

中华人民共和国国家标准

GB/T 13465.12—2023

不透性石墨材料试验方法 第 12 部分：导热系数

Test method of impermeable graphite materials—
Part 12: Thermal conductivity

国家标准全文公开系统专用，此文本仅供个人学习、研究之用，
未经授权，禁止复制、发行、汇编、翻译或网络传播等，侵权必究。
国家标准信息公共服务平台：<https://std.samr.gov.cn>



2023-11-27 发布

2024-06-01 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	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试验装置及材料	1
6 试样	3
7 试验方法	4
8 试验结果	5
9 试验报告	6

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 13465 的第 12 部分。GB/T 13465 已经发布了以下部分：

- 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；
- 不透性石墨材料试验方法 第 2 部分：抗弯强度；
- 不透性石墨材料试验方法 第 3 部分：抗压强度；
- 不透性石墨材料试验方法 第 4 部分：冲击强度；
- 不透性石墨酚醛粘接剂收缩率试验方法；
- 不透性石墨管水压爆破试验方法；
- 不透性石墨增重率和填孔率试验方法；
- 不透性石墨粘接剂粘接剪切强度试验方法；
- 不透性石墨粘接剂粘接抗拉强度试验方法；
- 不透性石墨材料试验方法 第 12 部分：导热系数。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国非金属化工设备标准化技术委员会(SAC/TC 162)归口。

本文件起草单位：南通山剑防腐科技有限公司、南通星球石墨股份有限公司、广州特种承压设备检测研究院、南通京通石墨设备有限公司、江苏省特种设备安全监督检验研究院、南通贝思特石墨设备有限公司、南通理工学院、浙江华熔科技有限公司、苏州泰吉诺新材料科技有限公司、广东思泉新材料股份有限公司、天华化工机械及自动化研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：王晓梁、陈钧、李茂东、陈汉军、邓芝强、姚松年、陈汉明、赵桂花、何华、杨钧、喻鹏、周志强、李兆强、任泽明、肖丽娟、贺正文、桑临春。

引 言

GB/T 13465 旨在准确地测量化工生产用不透性石墨材料的力学性能、渗透性能和导热性能,拟由 12 个部分组成。

——第 1 部分:总则。目的在于提供不透性石墨材料性能检测的基本要求和原则。

——第 2 部分:抗弯强度。目的在于测定不透性石墨材料抗弯强度。

——第 3 部分:抗压强度。目的在于测定不透性石墨材料抗压强度。

——第 4 部分:冲击强度。目的在于测定不透性石墨材料冲击强度。

——第 5 部分:酚醛粘接剂收缩率。目的在于测定不透性石墨酚醛粘接剂收缩率。

——第 6 部分:石墨管水压爆破。目的在于测定不透性石墨管水压爆破性能。

——第 7 部分:增重率和填孔率。目的在于测定不透性石墨增重率和填孔率。

——第 8 部分:粘接剂粘接剪切强度。目的在于测定不透性石墨粘接剂粘接剪切强度。

——第 9 部分:粘接剂粘接抗拉强度。目的在于测定不透性石墨粘接剂粘接抗拉强度。

——第 10 部分:抗拉强度。目的在于测定不透性石墨材料抗拉强度。

——第 11 部分:渗透系数。目的在于测定不透性石墨材料渗透系数。

——第 12 部分:导热系数。目的在于测定不透性石墨材料导热系数。

导热系数是不透性石墨材料最重要的性能参数之一,是评价不透性石墨换热器用不透性石墨材料导热性能优劣、计算不透性石墨换热器换热面积必不可少的性能参数。

由于不透性石墨设备具有优良的导热性能、耐腐蚀性能和耐温性能,因此,大多用于换热设备,是一类非常重要的、用量大、使用范围非常广泛的防腐蚀换热设备。不透性石墨材料导热系数的优劣,直接关系到不透性石墨换热器换热效率的高低。本文件的制订,对准确测定不透性石墨材料导热系数、提升材料性能、提高设备换热面积计算的准确性和设备换热效率、促进我国不透性石墨设备制造行业高质量发展具有非常重要的意义。

不透性石墨材料试验方法

第 12 部分：导热系数

1 范围

本文件描述了不透性石墨材料导热系数测量方法。

本文件适用于在室温下用比较法测量不透性石墨材料在 20 °C~40 °C 的导热系数。

本文件适用于导热系数小于或等于 250 W/(m·K) 的不透性石墨材料导热系数的测量。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

HG/T 2370 不透性石墨制化工设备技术条件

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

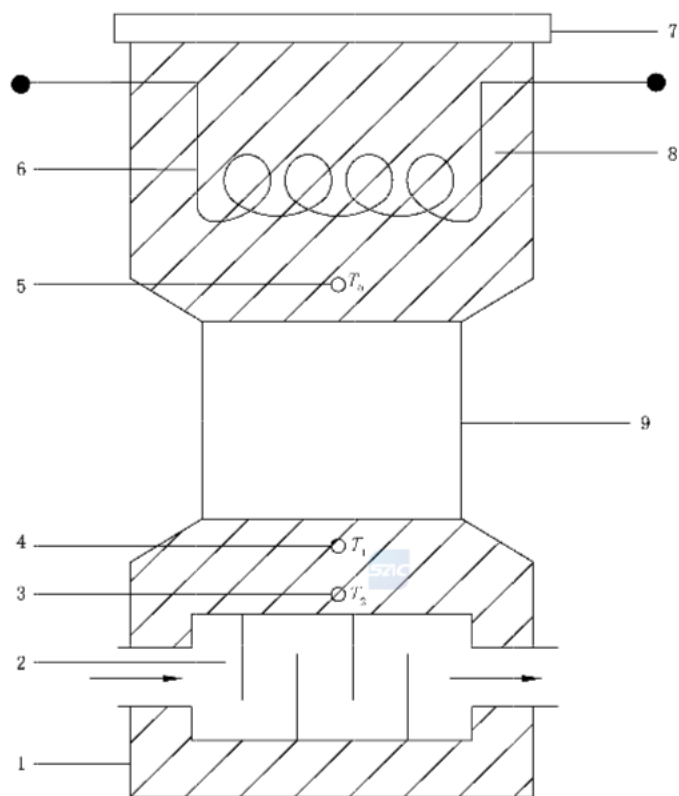
将已知导热系数的标准试样固定在两个设定温度的测量头之间（见图 1），使试样两端与测量头端面紧密贴合，测量头分为加热端（以下简称“热端”）和冷却端（以下简称“冷端”），热端设定温度为 40 °C±0.1 °C，冷端设定温度为 20 °C±0.1 °C。待测量头两端温度稳定在设定温度，且热端电压值在 10 min 以上保持不变时，记录热端加热电压值。通过测量相同材料、相同直径、不同高度的标准试样，绘制 $U-\lambda/h$ 曲线图（见图 2），其中 U 为热端电压值，单位为 mV； λ 为标准试样的导热系数，单位为 W/(m·K)； h 为标准试样的高度，单位为 mm。然后，用测试试样代替标准试样进行测试，待测量头温度分别稳定在 40 °C±0.1 °C 与 20 °C±0.1 °C 时，记录热端加热电压值，然后，借助已绘制的 $U-\lambda/h$ 曲线图，计算测试试样的导热系数。

标准试样材料的导热系数应与被测试样材料的导热系数相近。

5 试验装置及材料

5.1 试验装置

导热系数测量装置示意图见图 1。



标引序号说明：

- 1——冷端底部；
- 2——冷端恒温循环箱；
- 3——冷端控温点 T_2 ；
- 4——冷端测温点 T_1 ；
- 5——热端测温点 T_0 ；
- 6——热端加热元件；
- 7——试样压紧装置；
- 8——热端顶部；
- 9——试样。

图 1 导热系数测量装置示意图

5.2 冷端、热端温度测量、控制仪表

测量、控制仪表的分度值为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 电压表

电压表量程按照试验要求选取，精度为 0.5 级。

5.4 游标卡尺

游标卡尺量程为 $0\text{ mm}\sim 150\text{ mm}$ ，分度值为 0.02 mm 。

5.5 塞尺

塞尺的塞尺片最小厚度为 0.02 mm 。

5.6 接触剂

接触剂是为了保证试样端面和测量头端面接触良好。宜采用凡士林或甘油作为接触剂。

5.7 研磨料

为了保证试样两端与测量头紧密贴合,通过研磨提高试样端面的平面度和粗糙度,宜研磨料采用颗粒度小于 $10\ \mu\text{m}$ 的碳化硅粉末。

6 试样

6.1 试样尺寸

试样直径为 30 mm,高度为 20 mm~30 mm。

6.2 取样

6.2.1 不透性石墨块测试试样

6.2.1.1 可从制造不透性石墨设备的不透性石墨块上取样,取样部位尽可能具有代表性,与其他部位的质量一致。如从透性石墨块上取样,其浸渍和固化工艺应与设备的浸渍和固化工艺相同,且保证全浸透。

