结果分析：

- a. 由表 4、表 5、表 6 可以看出，40%的浓硫酸对不同材料的侵蚀性有显著的差异，对耐酸浇注料和轻质耐酸喷涂料的强度起正面作用，对低水泥的浇注料有严重的侵蚀，主要是由于这两种类型的材料结合体系不一样，耐酸浇注料用水玻璃结合，与酸和形成硅酸胶体，对材料的强度起加强作用，而低水泥浇注料，中的水泥有少量的 CaO，遇酸会发生强烈的反应，从而造成表面腐蚀剥落，对结合体系造成破坏，强度和保持率有明显的降低，当浸泡到 7 天时，试样剥落严重，耐压强度已无法检测。
- b. 耐酸浇注料和喷涂料，随着浸泡时间的延长，耐酸浇注料（表 4）的抗折强度保持率和弹性模量呈先增大后减小然后趋于平衡，并且抗折强度与弹性模量有较好的一致性，弹性模量是无损检测，泡酸前后可以测同一块样品，对强度保持率具有一定的参考意义。耐酸喷涂料（表 5）的各项指标均表现为先增大后减小，其中，抗折强度和弹性模量的趋势更为接近，从浸泡 7 天开始，强度趋于稳定，下降幅度开始减缓，因此，为了兼顾检验周期和数据的指导意义，泡酸时间设为 7 天。
- c. 表 4 和表 7 对比表明，80℃CH₂SO₄ 和常温相比，耐酸浇注料 80℃更有利于材料强度的提高，质量增加率也更高，说明试验温度高有利于硫酸对耐酸浇注料的渗透，并

在 7 天之后逐渐趋于稳定。

5.3.2.2 20% H₂SO₄80℃对不同浇注料的侵蚀性

为了考察 20% H₂SO₄80℃对不同浇注料的侵蚀性，本文取同批制备的试样 5 组，每组 3 条，一组做为基准样，测泡酸前的抗折耐压强度及弹性模量，另 4 组做 20%H₂SO₄的泡酸试验，分别浸泡 1d、3d、7d、15d 后测试样的抗折耐压强度及弹性模量等，结果如下所示：

表 8 耐酸浇注料耐酸性（20%H₂SO₄，80℃）试验结果

耐酸浇注料 20%H ₂ SO ₄ 80℃	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	弹性模量(GPa)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	弹性模量保持率(%)	质量增加率(%)
泡酸前	9.7	45.6	28.0	无腐蚀	/	/	/	/
泡酸 1 天	8.9	42.6	30.3	无裂纹	92	93	108	0.4
泡酸 3 天	9.3	41.6	28.0	无剥落	96	91	100	-0.2
泡酸 7 天	9.6	33.7	27.4	无膨胀等现象	99	<u>74/101</u> 异常	98	-0.1

表 6 低水泥浇注料耐酸性（20%H₂SO₄，80℃）试验

低水泥浇注料 20%H ₂ SO ₄ 80℃	抗折强度(MPa)	耐压强度(MPa)	弹性模量(GPa)	外观	抗折强度保持率(%)	耐压强度保持率(%)	弹性模量保持率(%)	质量增加率(%)
泡酸前	9.0	73.3	31.5	腐蚀剥落	/	/	/	
泡酸 1 天	8.0	42.8	28.9		89	58	92	-3.2
泡酸 3 天	7.3	39.9	28.5		81	54	90	-4.7
泡酸 7 天	7.0	36.1	27.8		88	49	88	-4.9

结果分析：表 8 表明，稀酸对耐酸浇注料的强度及弹性模量影响不大，没有增加，但也没有明显降低，但对于低水泥浇注料的影响较为突出，抗折强度和弹性模量趋势相

对一致，耐压强度有严重降低，筛查同组试样单值，可能是数据异常所导致。表 9 表明稀酸对该类材料有一定的腐蚀性，但与浓酸相比，腐蚀性小很多，此数据对于耐酸性来说不具备很好的指导意义。

5.3.2.3 不同材料抗折/耐压强度、弹性模量均匀性试验

样品泡酸前后的内部结构发生了变化，可通过弹性模量体现耐酸性与抗折相关的规律性，为了考察不同材料抗折/耐压强度、弹性模量的变化情况，本文选两种具有不同代表性的材料，按 GB/T 4513.5 分别制备 12 块试样，严格控制各种试验条件，如环境温度、湿度、取样量、搅拌机、干混时间、结合剂/水加入量、湿混时间、震动时的每次加料量、震动时间、养护条件和干燥制度等，所有条件确保一致。试验结果如下表所示：

