

耐火材料导热系数的检验方法

赵维平 王东

国家陶瓷与耐火材料产品质量监督检验中心 山东淄博 255063

摘要 分析不同的耐火材料导热系数试验方法,介绍其试验原理、样品尺寸、温度范围等方面的内容,为最终能够在耐火材料导热系数检验过程中,选择适合的导热系数测定方法提供了借鉴,并且提出了当前导热系数测定过程中急需解决的问题。

关键词 导热系数,耐火材料,平板法,热线法,激光法,热流法

导热系数(又称热导率)指单位时间内在单位温度梯度下沿热流方向通过材料单位面积传递的热量。耐火材料的导热系数是反映其热传导能力的重要参数,是在高温热工设备设计中不可缺少的重要数据,也是选用耐火材料很重要的一个考虑因素。对于要求隔热性能良好的轻质耐火材料,采用导热系数小的材料砌筑热工窑炉的内衬可以大大减少厚度或热损失,节约能源;对于高炉的炉缸、炉底部位,采用导热系数大的耐火材料,能够加强冷却壁等冷却设备的冷却效果,减缓砖衬的侵蚀速度,提高高炉的使用寿命。因此,耐火材料导热性能的优劣,引起相关专家和技术人员的重点关注,如何能够科学、准确地进行导热系数的测量,成为一个急需解决的问题。

由于影响耐火材料导热系数的因素较多,也很复杂,故实际耐火材料的导热系数通常靠试验来测定。导热系数的测试原理是傅立叶的分子传热基本定律,

即通过某点的热流速率 $\frac{dQ}{dt}$ 正比于其截面 S 以及在该点垂直方向上的温度梯度 $\frac{dT}{dx}$,即

$$\frac{dQ}{dt} = \lambda \cdot S \cdot \frac{dT}{dx} \quad (1)$$

式中比例因子 λ 为导热系数,在非稳定热流条件下,当每一点的温度随时间的推移而变化时,还要使用其他的材料常数,如热扩散率 α ,比热容 c 。

目前,国内耐火材料导热系数的检验方法很多,常用检验方法根据其试验原理来划分,基本可以分为:水流量平板法、热线法、激光法、热流法、防护热板法、热流计法、圆管法。不同的试验方法对试样的尺寸、环境、材质都有不同的要求,造成检验数据可能会

有误差。因此,在选用试验方法时,一定要慎重。在本文中,介绍了导热系数检验方法的试验原理、设备结构和试样尺寸等,为选择适合的导热系数测定方法提供了借鉴。

1 水流量平板法

水流量平板法的检验标准为 YB/T 4130-2005 《耐火材料 导热系数试验方法(水流量平板法)》。该法是目前应用最广的耐火材料导热系数测量方法,其相关的测量设备为水流量平板导热仪,国内科研院所、检验机构、生产厂家等几乎都有配备,其设备简图见图1。

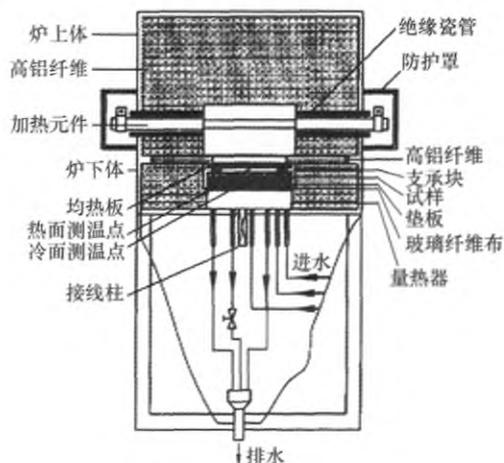


图1 试验炉结构示意图

水流量平板法的原理是:根据傅立叶一维平板稳定导热过程的基本原理,测定稳态时单位时间一维温

* 赵维平:男,1980年生,工程师。
E-mail: zbzj2002@163.com
收稿日期:2011-02-23

编辑:张子英

度场中热流纵向通过试样热面流至冷面后被流经中心量热器的水流吸收的热量。导热系数的计算公式为:

$$\lambda = k \frac{\Delta mv \cdot w \cdot \delta}{t_1 - t_2}, \quad (2)$$

式中: λ 为导热系数, $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$; k 为常数, $\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{mV}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$; Δmv 为中心量热器水温升高的电动势差, mV ; w 为中心量热器的水流量, $\text{g} \cdot \text{s}^{-1}$; δ 为试样厚度, m ; t_1 为试样热面温度, $^{\circ}\text{C}$; t_2 为试样冷面温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

