ГОСТ 12170—85

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ

СТАЦИОНАРНЫЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 666.76:536.2(083.74):006.354 Группа И29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ

Стационарный метод измерения теплопроводности

Refractories.
Stationary method of thermal conductivity determination

ГОСТ
12170—85

Взамен
ГОСТ 12170—76

МКС 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

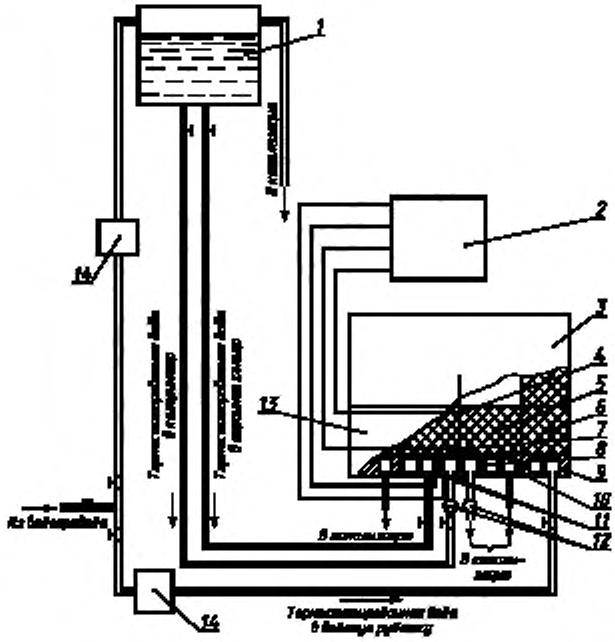
Установка для измерения теплопроводности (см. чертеж):

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Февраль 2003 г.

© Издательство стандартов, 1985
© ИПК Издательство стандартов, 2003



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* — охранное 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 дм^3 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 ±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 ±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 ±2,5 %, например, цилиндр мерный вместимостью от 200 до 250 $см^3$ с ценой деления шкалы не более 5 $см^3$ 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 ±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 обоих 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 асбоцемента, 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, охранное кольцо и водяную рубашку.

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

Расход воды при испытании теплоизоляционных огнеупоров рекомендуется поддерживать в пределах от 6 до 12 дм^3/ч, при испытании плотных огнеупоров — от 10 до 18 дм^3/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

$$\lambda = \frac{Q\delta}{S(t_{гор} - t_{хол})}; \quad Q = c \cdot \nu \cdot \Delta t,$$

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

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

S — площадь калориметра, $м^2$;

$t_{гор}$, $t_{хол}$ — 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 $t_{ср} = \frac{t_{гор} + t_{хол}}{2}$ и обозначают $\lambda_{t_{ср}}$. Например, λ_{457}.

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.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

Дата измерения	Номер партии	Наименование огнеупора, марка, типоразмер, обозначение стандарта	Номер образца	Площадь калориметра, $м^2$; расстояние между центрами спаев термопар $\delta \cdot 10^3$, м	Номер измерения	Время измерения	Температура холодных спаев термопар, °С	Температура образца			
								на горячей стороне		на холодной стороне	
								Термоэдс, мВ	$t_{гор}$, °С	Термоэдс, мВ	$t_{хол}$, °С

Продолжение

Расход воды			Температура воды в калориметре		Повышение температуры воды в калориметре, $\Delta t = t_{вых} - t_{вх}$, К	Тепловой поток $Q = c \cdot \gamma \cdot \Delta t$, Вт	Теплопроводность $\lambda = \frac{Q\delta}{S(t_{гор} - t_{хол})}$, Вт/(м·К)	Средняя температура образца, $t_{ср} = \frac{t_{гор} + t_{хол}}{2}$, °С
длительность измерения τ, с	объем по цилиндру $V_ц \cdot 10^6$, $м^3$	массовый расход $V \cdot 10^3 = \frac{V_ц}{\tau} \cdot 10^6$, кг/с	на выходе $t_{вых}$, °С	на входе $t_{вх}$, °С				

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
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.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru