

ГОСТ 12170—85

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ОГНЕУПОРЫ

СТАЦИОНАРНЫЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ОГНЕУПОРЫ****ГОСТ
12170—85****Стационарный метод измерения теплопроводности**

Refractories.

Взамен

Stationary method of thermal conductivity determination

ГОСТ 12170—76МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 апреля 1985 г. № 1128 дата введения установлена

01.01.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод измерения теплопроводности огнеупоров с теплопроводностью от 0,13 до 15 Вт/(м·К) при стационарном одномерном температурном поле в плоском образце и при температуре на горячей стороне образца от 400 до 1350 °С.

Стандарт не распространяется на волокнистые и сыпучие огнеупоры.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4552—84.

1. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

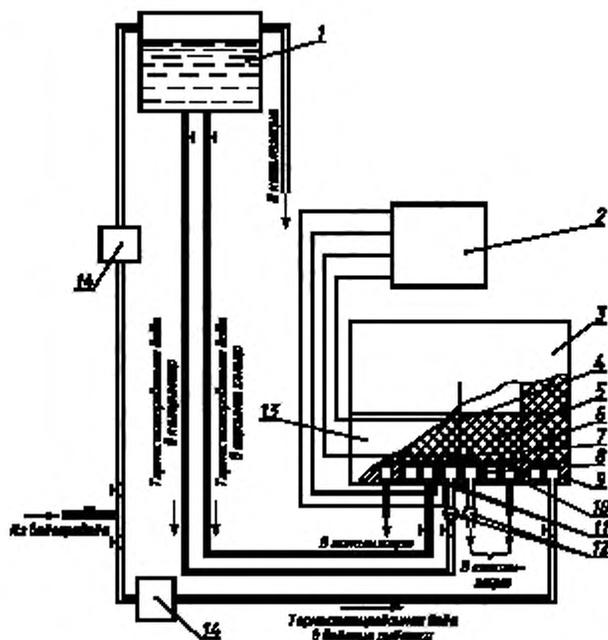
1.1. Метод отбора образцов, подлежащих измерению, их количество, а также температура измерения устанавливаются по нормативно-технической документации на конкретный материал. Если в ней не установлено количество образцов, теплопроводность определяют на одном образце.

1.2. Образец должен иметь форму прямоугольного параллелепипеда с размерами 114 × 114 × (65—32) мм. Огнеупоры с теплопроводностью 0,13—0,18 Вт/(м·К) испытывают на образцах толщиной 32 мм. Отклонения по размерам образца допускаются ±2 мм.

Допускается применение образцов больших размеров, если это не приводит к увеличению погрешности определения теплопроводности.

2. АППАРАТУРА

Установка для измерения теплопроводности (см. чертеж):



1 — водонапорный бак; 2 — прибор для измерения термоэДС; 3 — верхняя часть печи; 4 — термоэлектрический преобразователь платинородий-платиновый; 5 — образец; 6 — теплоизоляция боковой поверхности образца; 7 — термопреобразователь хромель-алюмелевый; 8 — калориметр; 9 — водяная рубашка; 10 — охранный кольцо; 11 — термопреобразователи хромель-копелевые; 12 — термометры для измерения повышения температуры воды в калориметре; 13 — нижняя часть печи; 14 — регулирующее устройство для поддержания заданной температуры воды

2.1. Электропечь, обеспечивающую односторонний нагрев испытуемого образца (его горячей поверхности) до заданной температуры в воздушной среде. Печь состоит из двух частей — верхней и нижней. В верхней части расположено не менее трех карбидокремниевых нагревателей. Допускается применение других видов нагревателей, обеспечивающих заданную температуру нагрева образца. В нижней части печи в одной горизонтальной плоскости расположены калориметр с охранным кольцом и водяная рубашка. Площадь поверхности калориметра, контактирующей с образцом, должна составлять 10—30 % площади образца.

2.2. Трансформатор по ГОСТ 9680—77. Допускается применение системы автоматического регулирования нагрева образца и других источников автоматического регулирования нагрева образца.

2.3. Водонапорный бак вместимостью не менее 100 дм³ с постоянным уровнем воды, установленный на высоте не менее 2,5 м от плоскости калориметра. Допускается другая высота установки бака, если обеспечивается указанный в п. 4.2 расход воды.