水流量平板法测定试样的导热系数, 试样尺寸为 $\phi(160 \sim 180) \text{ mm} \times (10 \sim 25) \text{ mm}$, 对于定形隔热制品来说, 需要整块切割或切割拼凑成圆柱形试样; 对于不定形耐火材料, 需要利用模具进行前期的试样制备。

水流量平板法的适用范围为热面温度在 $200 \sim 1300 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 导热系数在 $0.03 \sim 2.00 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 之间的耐火材料。部分耐火材料导热系数检验结果范围见表 1, 可以看出, 水流量平板法适合于轻质隔热耐火材料导热系数的测量, 如轻质黏土砖、轻质高铝砖、轻质硅砖、莫来石系轻质砖、硅藻土砖、轻质浇注料及其他轻质材料等。

表 1 部分耐火材料导热系数检验结果范围

材 质	平均温度 ¹⁾ / $^{\circ}\text{C}$	导热系数 ¹⁾ / $(\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$	体积密度/ $(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$
轻质黏土砖	350	0.221 ~ 0.442	0.75 ~ 1.20
轻质高铝砖	350	0.291 ~ 0.582	0.4 ~ 1.35
轻质硅砖	350	0.35 ~ 0.42	0.9 ~ 1.1
莫来石系轻质砖	350	0.20 ~ 0.33	0.5 ~ 0.9
硅藻土砖	350	0.143 ~ 0.163	0.5 ~ 0.65
轻质漂珠浇注料	350	0.30 ~ 0.40	0.9 ~ 1.0

1) 平均温度为 $(t_1 + t_2)/2$ 。

2 热线法

热线法测量导热系数有 2 个国家标准, 分别为 GB/T 5990—2006《耐火材料 导热系数试验方法 (热线法)》和 GB/T 10297—1998《非金属固体材料导热系数的测定 热线法》。对于耐火材料导热系数的测定, 显然 GB/T 5990—2006 更有针对性, 在该标准中热线法又分为十字热线法和平行热线法两种导热系数试验方法。

2.1 十字热线法

十字热线法测导热系数的原理是: 试样在炉内加热至规定温度并在此温度下, 用沿试样长度方向埋设在试样中的线状电导体 (热线) 进行局部加热, 热线载有已知恒定功率的电流, 即时间和试样长度方向上功

率不变。从热线的功率和接通电流加热后已知两个时间间隔的温度可以计算导热系数, 此温升与时间的函数就是被测试样的导热系数。

十字热线法测定试样的导热系数, 试样组件应包括 2~3 个相同的试块, 尺寸不小于 $200 \text{ mm} \times 100 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ 。在满足以上条件下, 建议选用 $230 \text{ mm} \times 114 \text{ mm} \times 64 \text{ mm}$ 或 $230 \text{ mm} \times 114 \text{ mm} \times 76 \text{ mm}$ 标准砖做试块。

十字热线法的适用范围为测量温度不大于 $1250 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 导热系数小于 $1.5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, 热扩散率不大于 $10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 的轻质隔热耐火材料。相对于水流量平板法来说, 十字热线法温度测量范围能够覆盖到 $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下至室温, 温度测量范围得到了扩展, 但是在检验用试样方面, 对试样要求的数量较大, 不容易满足检验的要求, 尤其是对于需要样品制备的不定形耐火材料, 其前期工作尤为复杂。

2.2 平行热线法

平行热线法测导热系数的原理是: 测量距埋设在两个试块间热线源规定距离和规定位置上的温度升高所进行的一种动态测量法。试样组件在炉内加热至规定温度并在此温度下保温, 再用沿试样长度方向埋设在试样中的线状电导体 (热线) 进行局部加热, 热线载有已知恒定功率的电流, 即在时间上和试样长度方向上功率不变。热电偶安放在离热线规定的位置, 且平行于热线。从接通加热电流的瞬间开始, 热电偶便开始测量温升随时间的变化, 此温升与时间的函数就是被测试样的导热系数。其电路示意图见图 2, 计算公式为:

$$\lambda = \frac{VI}{4\pi l} \cdot \frac{-E_i\left(\frac{-r^2}{4\alpha t}\right)}{\Delta\theta(t)}, \quad (3)$$

