



中华人民共和国国家标准

GB/T 21432—2021
代替 GB/T 21432—2008

石墨制压力容器

Graphite pressure vessels

2021-03-09 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 通用要求	3
5 材料	3
6 设计	4
7 制造	6
8 检验和验收	9
9 容器出厂要求	11
附录 A (规范性附录) 浸渍工艺评定	13
附录 B (规范性附录) 粘结工艺评定	17
附录 C (规范性附录) 不透性石墨材料渗透系数试验方法	21



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 21432—2008《石墨制压力容器》，与 GB/T 21432—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了标准的温度范围(见第 1 章,2008 年版的 1.2),删除了范围中金属受压元件的要求(见 2008 年版的 1.3);
- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版第 2 章);
- 删除了部分术语和定义(见 2008 年版的 3.1、3.2、3.3、3.4),增加了术语和定义(见 3.2、3.8、3.9、3.10、3.11),修改了部分术语和定义(见 3.1、3.3、3.4、3.6、3.7,分别为 2008 年版的 3.5、3.6、3.7、3.9、3.10);
- 将“要求”修改为“通用要求”,并细分了要求(见第 4 章);将 2008 年版的“材料”相关内容修改后独立成章(见第 5 章,2008 年版的 4.2);
- 增加了石墨制压力容器的主要材料(见 5.1),修改了材料质量证明书中的项目(见 5.3,2008 年版的 4.2.1);
- 增加了石墨材料工艺评定要求(见 5.5),修改了不透性石墨材料物理力学性能(见 5.7,2008 年版的 4.2.6);
- 增加了粘结剂使用前要做工艺评定的要求,并将 2008 年版的有关内容修改后纳入(见 5.8,2008 年版的 4.2.3、4.2.8);
- 增加了浸渍剂质量控制的要求(见 5.9),增加了“新材料使用”,并将 2008 年版的有关内容修改后纳入(见 5.10,2008 年版的 4.2.9);
- 删除了材料中的部分内容(见 2008 年版的 4.2.13、4.2.14)、设计总则中的部分内容(见 2008 年版的 5.1.1、5.1.2);
- 增加了石墨元件和金属元件设计要求(见 6.1.1),修改了设计文件内容(见 6.1.2,2008 年版的 5.1.3)、设计选材要求(见 6.1.3,2008 年版的 5.1.4);
- 增加了试制压力容器要求(见 6.1.5)、“粘结试件”(见 6.3),修改了许用应力的确定方法以及安全系数的取值(见 6.2.1,2008 年版的 5.2.1)、粘结系数 ψ 的取值(见 6.2.2,2008 年版的 5.2.2)、计算公式(见 6.4.1、6.4.2 和 6.4.3,2008 年版的 5.3、5.4、5.5);
- 删除了制造总则中的部分内容(见 2008 年版的 6.1.1、6.1.2、6.1.3);
- 修改了制造单位制造要求(见 7.1.1、7.1.2,2008 年版的 6.1.4);增加了粘结工的要求(见 7.1.4)、材料复验取样及结果要求(见 7.1.5);
- 增加了“设计变更和材料代用”“材料入厂检验、分割与标志”“材料复验”,并将 2008 年版的有关内容修改后纳入(见 7.2、7.3、7.4,2008 年版的 4.2.10、6.1.5、7.2.3、4.2.11、4.2.12);
- 增加了粘结作业场所的温度要求(见 7.5.1.1);增加了“粘结缝要求”,并将 2008 年版的有关内容修改后纳入(见 7.5.3,2008 年版的 6.2.4);修改了苯磺酰氯作固化剂的作业场所要求(见 7.5.1.2,2008 年版的 6.2.5)和“粘结工艺评定”(见 7.5.2,2008 年版的 6.2.1);
- 增加了材料“修补”(见 7.5.4)、浸渍工艺评定要求(见 7.6.2);
- 将“试样”修改为“试件与试样”,并将 2008 年版的有关内容修改后纳入(见 7.8.1、7.8.3,2008 年版的 6.5.1、6.5.2);增加了浸渍试件和粘结接头试件的要求(见 7.8.4、7.8.5);
- 修改了技术文件保存期限(见 8.1.2)、产品质量证明书填写要求(见 8.1.3,2008 年版的 7.1.3),

- 将“原材料的检验”修改为“浸渍石墨材料的检验”(见 8.2,2008 年版的 7.2);
- 修改了部分标准号(见 8.2.4、8.2.5、8.2.6,分别为 2008 年版的 7.2.1.3、7.2.1.4、7.2.1.5、7.2.2.1);
- 增加了“石墨管水压试验或者气压试验”及“石墨块件水压试验或者气压试验”(见 8.3.2、8.3.3);
- 增加了容器“外观检查”“检验要求”和“容器泄漏试验”(见 8.4.1、8.4.2、8.4.4),修改了水压试验压力表的等级、试验压力、升压要求(见 8.4.3,2008 年版的 7.4.2),修改了气密性试验压力和保压时间(见 8.4.4.4,2008 年版的 7.4.3);
- 将“质量证明文件、标志、油漆、包装、运输”修改为“容器出厂要求”(见第 9 章),修改了容器出厂证明文件内容(见 9.1.1,2008 年版的 8.1)、竣工图要求(见 9.1.2,2008 年版的 8.1.1);增加了质量证明书中的部分内容(见 9.1.3,2008 年版的 8.1.2)、铭牌中包含的内容(见 9.1.6,2008 年版的 8.1.5);
- 修改了附录浸渍工艺评定的章节编排(见附录 A,2008 年版的附录 B),增加了“一般要求”(见 A.1)、“工艺评定报告”(见 A.5);
- 修改了附录粘结工艺评定的章节编排(见附录 B,2008 年版的附录 A),增加了“粘结接头试样”(见 B.3)、“粘结工艺评定报告”(见 B.6);
- 增加了不透性石墨材料渗透系数试验方法(见附录 C)。

本标准由全国锅炉压力容器标准化技术委员会(SAC/TC 262)提出并归口。

本标准起草单位:中国工业防腐蚀技术协会、南通山剑石墨设备有限公司、鲁西集团有限公司(平阴鲁西装备科技有限公司)、合肥通用机械研究院有限公司、南通星球石墨设备有限公司、南通三鑫碳素石墨设备有限公司、山东赫达股份有限公司、上海贤达美尔森过程设备有限公司、西格里石墨技术(上海)有限公司、南通市石墨设备设计研究所、大同宇林德石墨设备股份有限公司、南通京通石墨设备有限公司、南通贝思特石墨设备有限公司、上海市特种设备监督检验技术研究院、江苏理文化工有限公司、南通理工学院。

本标准主要起草人:任振铎、仇晓丰、姚松年、潘小洁、张明慧、崔军、刘仍礼、张炎明、顾伟群、杨丙生、钱蔚兵、肖光、左锦富、陈汉明、张惠兵、夏斌、李健、葛勇林、杨宇清、夏旭东、陈士林、赵桂花。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 21432—2008。

