

脉冲激振式耐火材料高温弹性模量测试仪及其应用

李永刚 娄海琴 谭丽华 余成林 李晓睿

中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司 先进耐火材料国家重点实验室 河南洛阳 471039

摘要 简要介绍了由中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司自主研发的具有自主知识产权的高温弹性模量测试仪的基本原理、结构特点、性能参数,利用该设备对耐火材料进行应用研究。结果表明:不同材质耐火材料的弹性模量随温度的变化趋势不同;耐火材料的高温弹性模量与其烧结过程、高温抗折强度具有很强的相关性;利用频谱图可直观判断材料内部是否存在较大的缺陷。

关键词 无损检测,脉冲激振法,高温弹性模量测试仪

弹性模量测试方法有多种,可分为静态法和动态法。静态法属于破坏性测试,无法再现;动态法则属于无损检测,检测结果精确稳定。动态法主要有声频法、(超)声速法及脉冲激振法等。声频测试法^[1]的信号触发和接受操作较复杂,信号衰减较大,试样的真实固有频率较难判断,共振频率需要人为判断,难以实现自动化控制。(超)声速法^[2]是目前国际上比较常用的一种方法,但其设备较庞大,测试精度相对较低,在操作上也有一定的缺陷。近年来,国际上非常推崇的一种方法为脉冲激振法,ISO 12680—1 采用的也是脉冲激振法。该方法以其测试快速准确、操作简单而被广泛应用,目前有多个国家有该类产品,如比利时的 IMCE 公司、日本的 NTP 公司等。在本文中,对自行研制的一种脉冲激振式耐火材料高温弹性模量测试仪的基本原理、性能特点以及在耐火材料检测中的应用研究进行了简要介绍。

1 仪器的基本原理及性能特点

脉冲激振式耐火材料高温弹性模量测试仪 (HEMT) 的基本原理为:在试验温度下,由脉冲激振装置以合适的力度和变化的频率敲击试样,试样发出的激振信号由信号接收装置传输给计算机,计算机对接收到的信号进行分析处理,找出试样的共振频率,通过建立数学模型,最终获得试样的弹性模量。

本测试仪是按照标准 ISO 12680—1 耐火材料动态弹性模量试验方法—脉冲激振法的相关要求设计制作的,主要由试样加热装置、自动脉冲激振系统、信号接收系统及数据分析处理系统等组成,其结构见图 1。其基本参数如下:试验温度为室温 ~ 1 650 ℃,频

率范围为 400 ~ 20 000 Hz,测量范围为 5 ~ 300 GPa。

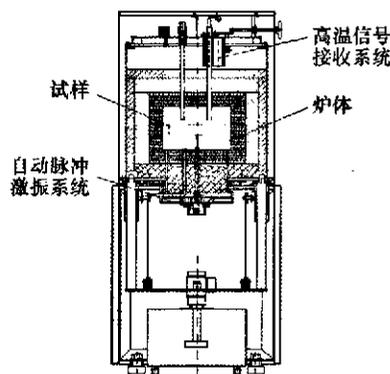


图 1 脉冲激振式高温弹性模量测试仪的基本结构

试样加热装置采用了隔热性能优良的高级全纤维炉衬,具有耐高温、热容低、低传热等特点;控温系统采用了高精度、高灵敏度的 PID 控温系统。自动脉冲激振系统的激振频率范围为 400 ~ 20 000 Hz,并且激振强度可调,可满足不同材料的测试要求。该系统稳定可靠,可按照试验需求和程序规定进行连续高频操作。信号接收系统采用非固体接触方式接收信号,信号衰减小,抗振动、抗电磁干扰能力强,对试样制备要求宽松,操作简单,信号清晰、稳定。自主开发的 HEMT Software 软件,可实现对设备的整体控制和对检测数据的快速处理。

2 应用研究

2.1 试样制备与性能

应用测试主要选用氯化硅结合碳化硅砖、刚玉质

* 李永刚:男,1963年生,高级工程师。
E-mail: Liyg@lirrc.com
收稿日期:2011-03-10

编辑:黄卫国

浇注料、低蠕变高铝砖和刚玉-莫来石砖,其主要性能指标见表1。试样制备成20 mm × 40 mm × 160 mm的长条状,于110 ℃烘干2 h后称其质量,并用游标卡尺精确测量其尺寸。