6.2.1.2 制取试样的不透性石墨块质量应符合 HG/T 2370 的规定或设计文件的要求。

6.2.1.3 如测试试样需要区分轴向测试试样和径向测试试样时,轴向测试试样的取样方向应与不透性石墨块轴向平行,径向测试试样的取样方向应与不透性石墨块轴向垂直。加工试样时,应保证轴向试样的端面与试样轴线(即取样方向)垂直;径向试样的端面应与试样轴线(即取样方向)平行。

6.2.2 不透性石墨换热管测试试样

6.2.2.1 压型不透性石墨管测试试样

应采用与压型不透性石墨管相同的原料、挤出和热处理工艺制成不透性石墨棒。不透性石墨棒的高度和直径应满足制样要求,加工制成轴向、径向测试试样,轴向试样的端面应与试样轴线(即取样方向)垂直,径向试样的端面应与试样轴线(即取样方向)平行。

6.2.2.2 浸渍不透性石墨管测试试样

从制造浸渍不透性石墨管的透性石墨块上取样,然后,用与制造浸渍不透性石墨管相同的原料、浸渍和固化工艺制成不透性石墨试样。浸渍不透性石墨管试样只测试径向导热系数。

6.3 试样的加工、尺寸及偏差

6.3.1 试样采用机械加工的方式,加工完成后,直径偏差不大于 0.1 mm,其尺寸的形位公差应满足:端面与轴线的垂直度不大于 0.05 mm,端面的平行度不大于 0.05 mm,端面的平面度不大于 0.025 mm。

6.3.2 为了保证试样与上、下测量头端面紧密贴合,试样加工完成后应手工或机械研磨试样端面。研磨时,研磨料中应加入一定量的水。研磨完成后,用水冲洗干净试样,并烘干。

6.3.3 加工后的试样表面不应有树脂膜,如目测发现加工后试样的表面有孔洞、裂纹时,应废弃。

6.4 试样的数量

每组试样至少 5 个。

6.5 标准试样材料选择。

标准试样的导热系数应经检定或校准合格。选用表 1 中与被测试样导热系数相近的材料制作的标准试样,被测试样的 λ/h 值应处于标准试样 $0.2\lambda/h \sim 5\lambda/h$ 范围内。

表 1 标准试样材料 20 ℃ 时的导热系数

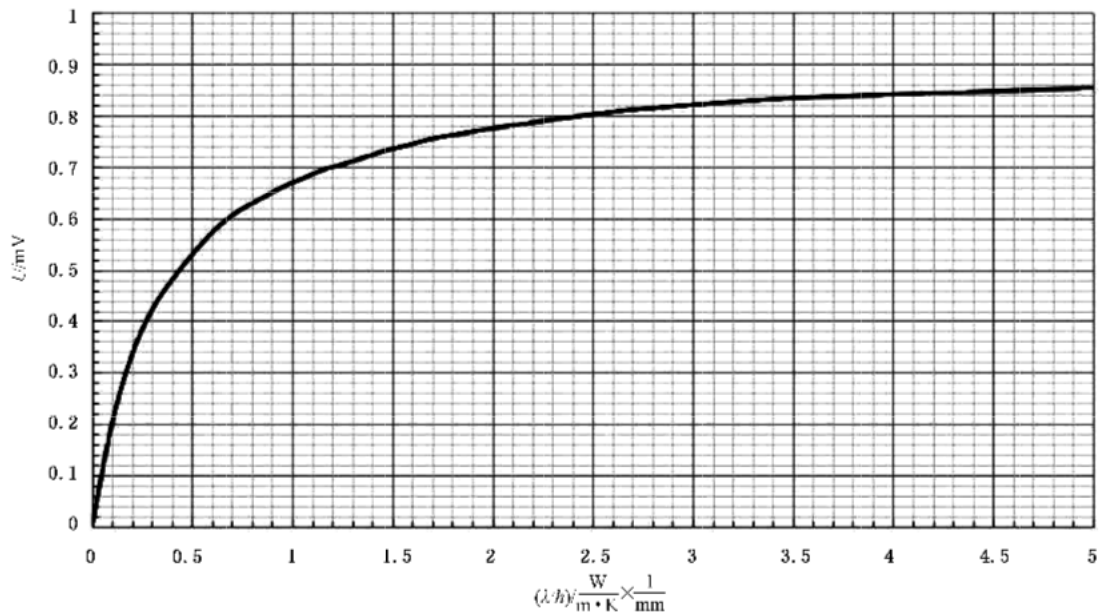
材 料	导热系数/[W/(m·K)]
钛(牌号:TA1GELI)	15
氧化铝陶瓷($w_{Al_2O_3} \geq 99.9\%$)	30
碳钢(牌号:T10)	40
青铜(牌号:QSn8-0.3)	65
镍(牌号:N4)	90
高纯锌(牌号:Zn-05)	112
铝合金(牌号:7075-T6)	130
铝合金(牌号:6061-T6)	167
铝(牌号:1A99)	235