石墨制压力容器

1 范围

本标准规定了石墨制压力容器的通用要求、材料、设计、制造、检验和验收及容器出厂要求。

本标准适用于具备以下条件的石墨制压力容器：

- 工作压力大于或等于 0.1 MPa, 设计压力不大于 2.4 MPa；
- 设计温度 $-70\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 205\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 盛装介质为气体、液化气体或介质最高工作温度高于或等于其标准沸点的液体。

本标准不适用于下列石墨容器：

- 直接火焰加热的石墨容器；
- 核能装置中的石墨容器；
- 浇铸石墨容器；
- 主要应力由金属外壳承受的石墨砖板衬里设备。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 150.1 压力容器 第 1 部分: 通用要求
- GB/T 150.2 压力容器 第 2 部分: 材料
- GB/T 150.3 压力容器 第 3 部分: 设计
- GB/T 150.4 压力容器 第 4 部分: 制造、检验和验收
- GB/T 151 热交换器
- GB/T 1431 炭素材料耐压强度测定方法
- GB/T 1804 一般公差 未注公差的线性和角度尺寸的公差
- GB/T 8721 炭素材料抗拉强度测定方法
- GB/T 13465.1 不透性石墨材料试验方法 第 1 部分: 力学性能试验方法总则
- GB/T 13465.2 不透性石墨材料试验方法 第 2 部分: 抗弯强度
- GB/T 13465.3 不透性石墨材料试验方法 第 3 部分: 抗压强度
- GB/T 13465.5 不透性石墨酚醛粘接剂收缩率试验方法
- GB/T 13465.6 不透性石墨管水压爆破试验方法
- GB/T 13465.8 不透性石墨粘接剂粘接剪切强度试验方法
- GB/T 13465.9 不透性石墨粘接剂粘接抗拉强度试验方法
- GB/T 13927—2008 工业阀门 压力试验
- GB/T 21921 不透性石墨材料抗拉强度试验方法
- GB/T 24203 炭素材料真密度、真气孔率测定方法 煮沸法
- GB/T 24528 炭素材料体积密度测定方法
- GB/T 26961 不透性石墨设备水压试验方法
- GB/T 35922 不透性石墨浸渍耐蚀作业技术规范

- GB/T 35926 不透性石墨粘结作业技术规范
- HG/T 2059 不透性石墨管技术条件
- HG/T 2370—2017 不透性石墨制化工设备技术条件
- HG/T 20584 钢制化工容器制造技术要求
- JB/T 4711 压力容器涂敷与运输包装
- NB/T 47003.1 钢制焊接压力容器
- YB/T 2818 石墨块
- TSG 07—2019 特种设备生产和充装单位许可规则
- TSG 21—2016 固定式压力容器安全技术监察规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

设计温度 design temperature

容器在正常工作情况下,设定元件的温度(沿石墨元件截面的温度平均值)。

注:设计温度与设计压力一起作为设计载荷条件。

3.2

石墨 graphite

石墨化材料和半石墨化材料的统称。

3.3

石墨化材料 graphitized material

由焦炭或石墨粉及颗粒与沥青经混和、挤压、模压(或振动成型)后在 2 400 °C ~ 3 000 °C 高温下形成的石墨材料。

3.4

半石墨化材料 half-graphitized material

石墨粉、粒与沥青混合、挤压(或模压、振动成型)后,经 1 000 °C ~ 1 200 °C 焙烧形成的石墨材料。

3.5

不透性石墨 impervious graphite

现行工业层面上(即在不高的压力、温度条件下)不渗透液体和气体的石墨材料。

注:包括浸渍石墨、压型(包括挤压和模压)石墨和浇注石墨。

3.6

压型石墨 profiling impervious graphite

将石墨粉与粘结剂混合后在一定压力下成型(模压或挤压、包括等静压)并经固化形成的不透性石墨。

3.7

浸渍石墨 impregnated graphite

采用浸渍工艺过程将有机或无机液体材料(浸渍剂)压入透性石墨材料孔隙中并使之在孔隙内固化而形成不透性石墨。

注:因用于增加材料抗渗透性的浸渍剂的不同而形成不同品种。应用面最广的是采用酚醛树脂浸渍的酚醛浸渍石墨,其次还有呋喃浸渍石墨、环氧树脂浸渍石墨、聚四氟乙烯浸渍石墨、水玻璃浸渍石墨等。

3.8

浸渍 impregnation

用耐腐、耐温树脂及无机物质填充石墨件中的连通开孔空隙的方法。

3.9

浸渍剂 impregnation agent

用于浸入炭或石墨材料孔隙中,并通过固化工艺使炭或石墨材料不渗透的材料。

3.10

粘结剂 graphite cement

石墨粉末和树脂的混合物,需要时添加固化剂,改性剂等,用于石墨材料的粘结。

3.11

渗透系数 permeability coefficient

$k(L)$

综合反映材料渗透能力、量度固体材料气体渗透性的指标。

4 通用要求

4.1 石墨制压力容器的材料、设计、制造、检验和验收及设备出厂除应符合本标准的规定外,还应遵守 TSG 21—2016、TSG 07—2019 等国家颁布的有关法律法规和安全技术规范。

4.2 石墨制压力容器中的金属制受压元件应符合 GB/T 150.1~GB/T 150.4 和 GB/T 151 的有关规定;非受压钢制零部件应符合 NB/T 47003.1 的有关规定。

4.3 石墨制压力容器的制造单位应依据 TSG 07—2019 的有关规定建立健全质保体系并有效运行。

4.4 TSG 21—2016 管辖范围内的石墨制压力容器的制造应接受特种设备安全监察机构的监察。

4.5 采用新材料、新技术、新工艺以及有特殊使用要求的压力容器,与本标准的要求不一致,或者本标准未作要求、可能对安全性能有重大影响的,相关单位应按 TSG 21—2016 中 1.9 的规定执行。

5 材料

5.1 制造石墨制压力容器的主要材料包括:石墨材料、粘结剂、浸渍剂、金属材料 and 密封材料。其中,石墨材料主要是浸渍石墨和压型石墨两种不透性石墨材料。

5.2 石墨制压力容器受压元件用石墨材料应遵守本标准及 HG/T 2370—2017 的规定;石墨制压力容器用金属材料应符合 GB/T 150.1、GB/T 150.2 的规定。

5.3 材料生产单位应按标准的规定向用户提供质量证明书(原件),质量证明书中至少应包括标准号、规格、炉(批)号、颗粒度、比电阻、各项力学性能数据、生产单位名称及检验印章等,并在材料上做出清晰、牢固的标志。

5.4 制造单位从非材料生产单位获得受压元件用材时,应同时取得材料质量证明书原件或加盖供材单位检验公章和经办人章的有效复印件,用材单位对所获材质证明书的真实性与一致性负责。

5.5 用于制造压力容器的石墨材料应当进行浸渍工艺评定和复合物材料成型工艺评定,并符合下列要求:

- a) 工艺评定报告和工艺评定规程应经制造单位技术负责人批准及监检人员的确认;
- b) 用于制造石墨材料的原材料,应当在工艺评定报告中记录其来源、等级和质量指标;
- c) 浸渍工艺评定按照附录 A 执行,浸渍工艺评定报告依照附录 A 及 GB/T 35922 如实填写;
- d) 对于评定合格的工艺(包括浸渍工艺和复合物材料成型工艺)和材料,应定期进行验证(每 6 个月至少一次)。

5.6 浸渍石墨所用的石墨化或半石墨化基体材料应符合 YB/T 2818 的规定。

5.7 不透性石墨材料物理力学性能应符合表 1 的要求,其中不透性石墨管除应符合表 1 的规定外,还应符合 HG/T 2059 的规定。

表 1 不透性石墨材料物理力学性能要求

项目	合成树脂浸渍 石墨管	合成树脂浸渍 石墨块	合成树脂压型石墨管
抗拉强度(室温)/MPa	≥26	≥14	≥10
抗拉强度(205℃)/MPa	≥21	≥11	≥6
抗弯强度/MPa	≥39	≥27	≥35
抗压强度/MPa	≥69	≥45	≥31
热导率/(W/m·K)	—	≥90 ^a (轴向)	—
渗透系数/(mm ² /s)	≤2.9×10 ⁻³	≤2.9×10 ⁻³	≤2.9×10 ⁻³
^a 仅限挤压石墨块。			

5.8 受压元件用粘结剂等材料应符合 5.1、5.2 的规定,使用前应按附录 B 进行粘结工艺评定,评定合格后方可使用。石墨粉+酚醛树脂粘结剂力学性能应当符合表 2 的要求。

自行配制的石墨粘结剂,配制用的有关主要原材料应符合 5.1、5.2 的规定,制造单位需将原材料的牌号和批号等信息、使用部位和粘结效果以及试样测试的数据等如实记录、签字,连同粘结工艺评定资料一起归档。

表 2 石墨粉+酚醛树脂粘结剂力学性能

项目	指标
浸渍石墨间粘结抗拉强度(常温)/MPa	≥13.0
浸渍石墨间粘结抗拉强度(205℃)/MPa	≥6.0
浸渍石墨间粘结抗剪强度/MPa	≥12.0
浇铸件抗拉强度/MPa	≥14.0
浇铸件抗压强度/MPa	≥60.0

5.9 石墨材料浸渍剂宜选用酚醛树脂,选用其他浸渍剂时,其性能应符合表 1、表 2 的规定。具体物理力学性能指标应由工艺评定确定。

外购酚醛树脂浸渍剂应符合 5.1、5.2 的规定。自行制造的酚醛树脂浸渍剂,制造单位应将制造工艺及制作工序过程如实记录、签字,连同浸渍工艺评定资料一起归档。

酚醛树脂浸渍剂应无纤维、无固体颗粒及其他杂质,酚醛树脂浸渍剂质量应满足制造工艺要求。

5.10 采用新研制的不透性石墨材料和主要受压元件采用国内外没有应用实例的进口材料时,应按 4.5 的规定通过新材料技术评审。

6 设计

6.1 总则

6.1.1 容器中石墨材料制元件的设计应符合本标准的要求,金属制元件的设计应符合 GB/T 150.3、GB/T 151、NB/T 47003.1 的有关规定。

6.1.2 容器的设计文件应包括设计图样、技术条件、强度计算书,必要时还应包括风险评估报告、设计

或安装、使用说明书。

6.1.3 设计选材应根据物料成分、温度、压力以及石墨材料传质和传热因素等决定,所选用的石墨材料的性能(力学性能、耐腐蚀性能、传热性能等)应与设计条件相匹配。

6.1.4 对于不能用本标准来确定结构尺寸的容器或受压元件,允许用以下方法设计:

- a) 包括有限元法在内的应力分析;
- b) 验证性试验分析(如试验应力测定、验证性液压试验);
- c) 用可比的已投入使用的结构进行对比经验设计。

6.1.5 试制成压力容器后经过一定周期的试用验证,并经型式试验(按照 HG/T2370—2017 的 8.5)或技术性评审(或鉴定),然后将有关数据、结果等和第三方的检测报告及其他有关技术资料报国家认可的有关机构审核或评审。试制单位对试用容器的安全性负责。

6.2 安全系数和许用应力

6.2.1 用于设计的许用应力值为石墨材料工艺评定报告中指定设计温度下抗拉或者抗压、抗弯平均值的 80%除以安全系数 6.0(毒性危害程度为极度或者高度危害介质时,安全系数选 7.0,同时不透性石墨材料的渗透系数应符合表 1 的规定)。

6.2.2 受压元件存在粘结缝时,粘结系数 ψ 取 0.8。

6.3 粘结试件

盛装毒性危害程度为极度或者高度危害介质的压力容器,设计者应当在设计文件中提出产品粘结试件的制作要求,并且规定试样的数量、制备方式、检验与试验方法、合格指标、不合格复验要求等。

6.4 设计计算

6.4.1 内压圆筒计算

设计温度下,计算壁厚和最大允许工作压力的公式如下:

a) 设计温度下的壁厚计算:

当 $k \leq 1.5$ 时(其中圆筒的外径与内径之比值 $k = D_o/D_i$,以下类同),按式(1)计算。

$$\delta = \frac{p \cdot D_i}{2[\sigma_b]^t \cdot \Psi - p} \quad \dots\dots\dots (1)$$

当 $k > 1.5$ 时,按式(2)计算。

$$\delta = R_i \left[\sqrt{\frac{[\sigma_b]^t \cdot \Psi + p}{[\sigma_b]^t \cdot \Psi - p}} - 1 \right] \quad \dots\dots\dots (2)$$

b) 设计温度下的最大允许工作压力计算:

当 $k \leq 1.5$ 时,按式(3)计算。

$$p_w = \frac{2\delta_e [\sigma_b]^t \cdot \Psi}{D_i + \delta_e} \text{ 或 } p_w = 2 \frac{k-1}{k+1} \cdot [\sigma_b]^t \cdot \Psi \quad \dots\dots\dots (3)$$

在 $k > 1.5$ 时,按式(4)计算。

$$p_w = \frac{\left(\frac{\delta_e}{R_i} + 1\right)^2 - 1}{\left(\frac{\delta_e}{R_i} + 1\right) + 1} \cdot [\sigma_b]^t \cdot \Psi \text{ 或 } p_w = \frac{k^2 - 1}{k^2 + 1} \cdot [\sigma_b]^t \cdot \Psi \quad \dots\dots\dots (4)$$

式(1)~式(4)中:

δ ——计算壁厚,单位为毫米(mm);