2.4. Термостат жидкостный лабораторный. Допускается применять регулирующее устройство, обеспечивающее поддержание заданной температуры воды с погрешностью не более 0,5 °С и нестабильностью во время измерения не более 0,1 °С.

2.5. Прибор для измерения термоэДС от 0 до 50 мВ с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,025$ мВ.

2.6. Коммутирующее устройство, позволяющее подключить к измерительному прибору не менее четырех термоэлектрических преобразователей (термопреобразователей).

2.7. Термопреобразователь платинородий-платиновый, изготовленный из платиновой проволоки марки ПлТ и проволоки платинородиевого сплава марки ПР-10 диаметром 0,5 мм по ГОСТ 10821—75.

2.8. Термопреобразователь хромель-алюмелевый, изготовленный из проволоки диаметром 0,5 мм сплавов хромель Т и алюмель по ГОСТ 1790—77.

2.9. Два термопреобразователя хромель-копелевых (или хромель-алюмелевых), изготовленных из проволоки диаметром не более 0,5 мм сплавов хромель Т и копель (или алюмель) по ГОСТ 1790—77. Допускается дифференциальное соединение термопреобразователей.

2.10. Три ртутных термометра с ценой деления шкалы не более 0,1 °С, обеспечивающих измерение температуры в интервале от 0 до 50 °С по ГОСТ 28498—90.

2.11. Два метастатических ртутных термометра с ценой деления основной шкалы не более 0,01 °С, обеспечивающие измерение разности температур от 0 до 3 °С.

Допускается применять термобатареи или другие датчики, обеспечивающие измерение разности температур с пределом допустимой погрешности $\pm 0,015$ °С.

2.12. Три термометра с ценой деления шкалы не более 0,5 °С, обеспечивающие измерение температуры в интервале от 0 до 50 °С, по ГОСТ 28498—90.

2.13. Устройство для измерения расхода воды с пределом допускаемой погрешности $\pm 2,5$ %, например, цилиндр мерный вместимостью от 200 до 250 см³ с ценой деления шкалы не более 5 см³ по ГОСТ 1770—74 и секундомер с ценой деления шкалы не более 0,2 с.

2.14. Штангенциркуль с ценой деления шкалы не более 0,1 мм, обеспечивающий измерение размеров от 0 до 125 мм, по ГОСТ 166—89.

2.15. Весы технические с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,5$ г.

2.16. Допускается применять другую аппаратуру, удовлетворяющую требованиям пп. 2.2—2.14.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

3.1. Нижнюю поверхность образца подшлифовывают.

3.2. По середине больших граней образца пропиливают канавки глубиной и шириной от 1,5 до 2,5 мм.

При испытании электропроводных огнеупоров (карбидокремниевых, углеродистых и др.) канавка выполняется ступенчатой. Вышеуказанный размер канавки выдерживают только в центре образца на длине от 20 до 30 мм, а на остальной длине допускается его увеличение в соответствии с диаметром электроизоляции термоэлектродов, однако не более 4 × 4 мм.

3.3. Образец высушивают при температуре от 105 до 120 °С до постоянной массы. Масса считается постоянной, если результат последующего взвешивания, проведенного после 1 ч сушки, отличается от предыдущего не более чем на 0,1 %.

3.4. Измеряют штангенциркулем толщину образца между основаниями канавок и диаметры спаев термопреобразователей.

Спаи термопреобразователей располагают в середине верхней и нижней канавок, плотно прижимают к образцу и закрепляют при помощи замазки из измельченного огнеупора того же состава (фракции не более 0,2 мм) с добавлением связующего вещества, не вступающего в химическое взаимодействие с термопреобразователями и образцом (например, увлажненной огнеупорной пластичной глины).

На верхней (горячей) поверхности образца устанавливают платинородий-платиновый термопреобразователь, на нижней (холодной) — хромель-алюмелевый.

При температуре нагрева верхней поверхности образца не более 900 °С допускается применять хромель-алюмелевые термопреобразователи на обеих сторонах образца. При разовом применении допускается использовать хромель-алюмелевые термопреобразователи до 1100 °С.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

4.1. Образец устанавливают на калориметр с охранным кольцом.

