

# 耐火材料热膨胀试验方法解析

张亚静

国家耐火材料质量监督检验中心 洛阳 471039

**摘要** 叙述了顶杆法热膨胀试验的测试方法及设备、校验方法及标准样,并通过对部分耐火材料的热膨胀值的测试对其精度进行了验证。结果表明:该方法及设备具有良好的测试精度,能用于测试耐火材料的膨胀性能。

**关键词** 耐火材料 热膨胀 测试方法

炉窑通常是在常温下砌筑,而在高温下使用时,由于耐火材料的膨胀性使炉体发生膨胀。为抵消热膨胀造成的影响,需预留膨胀缝,而线膨胀率和线膨胀系数是预留膨胀缝大小和砌体总尺寸的关键参数。因此,正确选用合适热膨胀系数的材料是进行窑炉设计及砌筑的前提条件。

目前,国内耐火材料行业大多采用顶杆法测试材料的线膨胀率。本文就顶杆式热膨胀的测试设备及技术作了描述,分析了影响测试结果的主要因素,并通过科学的系统校正,提高了测试的精度,并通过对部分耐火材料的热膨胀测试进行验证。

## 1 测试方法简介

我国采用的顶杆式热膨胀测定方法是以规定的升温速率将试样加热到指定的试验温度,测定随温度升高试样长度的变化值,计算出试样随温度升高的线膨胀率和指定温度范围的平均线膨胀系数。

作为传统的热膨胀仪中的顶杆法热膨胀仪的优点是结构简单,操作方便,适用各种形状的试样,缺点是属于接触、相对测量方法,需要用标准样对系统进行标定。顶杆法热膨胀仪主要由两部分组成:即温度测控系统和位移测量系统。位移测定有多种方法,它是利用某种稳定材料制成顶杆把试样的膨胀从加热区传递到加热炉外的与其接触的位移传感器。由熔融石英制成的顶杆可测试到 700 °C,刚玉顶杆可测试到 1 650 °C,更高的温度可以采用石墨。

试样由室温至试验温度的各温度区间的线膨胀率按下式计算:

$$\rho = \frac{(L_1 - L_0) + A_k(t)}{L_0} \times 100$$

式中  $\rho$ ——试样的线膨胀率(精确至 0.01) %

$L_0$ ——试样在室温下的长度, mm

$L_1$ ——试样加热至试验温度  $t$  时的长度, mm

$A_k(t)$ ——在温度  $t$  时仪器的校正值

试样由室温至试验温度的平均线膨胀系数按下式计算:

$$\alpha = \frac{\rho}{(t_1 - t_0) \times 100}$$

式中  $\alpha$ ——试样的线膨胀系数, °C<sup>-1</sup>

$\rho$ ——试样的线膨胀率, %

$t_0$ ——室温, °C

$t_1$ ——试验温度, °C

## 2 设备参数及测试步骤

### 2.1 设备参数

使用的设备是由中钢集团洛阳耐火材料研究院仪器设备公司研制的全自动热膨胀测试仪器。其主要参数:1)使用温度 1 600 °C; 2)炉温稳定度  $\pm 1$  °C; 3)试样外形尺寸:  $\phi 10$  mm  $\times$  50 mm 及  $\phi 20$  mm  $\times$  100 mm; 4)气氛:空气或氮气; 5)结构形式:示差顶杆卧式。

该设备具有以下优点:

(1)加热炉由高性能耐火材料砌筑而成,可确保炉温均匀,节能节电;

(2)装样机构由特制的高纯刚玉制品和金属构件组成,保证了将试样平稳放置在试验炉中心均温区内,且确保试样膨胀、收缩时系统零摩擦(摩擦力尽可能小,仅利用位移传感器弹簧弹力即可自动跟踪试样的膨胀、收缩);

(3)主回路采用了可控硅模块,整个主回路简单、明了,维护便利,测控系统的原理图见图 1;

\* 张亚静,女,1968年生,高级工程师。

收稿日期 2006-11-29

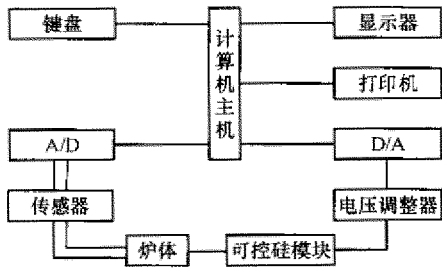


图1 测控系统原理示意图

(4)冷却机构保证了位移传感器及测量支架升温较小且稳定,还有效地防止了水压不稳造成的震动;