- δ_e ——有效壁厚,单位为毫米(mm);
- D_o ——圆筒外直径,单位为毫米(mm);
- D_i ——圆筒内直径,单位为毫米(mm);
- R_i ——圆筒内半径,单位为毫米(mm);
- Ψ ——粘结系数,无纵向粘结时取 1;
- $[\sigma_b]^t$ ——设计温度下材料的许用抗拉强度,单位为兆帕(MPa);
- p ——计算压力,单位为兆帕(MPa);
- p_w ——圆筒的最大允许工作压力,单位为兆帕(MPa)。

6.4.2 外压圆筒计算

设计温度下的壁厚计算按式(5):

$$\delta = R_i \left(\sqrt{\frac{[\sigma]^t \cdot \Psi}{2p + [\sigma]^t \cdot \Psi}} - 1 \right) \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$[\sigma]^t$ ——设计温度下材料的许用抗压强度,以负值代入,单位为兆帕(MPa)。

其余符号同上。

6.4.3 平盖、封头、管板计算

与圆筒壳体连为一体的平盖和封头的最小厚度按式(6)计算:

$$t = D_i \sqrt{\frac{0.2p}{[\sigma_s] \cdot \Psi}} \dots\dots\dots(6)$$

用带螺栓夹紧、与圆筒壳体间用垫片密封结构的平盖和封头的最小厚度按式(7)计算:

$$t = D_G \sqrt{\frac{0.3p}{[\sigma_s] \cdot \Psi}} \dots\dots\dots(7)$$

列管式石墨换热器管板的最小厚度按式(8)计算:

$$t = 0.4D_G \sqrt{\frac{p \cdot A}{[\sigma_s] \cdot \Psi \cdot (A - d)}} \dots\dots\dots(8)$$

式(6)~式(8)中:

- t ——管板计算厚度,单位为毫米(mm);
- D_G ——密封垫的中径,单位为毫米(mm);
- $[\sigma_s]$ ——设计温度下材料的许用抗弯强度,单位为兆帕(MPa);
- A ——管板钻孔孔心距,单位为毫米(mm);
- d ——石墨管外径,单位为毫米(mm)。

其余符号同上。

7 制造

7.1 总则

7.1.1 制造单位应按本标准和设计文件要求进行容器的制造。

7.1.2 制造单位应按评定合格的浸渍工艺规程和复合物材料成型工艺规程制造石墨受压元件,按评定合格的粘接工艺规程制造容器。

7.1.3 制造单位若改变炭或者石墨材料(如材料制造单位、等级或批号、密度范围、颗粒度范围)、合成树脂(如材料制造单位、树脂牌号、密度范围、室温下的黏度范围、重要成分及范围)、工艺参数(如工艺压力范围、工艺时间范围、工艺温度范围、真空范围),则需重新进行工艺评定。

7.1.4 石墨容器及元件的粘结作业应由经过制造单位培训考核合格的粘结工进行;当粘结工在6个月内没有粘结作业或者对其粘结操作能力有怀疑时,应当重新进行培训考核。石墨件的浸渍作业应由经制造单位培训考核合格的人员操作。

7.1.5 材料复验时,按批取样,复验结果应满足表1的相关规定。

7.2 设计变更和材料代用

设计变更和受压元件的材料代用,制造单位应当事先取得原设计单位的书面批准,批准更改文件应归档,并且在竣工图上做详细记录。

7.3 材料入厂检验、分割与标志

7.3.1 制造单位在材料入厂检验时,应审查材料质量证明书和材料标志的真实性及其与所对应材料的一致性。

7.3.2 制造受压元件的材料应有可追溯标志,并在材料分割前完成标志的移植。

7.4 材料复验

下列情况下,应进行材料复验:

- a) 对不能确定质量证明书的真实性或者对性能、化学成分有疑问的主要受压元件材料;
- b) 设计图样要求复验的;
- c) 用户要求复验的。

7.5 石墨件的粘结

7.5.1 粘结环境

7.5.1.1 石墨容器及元件在粘结作业过程中,作业场所温度应控制在不影响各粘结树脂粘结强度质量范围内,被粘结材料的平均温度应当保持在 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 52\text{ }^{\circ}\text{C}$,作业场所相对湿度不大于90%。

7.5.1.2 当采用苯磺酰氯作为固化剂时,若出现下列任一情况而无可靠保证措施时,不得粘结:

- a) 作业场所温度低于 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或高于 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 作业场所相对湿度大于90%。

7.5.2 粘结工艺评定

7.5.2.1 粘结作业前,制造单位应进行粘结工艺评定,并按评定合格的粘结工艺规程进行容器制造,评定合格的粘结工艺应当定期进行验证(每6个月至少一次)。

7.5.2.2 粘结工艺评定按照附录B执行。粘结工艺评定报告依照附录B及GB/T 35926如实填写,报告应经制造单位技术负责人批准及监检人员的确认。

7.5.3 粘结缝要求

7.5.3.1 能够整体制造的受压元件不宜拼接。特殊情况(如元件尺寸过大,市场无相应规格整料)下,应采用拼接方式制成受压元件时,粘结缝强度不得低于设计文件的要求。

7.5.3.2 石墨筒体拼接时,应采用阶梯式或榫槽式;对于封头、管板、换热块需多层拼接时,单层间可对接,相邻两层间对接拼缝应错开。

7.5.3.3 石墨件粘结后其粘结缝应严实饱满,缝宽应小于或等于 1 mm。

7.5.3.4 石墨件粘结后应进行固化处理,固化的控制应按粘结工艺评定文件的规定执行。

7.5.4 修补

7.5.4.1 石墨容器的材料、粘结缝应采用经过评定的粘结工艺进行修补。

7.5.4.2 石墨容器的材料修补应满足下列要求:

- a) 深度不大于总厚度 5% 的表面划痕和麻坑,允许修复,但修复部位的面积不得超过该受压件总面积的 3%,除非用户另有规定;
- b) 修补的方法和范围由相关责任工程师书面提出,经制造单位技术负责人批准后方可实施;
- c) 同一部位的同一缺陷的修复次数不得超过 2 次;
- d) 修复部位的外观质量应满足 7.7.1 的要求,修复部位的材料性能应不低于被修补的材料性能;
- e) 所有修补均应在水压试验前完成,且应由制造单位进行。水压试验后如需进行修补,修补结束后,应按 8.4.3 的规定重新进行水压试验;
- f) 材料修补应当有详细的记录,其内容至少包括粘结型式、粘结部位尺寸、材料牌号、生产厂商、粘结工艺参数(接头间隙、固化温度和时间等)、粘结操作人员及修补时间等。材料修补记录应作为质量证明文件保存。

7.5.4.3 石墨容器的粘结缝修补,应满足下列要求:

- a) 粘结缝同一部位的修补不宜超过 2 次,如超过 2 次,修补前应当将情况总结并经制造单位技术负责人批准;
- b) 修补的次数、部位、修补情况应记入质量证明文件中,并保存。