При испытании плотных огнеупоров рекомендуется образец устанавливать на тонкий слой огнеупорной засыпки (например, шамотной, корундовой, магнезитовой и др.) толщиной не более 2 мм (фракции не более 0,2 мм) или на четыре пластинки одинаковой толщины из плотного огнеупора или асбестоцемента, расположенные по углам образца. Толщина пластинок не должна превышать 1 мм, расхождение толщин допускается не более 0,15 мм.

Боковую поверхность образца теплоизолируют огнеупором с теплопроводностью, не превышающей теплопроводность испытуемого образца, но не более 0,25 Вт/(м·К) при минимальной температуре измерения и 0,5 Вт/(м·К) при максимальной температуре измерения. Верхнюю часть печи устанавливают над образцом и опускают до соприкосновения с теплоизоляцией боковой поверхности образца.

4.2. Подают воду в калориметр, охранный кольцо и водяную рубашку.

Устанавливают постоянный расход воды, протекающей через калориметр, и измеряют его.

С. 4 ГОСТ 12170—85

Расход воды при испытании теплоизоляционных огнеупоров рекомендуется поддерживать в пределах от 6 до 12 дм³/ч, при испытании плотных огнеупоров — от 10 до 18 дм³/ч.

Расход воды, проходящей через охранное кольцо и водяную рубашку, должен быть в 5—7 раз больше, чем через калориметр.

4.3. Включают печь и производят ее плавный разогрев со скоростью не более 500 °С/ч.

Наблюдение за разогревом печи ведут по термопреобразователю, помещенному на горячей стороне образца.

4.4. Регулируют температуру воды в калориметре, охранном кольце и водяной рубашке при помощи регулирующего устройства, а также путем изменения расхода воды, проходящей через охранное кольцо и водяную рубашку.

Средняя температура воды в калориметре не должна отличаться от температуры в воздушном пространстве непосредственно под нижней частью печи более, чем на 1 °С — для теплоизоляционных и на 3 °С — для плотных огнеупоров. Контроль температуры воды производят в соответствии с п. 4.6. Температуру воздушного пространства измеряют термометром с ценой деления шкалы не более 0,5 °С.

Температура охранного кольца не должна отличаться от температуры калориметра более, чем на 1 °С — для теплоизоляционных и на 3 °С — для плотных огнеупоров. Контроль осуществляют с помощью хромель-копелевых термопреобразователей, припаянных к калориметру и охранному кольцу, и прибора для измерения термоэдс, температуру холодных спаев термопреобразователей определяют по термометру с ценой деления шкалы не более 0,5 °С.

Температура воды в водяной рубашке не должна отличаться от температуры помещения более, чем на 4 °С. Контроль осуществляют термометром с ценой деления шкалы не более 0,5 °С.

4.5. После достижения на горячей стороне образца заданной температуры испытания с отклонением не более ±20 °С ее поддерживают на достигнутом уровне до окончания испытания с нестабильностью не более ±3 °С.

4.6. После достижения стационарного распределения температуры по образцу (распределение считается стационарным, если в течение 1 ч нестабильность температуры горячей и холодной сторон образца не превышает ±3 °С) через каждые 10—15 мин в течение 1 ч производят следующие замеры:

измеряют температуры на верхней и нижней сторонах образца с помощью термопреобразователей и прибора для измерения термоэдс, температуру холодных спаев термопреобразователей определяют по термометру с ценой деления шкалы не более 0,5 °С;

измеряют повышение температуры воды в калориметре: при повышении температуры воды более, чем на 1,5 °С — для огнеупоров с теплопроводностью не более 1,5 Вт/(м·К) — используют термометры с ценой деления шкалы не более 0,1 °С, при повышении температуры воды на 1,5 °С и меньше — используют метастатические термометры с ценой деления шкалы не более 0,01 °С, при этом температуру на входе в калориметр измеряют термометром с ценой деления шкалы не более 0,1 °С, установленным последовательно с метастатическим термометром;

измеряют расход воды, протекающей через калориметр.

4.7. Измерения считаются законченными, если четыре последовательных измерения теплового потока с разбросом от среднего его значения — не более 4 %. В случае невыполнения данного условия измерения следует повторить.

4.8. При измерении разности температур (пп. 4.4 и 4.6) систематическую погрешность исключают совместной градуировкой термометров (или термопреобразователей).

4.9. Запись результатов измерений производят по форме, приведенной в приложении.