(5)通气装置可通入  $N_2$  保护含碳材料免受氧化,在进行降温试验时通过空气鼓风装置(适用于非含碳材料)或通入  $N_2$  加速炉体冷却,这对于缩短测试周期十分有效。

## 2.2 测试步骤

钻取或切取尺寸为  $\phi 10\text{ mm} \times (45 \sim 50)\text{ mm}$  或  $\phi 20\text{ mm} \times (80 \sim 100)\text{ mm}$  的待测试样,其两端面应磨平且互相平行并与其轴线垂直,并在  $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$  烘干后在干燥器中冷却后测量试样的长度,精确至  $0.02\text{ mm}$ 。

将待测试样放入装样管内,试样的一端与顶杆接触,热电偶的热端位于试样长度的中心并与其接触。调整测量装置使试样、顶杆及位移传感器接触良好,以便能及时测出试样的膨胀和收缩。

按照计算机提示的步骤首先输入必要的参数并设定温度曲线,从室温开始,以设定的升温制度进行加热,一般升温速率控制在  $4 \sim 5^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  (也可根据测试需要进行保温和降温),然后由计算机和位移传感器自动记录试样的长度变化,直至试验结束。线膨胀率和平均线膨胀系数的测试结果将自动存储在计算机里,可以随时调用并进行数据分析。

## 3 设备校验及标准样

### 3.1 设备校验

用顶杆法膨胀仪测量长度变化时,测得的膨胀结果为试样和装样管的变化,因而测试结果需要校正。仪器的校正函数采用标准样,取数次空白试验的平均值,计算出对应于各温度点的仪器校正值来求得。

在给定设备条件下,仪器校正值  $A_k(t)$  的测试方法应是一定的,顶杆法膨胀仪采用的是示差结构,其满足下式:

$$A_k(t) = A_E(t) - A_{EM}(t)$$

式中  $A_k(t)$ ——设备的校正函数,  $\mu\text{m}$

$A_E(t)$ ——已知的标准样随温度的长度变化,  $\mu\text{m}$

$A_{EM}(t)$ ——所测得的函数,  $\mu\text{m}$

在不同的试验条件下操作的设备有各自的校正

值。当设备部件如测头、顶杆、装样管更换时,要重新测定设备校正值。

### 3.2 标准样

在评价1台设备测试结果的准确性时,用于校验设备的标准样是不可忽视的。也就是说,测试结果的可靠程度是建立在设备采用标准样的膨胀值对测试系统的校验基础上。标准样一般采用那些成分和工艺过程确定,能够精确复制,热膨胀值稳定并已经有公认测定值的材料。它不是单一物质而是一个系列,以适应不同测试范围的膨胀值及不同温度的参比。要保证膨胀值稳定的标准样还应具备一些特殊的性能,例如均质、各向同性、在不同气氛和不同温度下性能稳定。标准样的尺寸应与被测试样相当,它的长度变化应是温度的已知函数,或者说在一定的试验温度时的长度变化应是定值,而且不应包括不可逆的部分。

作为耐火材料热膨胀测试的标准样一般来讲有3种:1)烧结刚玉  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量大于  $99.5\%$ ),适用于  $1700^\circ\text{C}$  以下;2)铂(纯度  $99.999\%$ ),铂标准样在  $1000^\circ\text{C}$  以上使用时,有再结晶的发生,推荐使用在  $1000^\circ\text{C}$  以下;3)石英玻璃( $\text{SiO}_2$  含量大于  $99.5\%$ ),须采用无色透明和高软化点的单一成分的玻璃,应在  $1050^\circ\text{C}$  下退火  $8\text{ h}$ ,并严禁在  $1100^\circ\text{C}$  以上使用。表1列出了常用标准样的标准值。

表1 标准样的线膨胀率

温度/ $^\circ\text{C}$	标准样的线膨胀率			%
	烧结刚玉	铂	石英玻璃	
100	0.046	0.070	0.004	
200	0.112	0.164	0.011	
300	0.190	0.262	0.017	
400	0.270	0.363	0.022	
500	0.354	0.464	0.027	
600	0.444	0.596	0.031	
700	0.535	0.678	0.035	
800	0.626	0.786	0.039	
900	0.721	0.901	0.042	
1000	0.812	1.010	0.046	
1100	0.916	-	-	
1200	1.010	-	-	
1300	1.110	-	-	
1400	1.200	-	-	
1500	1.310	-	-	