式中: λ 为导热系数, $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$; I 为电流, A ; V 为电压, V ; l 为在热线 P, Q 之间的长度, m ; $\Delta\theta(t)$ 为在 t 时间测量热电偶和示差热电偶之间的温差, K ; r 为热线和测量热电偶的间距, m ; α 为热扩散系数, $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 。

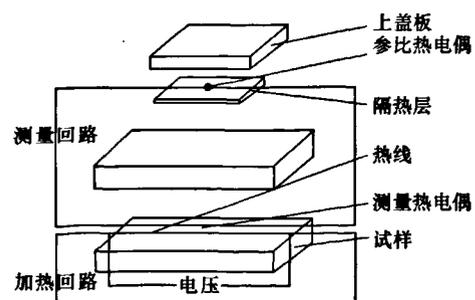


图 2 加热电路和测量电路示意图^[2]

平行热线法测定试样的导热系数,试样组件应包括2~3个相同的试块,尺寸不小于200 mm×100 mm×50 mm。在满足以上条件下,建议选用230 mm×114 mm×64 mm或230 mm×114 mm×76 mm标准砖做试块。

平行热线法的适用范围为测量温度不大于1 250 ℃,导热系数小于 $25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 的耐火材料。其导热系数的测量范围较大,能用于绝大多数轻质隔热和致密耐火制品导热系数的测量。但是,无论是十字热线法还是平行热线法,其采用热线丝进行检验时,由于含碳耐火材料的导电性以及含碳耐火材料在加热过程中容易氧化,都对试验结果有极其严重的影响,故热线法不能用于含碳耐火材料导热系数的测量。

随着检验手段的提高,中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司的专家通过对试样埋炭保护,在热线与试样之间做化学隔离和电绝缘处理,对仪器设备进行相应的改进等措施,建立了含碳耐火材料热导率的测定方法^[2]。但是该方法在电绝缘信号的补偿处理及其他方面,没有建立一套明确的数据库,仅仅做了典型材料的比对试验。笔者以为,作为研究可以,但要作为成熟的检验方法标准还需要做大量的后续工作,目前来说,不具备可操作性。

相对于水流量平板法来说,平行热线法的优势在于温度测量范围能够覆盖到200 ℃以下至室温,温度测量范围得到了扩展,相对比十字热线法来说,能够满足致密耐火材料(含碳耐火材料除外)的检验要求,其使用范围广泛。但是其劣势也比较突出,首先在检验用试样方面,对试样要求的数量较大,不容易满足检验的要求,尤其是对于需要样品制备的不定形耐火材料,其前期工作尤为复杂;其次是有与热线法的相同缺点,如:标准 GB/T 5990—2006 要求检验用的热线,最好采用铂丝、铂-铑合金丝。由于铂丝、铂-铑合金丝的价格比较昂贵,造成了试验成本较高,对于普及使用造成了一定的制约。若采用其他材质的热线丝(如铬镍丝)代替,则存在检验误差及温度测量范围达不到检验的要求(试验温度大于750 ℃时,铬镍丝老化加剧,容易断裂),以及不能进行含碳耐火材料导热系数的测量。

3 激光法

激光法测量导热系数,近几年国内才被各大研究院所、高校、检验机构引入到实际检验中,取得了满意

的效果,逐渐被社会认可。其检测标准由原来的适用于含碳耐火材料,如 YB/T 5291—1999《高炉炭块导热系数试验方法》,逐渐扩展到适用于整个耐火行业,如 GB/T 22588—2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》。下面主要以标准 GB/T 22588—2008 为主,介绍一下激光法测量导热系数。

激光法的原理为:小的薄圆片试样受高强度短脉冲能量辐射,试样正面吸收脉冲能量使背面温度升高,记录试样背面温度的变化。根据试样厚度和背面温度达到最大值的某一百分率所需时间计算出试样的热扩散系数。其详细的原理见标准 GB/T 22588—2008 附录 E。其设备及原理简图^[3]分别见图3和图4。