4.10. Огнеупоры, претерпевающие в процессе измерения структурные и физико-химические превращения, приводящие к нарушению температурного поля в образце, например, безобжиговые, надлежит испытывать после термической обработки, режим которой должен соответствовать установленному в нормативно-технической документации на конкретные огнеупоры.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Теплопроводность (λ) в Вт/(м·К) вычисляют для каждого измерения по формуле

$$\lambda = \frac{Q \delta}{S(t_{\text{top}} - t_{\text{max}})}; \quad Q = c \cdot v \cdot \Delta t,$$

где Q — тепловой поток, проходящий через образец, Вт;

c — удельная теплоемкость воды, равная $4,19 \cdot 10^3$ Дж/(кг·К);

v — массовый расход воды, проходящей через калориметр, кг/с;

Δt — повышение температуры воды в калориметре, К, вычисляемое по формуле $\Delta t = t_{\text{вых}} - t_{\text{вх}}$,

где $t_{\text{вх}}$, $t_{\text{вых}}$ — температура воды на входе и выходе из калориметра, °С;

δ — расстояние между центрами спаев термопреобразователей в образце, м;

S — площадь калориметра, м²;

$t_{\text{гор}}$, $t_{\text{хол}}$ — температуры на горячей и холодной сторонах образца, °С.

5.2. За результат измерения теплопроводности принимают среднее арифметическое результатов последних четырех измерений, округленное до трех значащих цифр.

5.3. Вычисленное значение теплопроводности относят к средней температуре образца $t_{\text{ср}} = \frac{t_{\text{гор}} + t_{\text{хол}}}{2}$ и обозначают $\lambda_{t_{\text{ср}}}$. Например, $\lambda_{45,7}$.

5.4. Относительная погрешность измерения теплопроводности по данной методике не превышает:

для огнеупоров с λ более 0,4 Вт/(м·К) — 10 %,

для огнеупоров с λ от 0,18 до 0,4 Вт/(м·К) — 10 % при измерении образцов толщиной 32 мм и 15 % при измерении образцов толщиной 65 мм,

для огнеупоров с λ менее 0,18 Вт/(м·К) — 15 %.

5.5. Результат измерения заносят в протокол, в котором указывают:

обозначение настоящего стандарта;

номер партии и номер образца;

наименование огнеупора, марку, типоразмер;

результат измерения: температуры на горячей, холодной сторонах образца, среднюю температуру измерения и теплопроводность;

место, дату измерения и подпись исполнителя.

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

| Дата измерения | Номер партии | Наименование огнестойкого материала, марка, типоразмер, обозначение стандарта | Номер образца | Площадь calorиметра, м ² ; расстояние между центрами спаев термопар δ·10 ³ , м | Номер измерения | Время измерения | Температура холодных спаев термопар, °С | Температура образца | | | |
|----------------|--------------|---|---------------|--|-----------------|-----------------|---|---------------------|------------------------|---------------------|-------------------------|
| | | | | | | | | на горячей стороне | | на холодной стороне | |
| | | | | | | | | Термоэдс., мВ | t _{гипр} , °С | Термоэдс., мВ | t _{холод} , °С |
| | | | | | | | | | | | |

Продолжение

| Расход воды | | | Температура воды в calorиметре | | Повышение температуры воды в calorиметре, Δt = t _{вых} - t _{вх} , К | Тепловой поток Q = c·ρ·Δt, Вт | Теплопроводность λ = $\frac{Q \delta}{S(t_{гипр} - t_{холод})}$, Вт/(м·К) | Средняя температура образца, t _{ср} = $\frac{t_{гипр} + t_{холод}}{2}$, °С |
|-----------------------------|--|--|---------------------------------|-------------------------------|---|-------------------------------|--|--|
| длительность измерения t, с | объем по цилиндру V _ц ·10 ⁶ , м ³ | массовый расход V _м ·10 ³ = $\frac{V_{ц}}{t}$, кг/с | на выходе t _{вых} , °С | на входе t _{вх} , °С | | | | |
| | | | | | | | | |

Редактор Р.С. Федорова
Технический редактор Н.С. Гришанова
Корректор М.С. Кабаева
Компьютерная верстка И.А. Налейкиной

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 28.02.2003. Подписано в печать 20.03.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Тираж 68 экз. С 10064. Зак. 249.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Пар № 080102