表 10 耐酸浇注料抗折/耐压强度与弹性模量均匀性分析

试样	抗折强度 (MPa)	耐压强度 (MPa)	弹性模量 (GPa)
NS-1	8.4	61.0	23.5
NS-2	7.3	44.5	22.7
NS-3	8.9	58.9	24.0
NS-4	7.8	52.9	23.3
NS-5	7.9	43.2	23.3
NS-6	8.4	47.7	24.1
NS-7	8.3	52.6	23.8
NS-8	7.4	39.0	22.0
NS-9	7.5	36.1	22.1
NS-10	8.0	58.9	23.1
平均值 \bar{x}	8.0	49.5	23.2
标准偏差	0.51	8.74	0.73
相对标准偏差	6.4	17.7	3.1

表 11 高铝浇注料抗折/耐压强度和弹性模量均匀性分析

试样	抗折强度 (MPa)	耐压强度 (MPa)	弹性模量 (GPa)
GL-1	18.1	142	67.4
GL-2	18.2	131	67.5
GL-3	18.8	148	67.8
GL-4	19.8	137	69.6
GL-5	19.1	131	68.0
GL-6	19.5	140	68.2
GL-7	19.7	136	68.2
GL-8	19.1	140	67.9
GL-9	18.2	129	67.6
GL-10	19.0	134	67.8
平均值 \bar{x}	19.0	137	68.0
标准偏差	0.63	5.87	0.62
相对标准偏差	3.3	4.3	0.9

表 10、表 11 表明，耐酸浇注料与低水泥浇注料性比，前者的抗折/耐压强度及弹性模量的相对标准偏差较大，耐压强度的相对标准偏差最大，抗折强度和弹性模量次之。由于耐酸浇注料的结合剂大多使用水玻璃，流动性较差，因此试验的均匀性表现较差，特别是耐压强度，对于 160mm×40mm×40mm 的试样，两端相对薄弱，均匀性更差，因此在标准中规定用抗折强度保持率表征试样的耐酸性。

5.3.3 耐酸抗折保持率试验小结

- 1) 通过大量数据表明，试样的酸后抗折强度比耐压强度更有规律性，且抗折强度与弹性模量有较好的一致性，弹性模量为无损检测，与强度有一定的相关性，可以间接地证明抗折强度保持率的可靠性；其次，抗折强度的检测相对标准偏差更小，数据更重复性更好；另外，在实际应用中，抗折强度更倾向于材料的韧性，与耐酸浇注料的使用要求更加相符，因此，本文件规定用抗折强度保持率表征材料的耐酸性。
- 2) 试验种我们主要选择了两种浓度的硫酸，40%和 20%，前者是浓酸的代表，后者是稀酸的代表，在现场应用中，硫酸的使用最为广泛，且腐蚀性最强，其中稀酸场景

相对较多，且在 70℃-80℃ 的居多，使用场景中，硫酸的浓度最大可达 40% 左右，但数据表明，稀酸对试样的侵蚀机理与浓酸有所不同，除了酸的侵蚀还有水化的影响，浓酸更能表征试样的耐酸性，因此本文件规定耐酸性选择 40% 浓度的硫酸。

- 3) 对于 40% H_2SO_4 ，温度对试验结果有一定的影响，但影响不大，主要，常温下 40% H_2SO_4 浸泡 7 天的试验结果具有较好的代表性，因此，为了兼顾检验周期和数据的指导意义，本文件规定试验条件为常温 40% H_2SO_4 浸泡 7 天。考虑到本文件的适用性和用户及不同材料的试验需求，本文件增加了注：经相关方协商一致，可以选择其他酸种（如硝酸、盐酸或混合酸）、酸的浓度、温度及浸泡时间，并在报告中注明。

六、与法律法规的关系

分析方法标准未直接涉及法律法规关系。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本次标准修订没有重大分歧意见。

八、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

本标准作为推荐性国家标准。

九、采用国际标准和国外先进标准的程度以及与同类标准水平的对比

本标准在原版本的基础上增加了两个方法，对测定条件进行详细规定，达到国际领先水平。