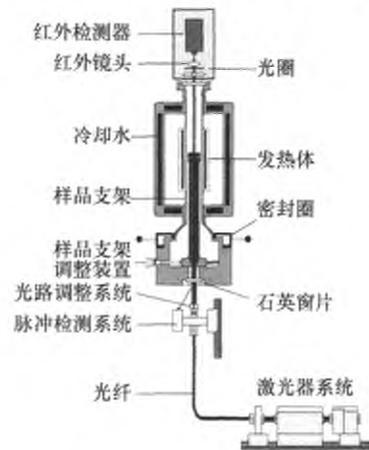


图3 激光法设备示意图

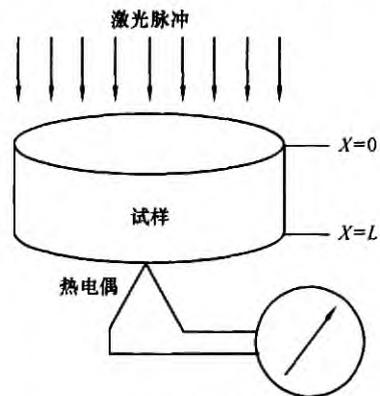


图4 热扩散系数测定原理

激光法测定试样的导热系数,试样尺寸为直径12.7或20 mm的圆柱试样,厚度为1~6 mm。

激光法的适用范围为测量温度在75~2 800 K,热扩散系数在 $10^{-7} \sim 10^{-3} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 时的均匀各向同性固体材料导热系数的测定,具体如:高炉炭砖、石墨砖、半石墨砖、微孔炭砖、超微孔炭砖、铝碳砖、碳化硅砖、铝碳化硅砖、氮化硅结合碳化硅砖、塑性复合刚玉砖等。

激光法测量导热系数具有以下优点:①测量导热系数的温度范围几乎涵盖了耐火材料所能达到所有的使用温度;②由于是激光能量脉冲测定数据,故测量速度快;③能够进行定形耐火制品导热系数包括含碳耐火制品及其特殊耐火制品等的测定,测量范围广。但是,激光法测量导热系数也有许多限制,如:①试样无开口、贯通气孔,工作面必须平整,故不适合于测量轻质隔热耐火材料;②试样尺寸较小,测量的代表性差(要求试样所取部位是能反映使用状况的典型部位);③试样厚度取决于所测量的热扩散系数的大小,选择的试样厚度不当会造成试验误差或不必要的试验失败;④由于试验原理及试样必须为均匀性,且厚度为1~6 mm的缘故,无法进行不定形耐火材料导热系数的测量;⑤由于激光法导热系数测量设备价格昂贵,目前国内此类检验设备较少,同时试样检验成本较高,故普及性不高。

4 热流法

热流法测导热系数的原理为:采用直接通电纵向热流法,圆柱试样通过直流电时,产生的热量主要沿试样纵向向两端传导,达到稳定状态后,认为试样表面是一维纵向热流,对试样和侧向环境热交换予以修正。

热流法测定试样的导热系数,选用直径16 mm,长度160 mm,表面无明显刀痕的圆柱试样。

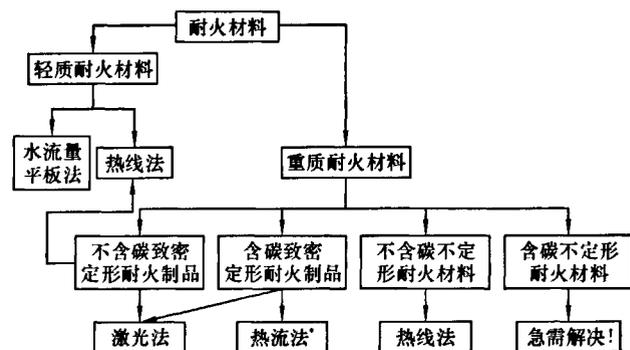
热流法的适用范围为10~800℃石墨材料导热系数的测定,其测量温度范围相对于激光法测量石墨材料导热系数来说,温度范围区域不大,不能进行常温及高端温度导热系数的测量。实际应用中部分设备测量温度能够达到1300℃。热流法适用范围比较窄,仅能测量石墨材料的导热系数,其相应的标准为GB/T 8722—2008《石墨材料中温导热系数测定方法》。