7.6 石墨件的浸渍

7.6.1 石墨件的浸渍包括浸渍与热固化(或塑化),其操作应按经过浸渍工艺评定确认的工艺进行。

7.6.2 浸渍工艺评定应按附录 A 和 GB/T 35922 的要求进行。

7.7 石墨件的加工

7.7.1 加工后的石墨件材质应均匀,无裂纹等可能影响材料力学性能的缺陷;密封面不得有影响密封性能的缺陷。

7.7.2 石墨孔应采用 $\phi(d-1)$ mm 的检验棒检验,通过率应大于 90%;当需堵孔时(包括块孔式和列管式),每侧堵孔率应不大于 1%。

7.7.3 石墨件的机械加工表面和非机械加工表面的线性尺寸的极限偏差,分别按 GB/T 1804 中的 m 级和 c 级的规定。

7.8 试件与试样

7.8.1 属于下列情况之一的,应逐台制作产品试件:

- a) 移动式容器,应制作产品浸渍试件和产品粘结试件;
- b) 盛装毒性危害程度为极度或者高度危害介质的容器,应制作产品浸渍试件和产品粘结试件;
- c) 采用新型浸渍剂和/或改变浸渍工艺和/或改变树脂热固化温度,且没有 30 台以上连续检测合格数据的容器,应制作产品浸渍试件和产品粘结接头试件;
- d) 粘结缝存在拉伸应力的容器,应制作产品粘结接头试件;
- e) 设计文件或用户要求的容器。

7.8.2 除上述规定之外的容器,若制造单位能够提供连续 30 台,用同牌号石墨材料,相同浸渍剂、浸渍工艺、粘结工艺、固化条件,规范生产的产品浸渍试件和产品粘结试件合格数据,证明浸渍材料、粘接接

头质量稳定时,则可由制造单位技术总负责人批准,实行以批代台制作试件。

7.8.3 以批代台制作产品试件时,对采用同种石墨材料,相同浸渍工艺,相同固化(塑化)条件、相同粘结工艺制造的容器,由制造单位检验部门定期抽取一台容器制作产品浸渍试件和产品粘结接头试件,或随炉(罐)任意抽做一组产品浸渍试件和产品粘结接头试件。

7.8.4 产品浸渍试件和产品粘结接头试件的制作应符合下列要求:

- a) 试件用材料与容器用材料牌号相同,由同一材料制造单位生产;
- b) 试件的浸渍、粘结应当由浸渍、粘结该台容器的操作人员完成,并且采用与容器相同的浸渍、粘结条件与工艺。

7.8.5 产品浸渍试件和产品粘结接头试件、试样的尺寸及其加工、试验、评定应符合 GB/T 13465.1、相应检测标准 and 设计文件的要求。

8 检验和验收

8.1 总则

8.1.1 制造单位的检验部门在容器制造过程中和完工后,应按本标准和设计文件规定进行各项具体检验和试验,提出检验报告,并对报告的正确性负责。

8.1.2 制造单位对其制造的每台石墨制压力容器,至少应保留下列技术文件备查:

- a) 制造工艺图或制造工艺卡;
- b) 材料证明文件及材料表;
- c) 容器的焊接工艺、粘结工艺卡(如果有焊接和粘结过程时);
- d) 标准中允许制造单位选择的项目和已修改项目的记录;
- e) 容器制造过程中及完工后的检查记录;
- f) 容器的竣工图。

上述技术文件的保存期限不少于容器设计使用年限。

8.1.3 制造单位须填写产品质量证明书并交付用户。

8.2 浸渍石墨材料的检验

8.2.1 浸渍石墨材料的检验项目确定应符合表 3 的规定。

表 3 浸渍石墨材料检验项目

项 目	抗拉强度	抗压强度	抗弯强度	粘结抗拉强度	粘结抗剪强度
浸渍石墨	√	√	√	—	—
压型石墨	√	—	√	—	—
粘结剂	—	—	—	√	√

8.2.2 石墨块材按供货方提供的材料质量证明书进行批次抽样检测,并应符合表 1 的规定。

8.2.3 石墨材料取样方法应符合 GB/T 13465.1 的规定。

8.2.4 石墨材料抗压强度、抗拉强度、真密度、体积密度的测定方法应分别符合 GB/T 1431、GB/T 24203、GB/T 8721、GB/T 24528 的规定。

8.2.5 不透性石墨材料的抗弯强度、抗压强度、抗拉强度的测定方法应分别符合 GB/T 13465.2、GB/T 13465.3、GB/T 21921 等的规定;不透性石墨管的水压爆破试验方法应符合 GB/T 13465.6 的规定。

8.2.6 石墨粘结剂的抗拉强度、抗剪切强度、收缩率等的测定方法应分别符合 GB/T 13465.9、GB/T 13465.8、GB/T 13465.5 等标准的规定。

8.2.7 不透性石墨管应按 HG/T 2059 的规定进行批次检验,并提供相应批次石墨管质量证明书、合格证。

8.3 零部件的检验

8.3.1 一般要求

零部件的检验应按设计文件要求逐件进行,其外观、几何尺寸和力学性能应满足设计文件要求。

8.3.2 石墨管水压试验或者气压试验

石墨管在挤压成型后,应有 2 个月以上的时效处理,并且在组装前应当逐根进行水压试验或者气压试验,试验压力不得低于设计压力的 2 倍,并且不得低于 1 MPa,水压保压时间不少于 30 min,气压保压时间不少于 10 min,不渗漏为合格。

8.3.3 石墨块件水压试验或者气压试验

块孔式换热器的石墨块件在组装前应当进行单件水压试验或者气压试验,试验压力不得低于设计压力的 1.5 倍,并且不得低于 1 MPa,水压保压时间不少于 30 min,气压保压时间不少于 10 min,不渗漏为合格。

8.4 容器检验

8.4.1 外观检查

石墨零部件和完工后容器表面的外观应当符合设计文件要求,其内外表面应当光滑、无气泡、砂眼、凹坑和裂纹,不得有突变的尖锐划痕等缺陷。

8.4.2 检验要求

容器组装后应按设计文件和本标准要求逐台进行水压试验,必要时应增加泄漏试验。

8.4.3 容器水压试验

容器水压试验应按 GB/T 26961 的规定,并要满足如下要求:

- a) 水压试验应采用洁净水,试验时应保证被试验的压力室内充满水;
- b) 水压试验应使用两个量程相同并经过计量检定或校准的压力表,压力表精度不低于 2.5 级,压力表的量程不应低于 1.5 倍且不得高于 3 倍的试验压力;
- c) 一般压力容器试验压力不得低于 1.5 倍的设计压力,盛装毒性危害程度为极度或者高度危害介质的压力容器,其试验压力不得低于 1.75 倍的设计压力;
- d) 容器试压过程中,压力每升高 0.1 MPa 保压 2 min~3 min,达到试验压力后保压 30 min,然后缓慢降至设计压力,保压时间足够时间(不少于 60 min)进行检查,不渗漏为合格;
- e) 试验完成后,应将水排尽。