表1 试验用不同材质耐火材料的主要性能指标

项目	碳化硅砖	刚玉质浇注料	低蠕变高铝砖	刚玉-莫来石砖
显气孔率/%	18	15	22	18
体积密度/(g·cm ⁻³)	2.6	3.1	2.5	3.1
常温抗折强度/MPa	40	32	17	11
高温抗折强度/MPa (1 400 ℃ 0.5 h)	40			20

2.2 仪器的稳定性

采用高温弹性模量测试仪,在相同升温制度下,对同一低蠕变高铝砖试样的弹性模量测试了3次,结果见图2。可以看出,3次测试得到的弹性模量-温度曲线基本重合,仅在局部(如300~500 ℃、1 000~1 200 ℃等)有少许偏离。这表明,自行研制的高温弹性模量测试仪性能稳定,测试数据精密度高,重复性好。

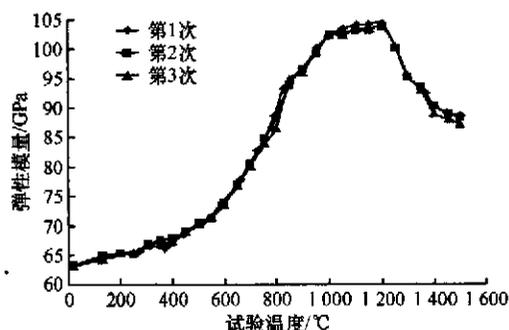


图2 低蠕变高铝砖在3次测试中的弹性模量-温度曲线

2.3 不同材质试样的弹性模量-温度曲线

4种不同材质的耐火材料试样的弹性模量-温度曲线见图3。

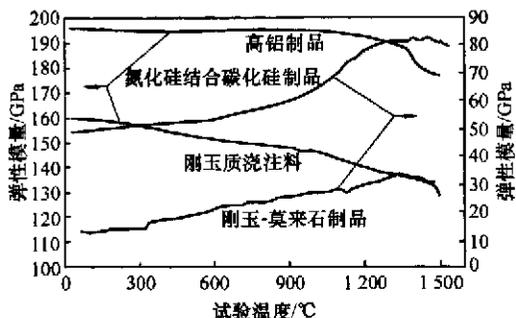


图3 4种耐火材料试样的弹性模量-温度曲线

由图3可以看出:1)氮化硅结合碳化硅砖和刚玉质浇注料的弹性模量均随温度的升高而降低,但降低幅度有所不同。这是由于氮化硅结合碳化硅砖中残留的单质硅在一定温度下开始软化,导致材料在一定温度后弹性模量降低;另外,高温下材料自身的氧化

也加速了其弹性模量的降低。刚玉质浇注料由于硅灰、水泥的加入形成CaO-Al₂O₃-SiO₂体系,高温下形成低熔物导致其弹性模量降低,但其在低温下弹性模量降低的原因尚不明确。2)高铝砖和刚玉-莫来石砖的弹性模量均随温度的升高而升高。这两种砖的颗粒和基质之间均存在热膨胀系数失配导致的微裂纹。随着温度的升高,微裂纹逐渐弥合,弹性模量逐渐升高;当温度升至一定值后,微裂纹完全弥合,弹性模量升高的趋势变缓,之后甚至出现降低的趋势。

2.4 升、降温过程的弹性模量和抗折强度

对刚玉-莫来石试样以5 ℃·min⁻¹的升温速度升温至1 400 ℃,然后自然降温,记录试样在升、降温过程中的弹性模量-温度曲线,结果见图4。可以看出:在升温过程中,试样的弹性模量先缓慢升高,从1 000 ℃开始明显升高,但从1 400 ℃开始又呈降低趋势;在自然降温过程中,弹性模量先升高,温度降至一定值后,弹性模量开始大幅降低。刚玉-莫来石为典型的复合材料,由于刚玉的热膨胀系数与莫来石的不同,其烧成制品在冷却后存在较多的裂纹。随着温度的升高,制品内部的微裂纹逐渐弥合,材料的强度和弹性模量增大;但当温度高于1 400 ℃后,试样中出现少量液相,弹性模量随之减小。在自然冷却的开始阶段,试样表面温度低,内部温度高,试样整体表现为受压状态,因此弹性模量升高。