## 4 验证试验

### 4.1 适用性验证

按照国标 GB/T 7322 测试程序,选用几种典型的耐火材料(高铝砖、硅砖、镁砖等)进行测试,其测试结果列于表2。由于测试设备采用了良好的位移传感器,此方法具有很好的适用性,不仅可以测量膨胀率非常小的石英制品,同时也能测试高膨胀率的硅质材

料和镁质材料。

表2 部分材料的线膨胀率 %

温度/℃	高铝砖	硅砖	镁白云石砖	石英水口
100	0.05	0.11	0.06	0.01
200	0.09	0.59	0.17	0.02
300	0.14	0.94	0.31	0.03
400	0.21	1.06	0.44	0.04
500	0.27	1.13	0.57	0.05
600	0.33	1.20	0.70	0.06
700	0.40	1.24	0.84	0.07
800	0.49	1.27	0.98	0.08
900	0.56	1.28	1.11	0.09
1 000	0.62	1.28	1.23	0.10

#### 4.2 精度测试

提高设备的精度首先要保证测试系统的稳定性,除了整个设备的电器及机械机构的稳定外,还应考虑示差机构的材料化学组成及生产工艺的稳定性。最终结果主要表现在对线膨胀率  $\rho$  和线膨胀系数  $\alpha$  测试的稳定性。线膨胀测量的主要误差源于对温度的测量精度和位移的测量精度,温度和位移是测控的两个重要参数,它的测量结果直接参与公式计算。因此,试验选用了  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的含量大于 99.5% 烧成温度不小于 1 780 ℃ 的刚玉装样管,同时选用了符合工业标准的热电偶,高分辨率和良好线形度的位移传感器和高性能 A/D 转换来降低误差。表 3 为刚玉试样重复性

表3 刚玉试样重复性试验

试验温度/℃	第一次测试		第二次测试		二次试验结果之差	
	$\rho_1$ /%	$\alpha_1 \times 10^6$ /℃ <sup>-1</sup>	$\rho_2$ /%	$\alpha_2 \times 10^6$ /℃ <sup>-1</sup>	$(\rho_1 - \rho_2)$ /%	$(\alpha_1 - \alpha_2)$ $\times 10^6$ /℃ <sup>-1</sup>
50.3	0.02	8.46	0.02	8.30	0	0.16
100.4	0.05	6.18	0.05	5.89	0	0.29
200.6	0.11	6.18	0.11	6.01	0	0.17
300.3	0.19	6.88	0.19	6.84	0	0.04
400.3	0.27	7.15	0.27	7.20	0	-0.05
500.4	0.35	7.29	0.36	7.45	-0.01	-0.16
600.1	0.45	7.80	0.45	7.77	0	0.03
700.3	0.53	7.90	0.54	7.91	0	-0.01
800.0	0.63	8.10	0.63	8.13	0	-0.03
900.0	0.72	8.23	0.72	8.20	0	0.03
1 000.4	0.81	8.31	0.81	8.32	0	-0.01
1 100.0	0.91	8.48	0.91	8.47	0	0.01
1 200.6	1.01	8.60	1.01	8.58	0	0.02
1 300.0	1.11	8.69	1.10	8.63	0.01	0.05
1 400.3	1.20	8.71	1.19	8.64	0.01	0.07
1 500.0	1.30	8.84	1.31	8.85	-0.01	-0.01
1 600.1	1.40	8.90	1.40	8.89	0	0.01

试验数据汇总表。从表 3 可见,同一块试样测试的  $\rho$  偏差最大为 0.01%, 优于该方法同一实验室重复性试验不超过 0.06% 之规定;  $\alpha$  偏差最大为  $0.29 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 优于该方法同一实验室重复性试验不超过  $0.5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  之规定,说明该方法及测试设备具有良好的精度。

#### 4.3 试验方法存在的问题

试样的形状尺寸会对测试结果热膨胀率造成影响,即加热速率的变化会对测试结果的影响见表 4。表 4 是硅砖采用不同升温速率在同一设备的测试结果。

表4 加热速率的变化对硅砖热膨胀率测试结果的影响

温度/℃	3 ℃ · min <sup>-1</sup>	5 ℃ · min <sup>-1</sup>	7 ℃ · min <sup>-1</sup>
50	0.04	0.04	0.04
100	0.14	0.13	0.14
150	0.39	0.36	0.35
200	0.63	0.60	0.56
250	0.82	0.82	0.76
300	0.90	0.89	0.86
400	1.01	1.01	0.99
500	1.09	1.09	1.07
600	1.14	1.14	1.12
700	1.18	1.18	1.17
800	1.22	1.22	1.21
900	1.24	1.23	1.23
1 000	1.24	1.23	1.23

在 300 ℃ 之前,加热速率的变化会对测试结果产生明显的影响,主要是由于硅砖在 300 ℃ 之前膨胀激烈,加热过程中造成试样品内部温度分布不均,从而形成变化的温度场,产生热应力,对其变化值造成不可避免的误差,也会影响热膨胀系数的一致性,故应根据试样的导热能力和试样直径调整加热速度。尽管国标规定了对于硅质制品的  $\phi 10 \text{ mm}$  和  $\phi 20 \text{ mm}$  不同试样可采用不同的升温速率,但探讨不同尺寸的试样采用不同的升温速率仍是今后研究的重点。

## 5 发展方向

随着技术的不断发展,顶杆式测试方法更加普及,自动化程度也有较高的提高,测试的温度目前可测到 1 600 ℃,并且能够同时测量  $\phi 10 \text{ mm}$  及  $\phi 20 \text{ mm}$  试样。准确测试材料的线膨胀率,利用膨胀曲线的膨胀及收缩进行热分析,从而指导材料的研究。

作者: [张亚静](#)  
作者单位: [国家耐火材料质量监督检验中心, 洛阳, 471039](#)  
刊名: [耐火材料](#) ISTIC PKU  
英文刊名: [REFRATORIES](#)  
年, 卷(期): 2007, 41 (4)

## 本文读者也读过(10条)

1. [王秀芳](#) [耐火材料荷载下热膨胀率的测试](#) [期刊论文]-[耐火材料](#)2009, 43 (6)
2. [李明德](#). [殷登泉](#). [刘敏](#). [LI Min-de](#). [YIN Dun-gao](#). [LIU Ming](#) [用折射率值测定无机非金属晶体材料的热膨胀等重要性能](#) [期刊论文]-[中国陶瓷](#)2000, 36 (6)
3. [王学泽](#). [张文华](#) [等](#) [静压金属钨钨材线膨胀系数及高温密度的测试](#) [期刊论文]-[稀有金属](#)2003, 27 (1)
4. [李清海](#). [姚燕](#). [孙蓓](#). [LI Qinghai](#). [YA Yan](#). [SUN Bei](#) [水泥基材料热膨胀性能测试方法发展现状](#) [期刊论文]-[新型建筑材料](#)2007, 34 (6)
5. [丁士卫](#). [钱春香](#). [陈德鹏](#) [水泥石热变形性能试验研究](#) [会议论文]-
6. [张普庆](#). [孙清洲](#). [李明弟](#). [刘喜俊](#). [王兰城](#). [ZHANG Pu-qing](#). [SUN Qing-zhou](#). [LI Ming-di](#). [LIU Xi-jun](#). [WANG Lan-cheng](#) [铸造用砂热膨胀性测试装置的开发与应用](#) [期刊论文]-[实验室研究与探索](#)2007, 26 (6)
7. [吕勇](#). [王正道](#) [一种低维材料热膨胀系数的测试系统](#) [期刊论文]-[工具技术](#)2004, 38 (7)
8. [王巍](#) [水泥基材料热膨胀性能热膨胀综述](#) [期刊论文]-[科协论坛 \(下半月\)](#) 2009 (7)
9. [高雅](#). [孙建林](#). [贡冰](#). [GAO Ya](#). [SUN Jianlin](#). [YUN Bing](#) [Q460C钢连续冷却转变规律研究](#) [期刊论文]-[热加工工艺](#)2011, 40 (10)
10. [张丽鹏](#). [吴永霞](#). [魏明坤](#) [SiC质耐火材料的氧化机理](#) [期刊论文]-[现代技术陶瓷](#)2002, 23 (3)

本文链接: [http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_nhcl200704022.aspx](http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nhcl200704022.aspx)