8.4.4 容器泄漏试验

8.4.4.1 试验要求

介质毒性程度为极度、高度危害或设计上不允许有微量泄漏的石墨制压力容器,应当进行泄漏试

验,包括所有接头和连接处等。

8.4.4.2 泄漏试验方法

泄漏试验包括气密性试验以及氨检漏试验、卤素检漏试验和氦检漏试验等。除气密性试验按 8.4.4.4 要求外,其余 3 种容器泄漏试验方法、压力、技术要求等由设计者按照 HG/T 20584 的要求在设计文件中予以规定。

8.4.4.3 泄漏试验时机

泄漏试验需在水压试验合格后进行。

8.4.4.4 气密性试验

8.4.4.4.1 带有安全阀、爆破片等超压泄放装置的压力容器,如需进行气密性试验,则设计者应当给出该压力容器的最高允许工作压力。

8.4.4.4.2 气密性试验压力应不低于最高允许工作压力,试验介质采用洁净的空气、氮气或其他惰性气体。试验时应缓慢升压,达规定试验压力后保压足够长的时间(不少于 30 min)进行检查,无泄漏为合格;也可以将容器浸入水中检查,无泄漏为合格。

9 容器出厂要求

9.1 容器出厂质量证明文件

9.1.1 容器出厂质量证明文件至少应包括“压力容器产品合格证”“产品质量证明书”“质量计划”“特种设备监督检验证书”(TSG 21—2016 管辖范围内的压力容器)、“竣工图”“产品使用说明书”以及“产品铭牌拓印件”。

9.1.2 竣工图上应有设计单位设计专用印章(复印件无效),与实际产品一致,并加盖竣工图章(竣工图章上应有制造单位名称、制造许可证编号、审核人的签字和“竣工图”字样)。

9.1.3 质量证明书应包括下列内容:

- a) 产品合格证;
- b) 产品技术特性;
- c) 主要石墨受压元件材料性能;
- d) 粘结剂力学性能(如材料存在拼接并且粘结缝承受拉应力或剪应力时);
- e) 压力试验检测结果;
- f) 有钢制承压元件时需增加的项目按 GB/T 150.1~GB/T 150.4、GB/T 151 的规定;
- g) 与本标准和图样不符合的项目;
- h) 外观及几何尺寸检验报告;
- i) 热固化(塑化)报告及自动记录曲线;
- j) 产品铭牌的拓印件或者复印件等。

9.1.4 特种设备监督检验证书应由国家认可的监督检验机构提供。

9.1.5 产品使用说明书(或使用手册),应包括下列内容:

- a) 设备性能用途;
- b) 产品结构图;
- c) 设备验收与安装注意事项;
- d) 设备使用注意事项;
- e) 设备保养维修注意事项。

9.1.6 铭牌应固定于明显的位置,至少应包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 制造单位名称;
- c) 制造单位许可证书编号和许可级别;
- d) 产品标准;
- e) 主体材料;
- f) 介质名称;
- g) 设计温度;
- h) 设计压力、最高允许工作压力(必要时);
- i) 耐压试验压力;
- j) 产品编号或者产品批号;
- k) 设备代码;
- l) 制造日期;
- m) 压力容器分类;
- n) 自重和容积(换热面积)。

9.2 油漆、包装、运输

容器的油漆、包装、运输应符合 JB/T 4711 的规定。

附 录 A
(规范性附录)
浸渍工艺评定

A.1 一般要求

A.1.1 浸渍工艺评定应在试件浸渍前完成。

A.1.2 浸渍工艺评定一般过程为：拟定浸渍工艺指导书；浸渍试件和制取试样；检验试件和试样；测定浸渍深度是否满足了使用的要求；提出浸渍工艺评定报告；对浸渍工艺指导书进行评定。

A.1.3 浸渍工艺评定所涉及的抗拉、抗压、抗剪试验数据及相应试验性能指标等的记录应符合表 A.1~表A.3 的要求。

A.2 评定规则

A.2.1 试件的准备

试件按 GB/T 13465.1 的要求准备，每组 10 件，同时应满足制取抗拉强度、抗弯强度、抗压强度相应标准试样的要求。

A.2.2 浸渍工艺

A.2.2.1 改变浸渍工艺，需重新评定。

A.2.2.2 变更如下任一浸渍工艺重要因素都需重新评定浸渍工艺：

- a) 浸渍件表面杂物的改变；
- b) 合成树脂的改变(例如材料制造单位、树脂牌号、密度范围、室温下的黏度范围、重要成分及范围)；
- c) 烘房干燥的温度和时间的改变；
- d) 真空和压力的改变；
- e) 任何聚合温度或时间的改变；
- f) 石墨件拼接间隙和密度的改变；
- g) 炭或者石墨材料的改变(例如制造厂商、等级或者批号、密度范围、颗粒度范围)。

A.3 性能试验

A.3.1 浸渍石墨件力学性能试验的取样应符合 GB/T 13465.1 的规定，渗透系数性能试验(需要时)的取样应符合附录 C 的规定。

A.3.2 浸渍石墨件抗拉强度、抗弯强度、抗压强度和渗透系数的试验方法应分别符合 GB/T 21921、GB/T 13465.2、GB/T 13465.3 和附录 C 的规定。

A.3.3 浸渍石墨件的石墨块抗拉和抗压试样沿垂直晶粒方向试验，换热管抗弯试样沿垂直晶粒方向试验。

A.4 性能要求

浸渍石墨件的抗拉强度、抗压强度、抗弯强度和渗透系数(需要时)的试验性能指标应符合表 1 不透

性石墨材料物理力学性能要求中的相应规定。

A.5 工艺评定报告

工艺评定报告应当包括石墨材料的室温及材料最高允许使用温度下的抗拉强度、抗弯强度(仅对换热管)、抗压强度、渗透系数(仅对盛装毒性危害程度为极度或者高度危害介质的压力容器材料)。

评定报告中的误差分析应符合 GB/T 13465.1 的规定。

表 A.1 浸渍试样抗拉强度评定表

石墨块

换热管材料

石墨复合物材料

产品名称		产品编号		
石墨材料制造厂		生产日期		
石墨材料粒径/mm		体积密度/(g/cm ³)		
电阻率/ $\mu\Omega\text{m}$		石墨材料质量证明书号		
浸渍剂质量证明书号		浸渍剂制造厂		
浸渍剂生产日期		浸渍剂名称		
浸渍剂牌号		浸渍剂粘度		
试样编号	抗拉强度/MPa		相对偏差 $d/\%$	
	室温/ $^{\circ}\text{C}$	在材料最高允许使用温度下保持 1 h 后	室温/ $^{\circ}\text{C}$	在材料最高允许使用温度下保持 1 h 后
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
算术平均值 \bar{x}			—	—
相对允许偏差	$\pm 20\%$	$\pm 20\%$	—	—
标准偏差 s			—	—
最小值 ^a /MPa	14	11	—	—
检验人员：	日期：	审核人员：	日期：	
^a 最小值数据来自表 1。				