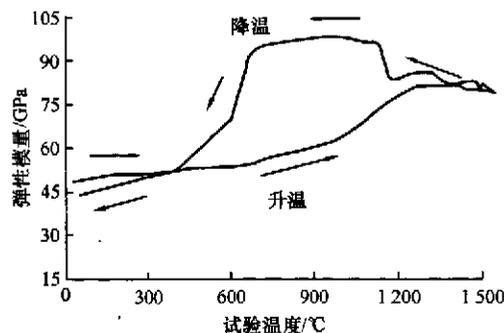


图4 刚玉-莫来石砖升、降温过程的弹性模量-温度曲线

为了与升、降温过程的弹性模量的变化趋势作对比,再取生产工艺相同的9组(每组6个)刚玉-莫来石试样,进行升、降温过程的抗折强度测试:前6组试样以5 ℃·min⁻¹的升温速度分别升温至400、800、1 100、1 200、1 300、1 400 ℃保温30 min后测试其抗折强度;后3组试样以5 ℃·min⁻¹的升温速升温至1 400 ℃并保温30 min后停止加热,待其分别自然降温至1 200、1 000、600 ℃时测试其抗折强度。以组内6个试样测试结果的平均值作为该组的测试结果,见图5。从图5可以看出,刚玉-莫来石试样在升、降温过程中的高温抗折强度的变化趋势与弹性模量的变

化趋势很相似,表明二者具有很强的相关性。对于同一生产工艺的制品,非破坏性试验所得弹性模量的变化,有时可用来替代破坏性试验所得高温抗折强度的变化^[3]。

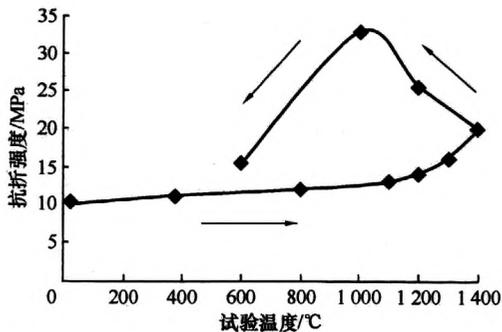


图5 刚玉-莫来石制品的热态抗折强度变化曲线

2.5 坯体烧结过程的弹性模量变化^[4]

以 $3\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升温速度对刚玉-莫来石坯体进行加热,测试其从室温到 $1\ 500\text{ }^\circ\text{C}$ 加热过程中的弹性模量,结果见图6。可以看出,随着温度的升高,坯体的弹性模量呈降→升→降的变化趋势。800 $^\circ\text{C}$ 以下主要是结合剂的排出过程,随着结合剂的排出,坯体的强度和弹性模量减小;在 $800\sim 1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$ 阶段,以硅微粉和黏土为主导的烧结过程出现,坯体的强度和弹性模量增大;温度高于 $1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$ 后,氧化铝与硅微粉的莫来石化反应开始,随着反应的进行,莫来石含量逐渐增多,由于同温下莫来石的弹性模量较小,所以材料弹性模量整体上表现出减低趋势。

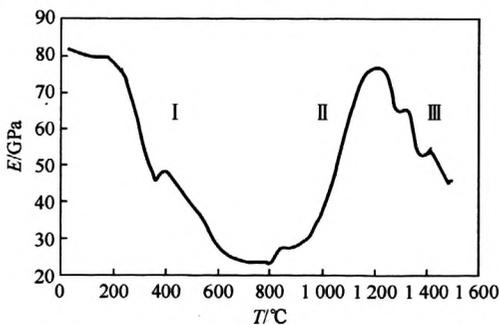


图6 刚玉-莫来石坯体加热过程中的弹性模量(E)变化曲线

2.6 材料内部缺陷的判断

耐火制品在成型、烧结过程中控制不当会产生层裂等内部缺陷。采用高温弹性模量测试仪测试耐火材料的弹性模量时,也可以根据其频谱图判断耐火材料的内部缺陷。本次试验记录了多块刚玉-莫来石砖的频谱图,其中多数为主单峰显示,少数出现多个波峰,见图7。

分别将具有单峰和多个波峰的试样沿厚度方向切开,其剖面如图8所示。可以看出,波峰单一的试样结构均匀,见图8(a),而出现多个波峰的试样有明

显的裂纹和层裂,见图8(b)。频谱图上突出的峰值是应力波在试样内部缺陷或试样表面的反射形成的,出现多个明显波峰将说明试样内部有缺陷,而出现单个波峰的试样仅在试样表面发生反射。

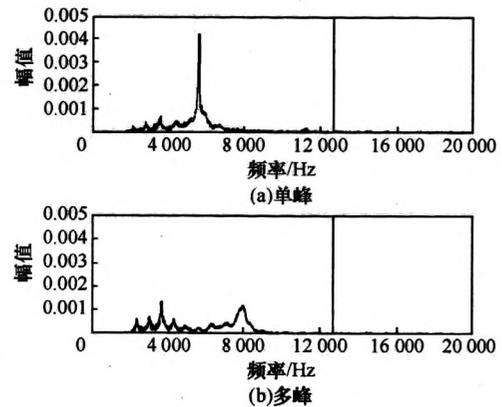


图7 刚玉-莫来石制品的频谱图

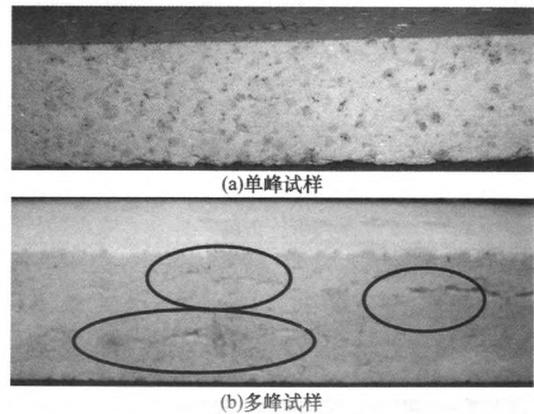


图8 与图7对应试样的剖面

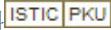
3 结论

(1) 自行研制的高温弹性模量测试仪采用稳定可靠的自动脉冲激振装置,特有的信号传输系统,和快速准确的数据处理系统,操作简单,检测精密度高。

(2) 对耐火材料的应用研究显示:不同材质耐火材料的弹性模量随温度的变化趋势不同;耐火材料的高温弹性模量与其烧结过程、高温抗折强度存在很强的相关性;利用频谱图可直观判断材料内部是否存在较大的缺陷。

参考文献

- [1] 张玉军,张伟儒. 结构陶瓷材料及其应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005:52-60.
- [2] 中国科学院上海硅酸盐研究所五室. 陶瓷的力学性能[M]. 上海:上海科学技术文献出版社,1981:219-225.
- [3] 王维邦. 耐火材料工艺学[M]. 北京:冶金工业出版社,1984:19.
- [4] Bruno A, Latella, Tianshun L. High temperature Young's modulus of alumina during sintering[J]. J Am Ceram Soc, 2005, 88(3): 773-776.

作者: 李永刚, 娄海琴, 谭丽华, 余成林, 李晓睿
作者单位: 中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司 先进耐火材料国家重点实验室 河南洛阳471039
刊名: 耐火材料 
英文刊名: Refractories
年, 卷(期): 2011, 45(4)

参考文献(4条)

1. 张玉军;张伟儒 结构陶瓷材料及其应用 2005
2. 中国科学院上海硅酸盐研究所五室 陶瓷的力学性能 1981
3. 王维邦 耐火材料工艺学 1984
4. Bruno A;Latella;Tianshun L High temperature Young' s modulus of alumina during sintering[外文期刊] 2005(03)

本文读者也读过(10条)

1. 廉晓庆, 冯秀梅, 蒋明学, 高元双 耐火材料强度与冲蚀磨损率的数值关系[期刊论文]-耐火材料2011, 45(4)
2. 王奎, 赵婷婷, 王洪森, 蔡善儒, 程卫东, 姜殿波, 徐建国 高效节能型数控螺旋压砖机及其应用[期刊论文]-耐火材料2011, 45(4)
3. 张圣昕 检测耐火材料以提供有价值信息[期刊论文]-国外耐火材料2002, 27(4)
4. 宋霞, 杨双花, 翟智卫 低稀释比玻璃熔片X射线荧光光谱法分析高纯硅石中主次成分[期刊论文]-耐火材料2011, 45(4)
5. 吴恒, 彭勇, 闫文辉, 段正勇, 顾雪林, 常德友 碳纤维连续抽油杆的高温弹性模量测试研究[期刊论文]-石油机械2006, 34(6)
6. 王刚 含碳耐火材料的抗热震性[期刊论文]-国外耐火材料2004, 29(2)
7. 宁伟, 汪庆卫, 陈建, 罗理达, 孙成果, 顾雪弟 超高温耐火测温锥的研制探索[期刊论文]-耐火材料2011, 45(4)
8. 王芙云, 宋欣平, Wang Fuyun, Song Xinping LMS-24激光衍射粒度分布测试仪及其应用[期刊论文]-耐火材料2000, 34(5)
9. 林炳熹 耐火材料化学分析标准化的不足与展望[期刊论文]-耐火材料2005, 39(6)
10. 王伟 240T/H型CFB锅炉炉墙的施工[期刊论文]-耐火材料2011, 45(4)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nhcl201104023.aspx