5 小结

除了以上4种耐火材料导热系数测定方法,国家标准中还提到GB/T 10294—2008《绝热材料稳态热阻及有关特性的测定 防护热板法》;GB/T 10295—2008《绝热材料稳态热阻及有关特性的测定 热流计法》;GB/T 10296—2008《绝热层稳态热传递特性

的测定 圆管法》,这3个标准多是耐火材料陶瓷纤维制品中导热系数的试验方法,其标准的针对性较强,在此不再多做说明。

对于与耐火材料导热系数相关的试验方法及使用范围,有了初步的了解,对于如何选用合适的耐火材料导热系数的测试方法,给出了一个可以清晰明了的直观结果,见图5。同时也能看到,对于含碳不定形耐火材料导热系数的测定,以上介绍的耐火材料导热系数的试验方法均不适用,这是由于含碳不定形耐火材料特殊的材料性能(导电,颗粒不均匀,气孔率大,多物相混合,易氧化等)决定的。目前国家及行业也没有相关的标准和技术手段来解决此类问题,客观造成了检验手段的空白,对于评价相关产品的质量造成了一定的困难,引起了一些不必要的纠纷。同时,也为广大的耐火材料专家和技术人员指明了努力的方向。



* 热流法仅适用于含碳定形耐火材料中的石墨材料

图5 耐火材料导热系数试验方法选择流程图

耐火材料导热系数的测量方法,由于其试验原理不同,其适用于耐火材料种类也会有所差别,从试验原理、试样尺寸、温度范围等方面分析比较不同的试验方法,有所针对的分析适用的耐火材料种类,为从事耐火材料导热系数研究、开发、检验等领域的专家和技术人员提供了直观的资料。

参考文献

- [1] 李红霞. 耐火材料手册[M]. 北京:冶金工业出版社,2007:548-610.
- [2] 张亚静,孙萍. 含碳(或碳化硅)耐火材料导热率的测试[J]. 耐火材料,2007,41(2):156-158.
- [3] 王东,孙晓红,赵维平,等. 激光闪射法测试耐火材料导热系数的原理与方法[J]. 计量与测试技术,2009(3):38-39.

耐火材料导热系数的检验方法

作者: 赵维平, 王东
作者单位: 国家陶瓷与耐火材料产品质量监督检验中心 山东淄博255063
刊名: 耐火材料 ISTIC PKU
英文刊名: Refractories
年, 卷(期): 2011, 45(5)

参考文献(3条)

1. 李红霞 耐火材料手册 2007
2. 张亚静;孙萍 含碳(或碳化硅)耐火材料导热率的测试[期刊论文]-耐火材料 2007(02)
3. 王东;孙晓红;赵维平 激光闪射法测试耐火材料导热系数的原理与方法[期刊论文]-计量与测试技术 2009(03)

本文读者也读过(6条)

1. 刘国齐, 杨金松, 李红霞, 杨文刚, 马天飞 耐火材料断裂能的测试[期刊论文]-耐火材料2011, 45(3)
2. 陈桂平, 韩兵强, Chen Guiping, Han Bingqiang 含钒渣对铝碳材料的侵蚀[期刊论文]-耐火材料2011, 45(5)
3. 李吉利, 蒋明学, Li Jili, Jiang Mingxue TiN粉末的制备方法[期刊论文]-耐火材料2011, 45(5)
4. 王旭东, 蒋美萍 稳态平板法测导热系数精度的研究[期刊论文]-大学物理实验2011, 24(5)
5. 廖小波, 朱茂, 李乾春, 肖印, 付鑫, 石东平 3种材料绝热性能的实验研究——基于导热系数测定实验[期刊论文]-重庆文理学院学报: 自然科学版2011, 30(6)
6. 李志坚, Li Zhijian 对辽宁省镁质耐火原料的思考[期刊论文]-耐火材料2011, 45(5)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nhc1201105022.aspx