表 A.2 浸渍试样抗压强度评定表

 石墨块 换热管材料 石墨复合材料

产品名称		产品编号	
石墨材料制造厂		生产日期	
石墨材料粒径/mm		体积密度/(g/cm ³)	
电阻率/ $\mu\Omega\text{m}$		石墨材料质量证明书号	
浸渍剂质量证明书号		浸渍剂制造厂	
浸渍剂生产日期		浸渍剂名称	
浸渍剂牌号		浸渍剂粘度	
试样号	抗压强度/MPa	相对偏差 $d/\%$	
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
算术平均值 \bar{x}		—	
相对允许偏差	$\pm 20\%$	—	
标准偏差 s		—	
最小值 ^a /MPa	45	—	
检验人员：	日期：	审核人员：	日期：
* 最小值数据来自表 1。			



表 A.3 浸渍试样(换热管)抗弯强度评定表

产品名称		产品编号	
石墨材料制造厂		生产日期	
石墨材料粒径/mm		体积密度/(g/cm ³)	
电阻率/ $\mu\Omega\text{m}$		石墨材料质量证明书号	
浸渍剂质量证明书号		浸渍剂制造厂	
浸渍剂生产日期		浸渍剂名称	
浸渍剂牌号		浸渍剂粘度	
试样号	抗弯强度/MPa		相对偏差 $d/\%$
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
算术平均值 \bar{x}			—
相对允许偏差	$\pm 20\%$		—
标准偏差 s			—
最小值 ^a /MPa	27		—
检验人员：	日期：	审核人员：	日期：
^a 最小值数据来自表 1。			

附 录 B
(规范性附录)
粘结工艺评定

B.1 一般规定

B.1.1 粘结工艺评定应在产品粘结之前完成,用以验证粘结单位拟定的粘结工艺的正确性,并评定粘结单位能力。

B.1.2 粘结工艺评定一般过程为:拟定粘结工艺指导书,粘结试件,制取试样并检验外观尺寸,测定粘结接头是否具有所要求的力学性能,提出粘结工艺评定报告,并对拟定的粘结工艺指导书进行评定。

B.1.3 粘结工艺评定所涉及的抗拉、剪切试验数据及相应试验性能指标等的记录应符合表 B.1、表 B.2 要求。

B.2 评定规则

B.2.1 试样的准备

B.2.1.1 试样按 GB/T 13465.8、GB/T 13465.9 的规定和设计的接头型式制作。

B.2.1.2 试样的数量应满足制取标准试样每组 10 件的要求。10 个中有一个不合格加做 5 个,并且 5 个全部满足要求。

B.2.2 粘结工艺

B.2.2.1 改变粘结工艺,需重新评定。

B.2.2.2 变更如下任一粘结工艺重要因素都需要重新评定粘结工艺:

- a) 接头设计型式的改变;
- b) 任何表面准备的改变;
- c) 粘结剂牌号的改变;
- d) 粘结剂生产厂商的改变;
- e) 固化温度或时间的改变;
- f) 接头设计间隙的增加(超出评定合格值的 10%)。

B.3 粘结接头试样

按 GB/T 13465.8、GB/T 13465.9 的规定做粘结试样,并应符合以下要求:

- a) 试样的材料与容器用材料牌号相同,由相同制造单位生产;
- b) 试样的粘结应当由粘结该台容器的粘结工完成,并且采用与容器粘结缝相同的条件与工艺;
- c) 粘结接头试样的加工和尺寸要求应符合 GB/T 13465.1 的规定,试验和评定方法应符合 GB/T 35926 的规定。

B.4 拉伸试验

B.4.1 试样形式

所有拉伸型式试样, 粘结接头均处于试样的正中间。

B.4.2 试验方法

拉伸试验按 GB/T 13465.9 规定的试验方法测定粘结接头的抗拉强度。

B.4.3 合格指标

每个试样的抗拉强度应不低于表 2 石墨粉+酚醛树脂粘结剂力学性能要求所规定的常温和 205 °C 下的浸渍石墨间粘结抗拉强度。

B.5 剪切试验

B.5.1 试样形式与试验方法

试样的形式、数量与试验方法应符合 GB/T 13465.8 的规定。

B.5.2 合格指标

每个试样的剪切强度应不低于表 2 石墨粉+酚醛树脂粘结剂力学性能要求所规定的浸渍石墨间粘结抗剪强度。

B.6 粘结工艺评定报告

粘结工艺评定报告应当包括抗剪强度、以及室温和材料最高允许使用温度下的抗拉强度, 误差分析应符合 GB/T 13465.1 的规定。并在评定报告中记录粘结剂来源、等级和质量指标。

表 B.1 粘结试样抗拉强度评定表

 石墨块粘结 石墨块与管粘结 管与管粘结

产品名称			产品编号	
粘结工姓名/标志			日期	
粘结剂制造单位			粘结剂牌号	
环境温度/℃			环境相对湿度/%	
接头类型				
试样编号	试验抗拉强度/MPa		相对偏差 d /%	
	室温/℃	设计温度/℃	室温/℃	设计温度/℃
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
算术平均值 \bar{x}			—	—
相对允许偏差	±20%	±20%	—	—
标准偏差 s			—	—
最小值 ^a /MPa	13	6	—	—
重要变素：				
要求	填充材料	树脂	固化剂	
材料名称、牌号				
成分(质量分数)				
固化条件	固化时间_____min		固化温度_____℃	
检验人员：	日期：	审核人员：	日期：	
^a 最小值数据来自表 2。				

表 B.2 粘结试样剪切强度评定表

石墨块粘结

石墨与管粘结

管与管粘结

产品名称		产品编号	
粘结工姓名/标志		日期	
粘结工艺评定号		环境温度/°C	
接头类型		环境相对湿度/%	
试样编号	剪切强度/MPa		相对偏差 $d/\%$
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
算术平均值 \bar{x}			—
相对允许偏差	±20%		—
标准偏差 s			—
最小值 ^a /MPa	12		—
检验人员：	日期：	审核人员：	日期：
^a 最小值数据来自表 2。			



附 录 C
(规范性附录)
不透性石墨材料渗透系数试验方法

C.1 一般规定

C.1.1 本附录中规定的真空一衰减试验方法用于在室温下确定炭和石墨材料(固体物质)所制试样的渗透系数。此法采用空气作为实验气体,渗透系数测量范围在 $10^4 \text{ mm}^2/\text{s} \sim 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.1.2 每组试验数据和渗透系数计算结果的记录都应符合表 C.1 的要求。