同种材料制成的标准试样的导热系数值会因材料成分差异而在一定范围内波动,因此,所选用的标准试样导热系数的真实值以计量检定或校准结果为准

7 试验方法

7.1 绘制校准曲线

采用与被测试样导热系数相近的材料制成的直径相同,高度分别为 5 mm、10 mm、15 mm、20 mm、25 mm、30 mm 的标准试样,用图 1 所示测量装置,按照 7.2 规定的方法测量不同高度的标准试样,绘制图 2 所示的热端加热电压(U)和标准试样 λ/h 关系曲线图。标准试样的导热系数应通过检定或校准,并在检定或校准有效期内。绘制标准试样 $U-\lambda/h$ 关系曲线图时,宜增加不同高度的标准试样。



注：绘制条件：冷端温度为 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，热端温度为 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，两端温差为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，标准试样直径为 30 mm ，标准试样材料为 99.99% 镍。

图 2 标准试样 $U-\lambda/h$ 关系曲线图

7.2 导热系数测量

7.2.1 用柔软织物或纸巾擦拭干净试验装置测量头端面。

7.2.2 在试样两端涂抹一层接触剂，接触剂尽可能薄。

7.2.3 将试样放在下方测量头中间，启动压紧装置夹持住试样，用厚度为 0.02 mm 的塞尺片测量试样与测量头之间的间隙，如间隙大于 0.02 mm ，应重新研磨试样端面。每次测量时，夹紧力应保持一致。

7.2.4 接通电源，启动试验装置，待热端温度 (T_0) 稳定在 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，冷端温度 (T_1) 稳定在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，且热端电压显示值保持至少 10 min 不变时，则从试样热端到冷端的热传导达到了稳定平衡状态，记录电压显示值，测量结束。

8 试验结果

8.1 结果计算

用测得的测试试样的电压值，通过图 2 所示的标准试样的 $U-\lambda/h$ 关系曲线图，查得 λ/h 值，然后用被测试样的高度值 (h) 计算出被测试样的导热系数 (λ)。同一试样应测量 2 次，2 次测量的平均值为该试样的测试结果，5 个试样测试结果的平均值为最终试验结果。如某个试样的测试结果与 5 个试样测试结果中值的相对误差大于 15% ，则这个试样为异常试样，应剔除，在同一批试样中任取一个试样进行测试，结果合并计算。

8.2 数据处理

试验结果保留小数点后 1 位有效数字。

9 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 委托单位名称；
 - b) 本文件编号及名称；
 - c) 样品名称及编号、数量；
 - d) 取样方式；
 - e) 被测试样的材料名称、直径及其高度；
 - f) 标准试样的材料名称、直径及其高度；
 - g) 试验设备型号、名称及准确度；
 - h) 电压值；
 - i) 试样导热系数测试结果(需要时,应说明是轴向还是径向)；
 - j) 试验日期；
 - k) 试验人、审核人。
-

