

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17732—202X  
代替 GB/T17732—2008

## 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)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 17732—2008《致密定形含碳耐火制品试验方法》，与 GB/T 17732—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了天平的分度值（见第 6.2.2，2008 版的第 6.2.2）；
- b) 更改了试样的装炉过程（见 6.4，2008 版的 6.4）；
- c) 增加了试样数量的规定（见 7.1，2008 版的 7.1）；
- d) 更改了名称（见 8.1~8.3，2008 版的 8.1~8.3）；
- e) 增加了测量的精确度规定（见 8.1.3，2008 版的 8.1.3）；
- f) 增加了范围（见 9.1）；
- g) 增加了试验炉炉膛容积的规定（见 9.3.1，2008 版的 9.2.1）；
- h) 更改了游标卡尺的分度值（见 9.3.5，2008 版的 9.2.5）
- i) 增加了注（见 9.5.2，2008 版的 9.4.2）。

本文件修改采用 ISO 10060: 1993《致密定形耐火制品—含碳制品试验方法》。

本文件与 ISO 10060: 1993 相比，在结构上有较多调整，两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 10060: 1993 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示，这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国耐火材料标准化技术委员会（SAC/TC 193）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1999年首次发布为GB/T 5073-1985；

——2008年进行了第一次修订；

——本次为第二次修订。

# 致密定形含碳耐火制品试验方法

## 1 范围

本文件规定了含碳耐火制品的试验方法的范围、定义、原理、设备、试样、碳化性能的测定、物理试验、抗氧化性和试验报告。

本文件适用于致密定型含碳耐火制品。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2997 致密定形耐火制品显气孔率、体积密度和真气孔率试验方法(GB/T 2997-2015, ISO 5017: 2013, MOD)

GB/T 3000 耐火制品透气度试验方法 (GB/T 3000-2016, ISO 8841: 1991, MOD)

GB/T 3001 耐火制品常温抗折强度试验方法 (GB/T 3001-2017, 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16555 含碳、碳化硅、氮化物耐火材料化学分析方法

GB/T 18930 耐火材料术语 (GB/T 18930-2020, ISO 836: 2001, MOD)

## 3 定义

GB/T 18930界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 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。

## 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**

为了提高含炭耐火材料的抗氧化性而加入的金属或其他物质。

## 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: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,应立即用热风喷吹或鼓风干燥箱,干燥至恒量。

注: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30min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,包括在第3章中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,能容纳碳化盒(6.2.3),加热装置能以规定的升温速率加热、并在 1000℃下保温。保温时试验温度的波动不超过 $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。保证试验炉通风顺畅。

6.2.2 天平,分度值 0.1 g。

6.2.3 碳化盒和盖,用 3 mm 厚并适于在 1000 $^{\circ}\text{C}$ 使用的耐热钢制成。其形状及其最小尺寸如图 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。

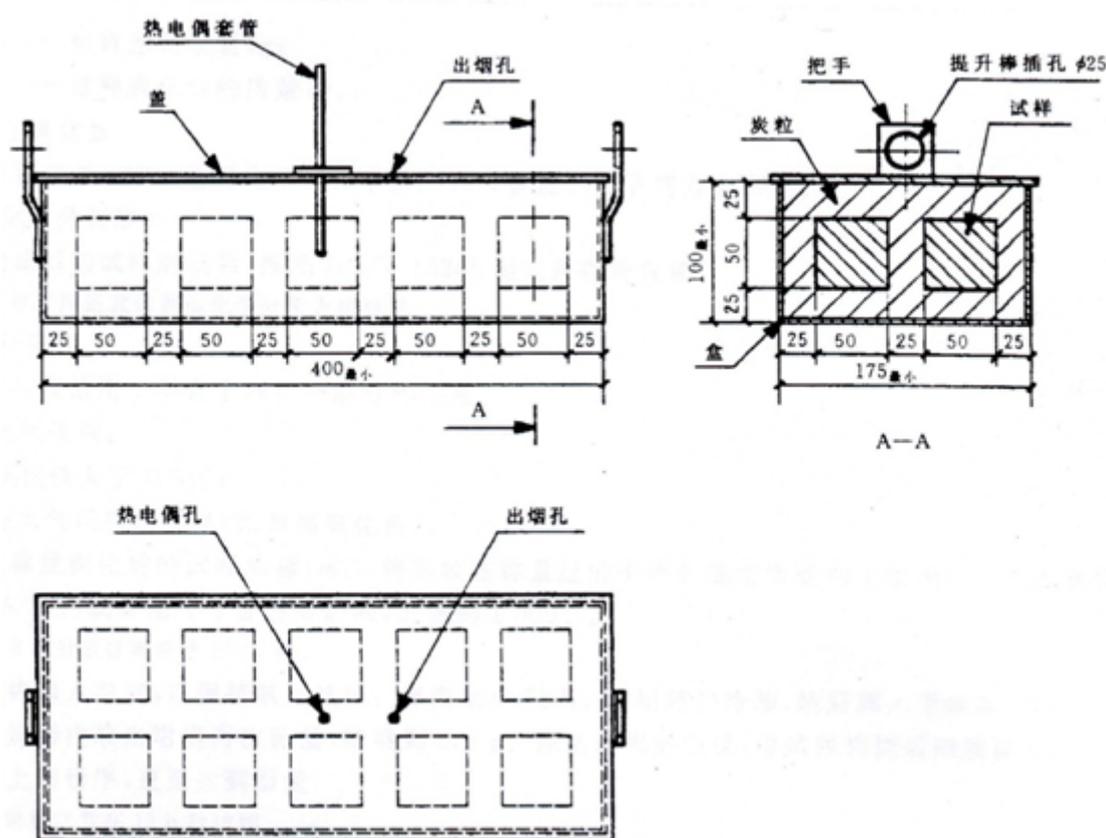


图 1 碳化盒和盖 (以边长 50mm 立方体试样为例)

6.2.4 带保护管的热电偶,能够测量到 1000 $^{\circ}\text{C}$ 。

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 1000 $^{\circ}\text{C}$ ±10 $^{\circ}\text{C}$ 预烧 2 h,然后在干燥条件下贮存备用。

### 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0.1 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、化学成分类似的其它样块填充空位,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。

将盖放在盒上,如图1所示。插入热电偶(6.2.4),使其热端位于盒的中心。

### 6.4 碳化程序

将装好试样及冶金焦炭粒的碳化盒(6.2.3)放进试验炉内。将试验炉(6.2.1)以6~10 °C/min升温到1000 °C,并保温。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1000 °C±10 °C保温2 h。

试验炉自然冷却到约100 °C时,从试验炉内取出碳化盒。将试样从盒中取出并移入干燥器(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0.1 g(见6.3),碳化后试样的质量记为 $m_2$ 。

## 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 mm±2 mm的立方体或直径和高均为50 mm±2 mm的圆柱体。试样数量2个。

### 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,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:

$CML$ ——碳化质量损失;

$m_1$ ——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)。

将已称量碳化后质量( $m_2$ )的试样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°C/h的升温速率加热到1 000 °C。

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0.01 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,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:

$RC$ ——残碳含量;

$m_2$ ——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,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:

$CY$ ——碳回收率;

$m_1$ ——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 碳化前试验

#### 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、一种适当的有机液体。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，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 体密度的测定。

称量定形制品的质量，精确到0.2%，其中至少有1个尺寸大于100 mm。

大于250 mm的尺寸，使用钢卷尺测量，精确至1 mm；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，精确至0.5 mm。对宽度和厚度，在砖的两侧分别测量，测量时卡尺的卡脚距试样棱边不应大于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 °C±2 °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 mm×25 mm×25 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)，以百分数表示，按式（4）计算：

$$CMI = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots$$

(4)

式中：

*CMI*——灼烧质量变化；

*m*<sub>1</sub>——试样原始质量（见8.1.3），单位为克（g）；

*m*<sub>2</sub>——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 除去总碳后的试验

沥青浸渍的烧成耐火制品(3.5), 可以除去总碳后进行试验。

将试样(见第5章)以250 °C/h的最高升温速率在氧化气氛中加热至1 000 °C±10 °C, 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 °C/h。

除总碳后的试样, 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 范围

本方法适用于含有抗氧化剂的含碳耐火材料。

### 9.2 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。

### 9.3 设备

9.3.1 试验炉, 应能以规定的加热速率(见 9.5.4)将规定尺寸的试样(见 9.4.2)加热至试验温度(见 9.5.3), 并保持一定的时间, 炉膛容积在 11 L~12 L, 其均温区的最大温度偏差不应大于 10 °C。

9.3.2 鼓风装置, 应满足 9.5.2 的规定。

9.3.3 转子流量计, 介质为空气, 量程 1L/min~10L/min。

9.3.4 氧化铝, 其长度应满足 9.5.2 的规定。

9.3.5 游标卡尺, 分度值不大于 0.05mm。

### 9.4 试样

#### 9.4.1 数量

每组试样应为2个。

#### 9.4.2 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。

#### 9.4.3 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 °C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。

## 9.5 试验步骤

9.5.1 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。

9.5.2 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。

注：如果试验炉的炉膛容积与 9.3.1 的规定有偏差，可以根据实际的炉膛尺寸调整空气流量。

9.5.3 试验温度应由有关方面商定，推荐 1 400 °C。

9.5.4 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~1 000 °C	8 °C/min ~10 °C/min
1 000 °C~试验温度(1 400 °C)	4 °C/min

9.5.5 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 °C。

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

9.5.7 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。

## 9.6 结果计算

9.6.1 按式（5）计算每个试样的脱碳层厚度  $L$ ，按照 GB/T 8170 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：

$L$ ——脱碳层厚度，单位为毫米（mm）；

$l_1$ 、 $l_2$ 、 $l_3$ 、 $l_4$ ——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）。

9.6.2 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) 执行标准；
- e) 所采用的试验程序(见 7.3.3 和 8.1.3)；
- f) 试样的名称、标记(送样单位、类别、形状等)；
- g) 试样数量；
- 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。

(资料性)

## 本文件章条编号与 ISO 10060: 1993 章条编号对照

表A.1给出了本文件章条编号与ISO10060: 1993章条编号对照一览表。

## A.1 本文件章条编号与 ISO 10060: 1993 章条编号对照

本文件章条编号	ISO 10060: 1993章条编号
1	1
2	2
3	3
3.1~3.7	3.1~3.7
3.8	—
5	5
5.1~5.2	5.1~5.2
6	6
6.1~6.4	6.1~6.4
7	7
7.1~7.4	7.1~7.4
8	8
8.1~8.3	8.1~8.3
9	—
10	9
图1	图1
附录A	—
附录B	—

(资料性)

## 本文件与 ISO 10060: 1993 技术性差异及其原因

表B.1给出了本文件与ISO 10060: 1993的技术性差异及其原因的一览表。

## B.1 本文件与 ISO 10060: 1993 技术性差异及其原因

本文件章条编号	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
3.8	增加术语“抗氧化性”。	增加了标准的检验项目“抗氧化性”
6.2.2	天平的分度值从0.2g 改为0.1g。	方便标准使用
6.4	修改了试样的装炉过程。	方便标准使用
7.1	增加了试样数量为2个的规定。	方便标准使用
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
8.1.3	增加了测量的精确度规定。	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