C.1.3 同种石墨原材料的浸渍工艺改变需重新做渗透系数测定试验。

C.2 设备和仪器

C.2.1 试验用的真空压力表需为数显压力表,单位为帕(Pa)。

C.2.2 试验用的真空压力表需经过计量检定或校准后方可使用。

C.2.3 游标卡尺量程 $0 \text{ mm} \sim 300 \text{ mm}$,分度值 0.01 mm 。

C.2.4 真空泵的真空度需能满足试验工艺要求。

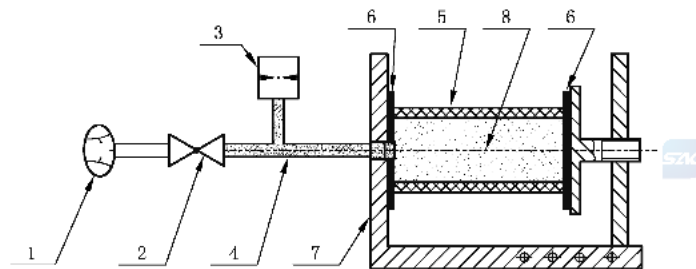
C.2.5 试验装置中的阀门泄漏率不低于 GB/T 13927—2008 中 C 级要求。

C.2.6 试样端面边缘采用橡胶密封件进行密封(见图 C.1),密封面不应占据试样管内容积。

C.2.7 真空装置管路体积不高于试样容积的 30%。

C.3 试验装置

渗透系数测量装置示意图见图 C.1。



说明:

1——真空泵,如旋片式真空泵;
2——阀门;
3——数显压力表;
4——管路容积;

5——试样;
6——橡胶密封件;
7——夹紧装置;
8——试样容积。

图 C.1 渗透系数测量装置示意图

C.4 试样

C.4.1 取样

取样及试样制备按 GB/T 13465.1 的有关规定,每组试样的浸渍工艺要一致。

C.4.2 试样的形状

试样形状为管状,需对其密封表面进行处理,以确保密封性。

C.4.3 试样尺寸

试样加工内径 $60.00\text{ mm}\pm 0.20\text{ mm}$,外径 $95.00\text{ mm}\pm 0.20\text{ mm}$,试样长度 $200.00\text{ mm}\pm 0.50\text{ mm}$ 。

C.4.4 试样测量精度

试样的几何尺寸测量精确到 0.01 mm (测量精度大于 1%)。

C.4.5 试样数量

每组试样 10 件。10 个试样中有一个不合格加做 5 个,并且 5 个应全部满足要求。

C.4.6 试样表面质量要求

试样表面应平整光洁、无裂纹、分层和其他影响测量精度的缺陷。



C.5 试验步骤

C.5.1 确定试验装置管路容积不高于试样容积的 30% 。

C.5.2 在试验之前需要对装置进行密封性试验,试验合格后方可进行石墨材料渗透系数试验。

C.5.3 测量石墨管试样的内径、外径及长度尺寸,精确到 0.01 mm 。

注:外径测量沿试样轴向测 3 处,每处测互相垂直的直径各 1 次,取所得 6 个数据的算术平均值;内径测量在两端管口处,每处测量互相垂直的内径各 1 次,取所得 4 个数据的算术平均值。

C.5.4 按要求调整好夹具距离,放好试样,并连接固定。

C.5.5 启动真空泵抽真空,待真空压力稳定后继续稳压不低于 10 min 。

C.5.6 稳压时间到之后,关闭阀门,将真空泵和管路容积断开,并记录时间(t_1)及初始压力(p_{i1})。

C.5.7 真空初始压力(p_{i1})低于 100 Pa 时,测量时间(Δt) 30 min ;真空初始压力(p_{i1})在 $100\text{ Pa}\sim 200\text{ Pa}$ 之间时,测量时间为 20 min 。

C.5.8 至少 30 s 的时间间隔内测量到压力上升。

C.5.9 测量时间到达后,记录时间(t_2)及试样内压力(p_{i2})。

C.5.10 工作场所空气相对湿度不高于 70% 。

C.6 结果计算

C.6.1 真空—衰减方法采用空气作为实验气体,在恒定体积下测量压力的增加来计算渗透性系数 $k(L)$ 。

空气向内流动所引起的与时间有关的压力增加是确定的。渗透性系数由此压力增加(真空衰减)、试样上的压差、试样尺寸和测量所得的体积等计算而得,见式(C.1)。

$$k(L) = 1.3 \frac{\Delta p_i}{\Delta t} \cdot V \cdot \frac{\ln \frac{d_o}{d_i}}{2\pi l} \cdot \frac{1}{\Delta p} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

$k(L)$ ——渗透系数,单位为平方毫米每秒(mm^2/s);

l ——试样长度,单位为毫米(mm);

d_i ——试样内径,单位为毫米(mm);

d_o ——试样外径,单位为毫米(mm);

Δt ——测量的时间间隔(为 $t_2 - t_1$),单位为秒(s);

V ——试样容积(其中试样的孔隙体积被忽略,见图 C.1),单位为立方毫米(mm^3);

Δp_i ——在测量时间周期内,一定测量体积下压力的增加, $\Delta p_i = p_{i2} - p_{i1}$,单位为帕(Pa);

$\overline{\Delta p}$ ——平均压力差, $\overline{\Delta p} = p_a - \overline{p_i}$,单位为帕(Pa);

p_a ——在流动方向上进入试样前的空气压力(大气压力),单位为帕(Pa);

$\overline{p_i}$ ——试样内部的平均空气压力,可由 $\overline{p_i} = \frac{p_{i1} + p_{i2}}{2}$ 计算而得,其中, p_{i1} 为在测量开始时试样内的空气压力, p_{i2} 为在测量结束时试样内的空气压力,单位为帕(Pa)。

注:公式中的压力都以绝对压力代入。

C.6.2 计算结果处理按 GB/T 13465.1 的有关规定。

C.6.3 本试验需要其他试验人员对计算结果进行校核。

C.6.4 试验报告中应体现以下内容:

- a) 试样的编号和名称。
- b) 抽真空时间、保压时间以及干燥情况(空气湿度)。
- c) 压力 p_{i1} 和 p_{i2} 。
- d) 测量时间(Δt)。
- e) 试样的渗透系数 $k(L)$,以 mm^2/s 为单位。
- f) 试验结果,单个数值、算术平均值、相对偏差、标准偏差。
- g) 试验日期及试验人员。

表 C.1 浸渍试样渗透系数评定表

石墨块

换热管

石墨复合材料

产品名称					产品编号			
石墨材料制造厂					生产日期			
石墨材料粒径/mm					石墨材料质量证明书号			
电阻率/ $\mu\Omega\text{m}$					体积密度/(g/cm^3)			
浸渍剂质量证明书号					浸渍剂制造厂			
浸渍剂生产日期					浸渍剂名称			
浸渍剂牌号					浸渍剂粘度			
试样号	外径/内径 d_o/d_i mm	长度 l /mm	容积 V/mm^3	初始 压力 p_{i1}/Pa	结束 压力 p_{i2}/Pa	测量 时间 $\Delta t/\text{s}$	渗透系数 $k(L)/$ (mm^2/s)	相对偏差 $d/\%$
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
相对允 许偏差	—	—	—	—	—	—	$\pm 10\%$	—
最高值 ^a	—	—	—	—	—	—	2.9×10^{-3}	—
渗透系数算术平均值 \bar{x}					标准偏差 s			
检验人员：	日期：	校核人员：	日期：	审核人员：	日期：			
^a 最高值数据来自表 1。								