文章类型：论文|刊号（ISSN）：2737-4505(P) / 2737-4513(O)

排水法以及真密度法对坩埚孔隙率的测定比较

田涛　王洪　王刚　蒋兴绒　向春玉
云南中晟新材料有限责任公司
DOI:10.12238/etd.v5i3.7825

[摘　要] 对坩埚试块测量尺寸后计算空气中体积,同时利用梅特勒体密测定仪、康塔真密度测定仪分别测定坩埚体密后做对比,对比排水法以及真密度法的坩埚孔隙率,实验结果显示：排水法测定的体密、孔隙率与真密度法测定的体密、孔隙率呈反相关关系；空气中测定的体密值小于水中测定的体密值,且孔隙率越高两者的差异越大。
[关键词] 孔隙率；排水法；真密度；体积密度；石墨坩埚
中图分类号：TE45　文献标识码：A

Comparison of Drainage Method and True Density Method for Determining the Porosity of Crucibles

Tao Tian　Hong Wang　Gang Wang　Xingrong Jiang　Chunyu Xiang
Yunnan Zhongsheng New Materials Co., Ltd

[Abstract] After measuring the size of the crucible test block, the volume in the air was calculated. At the same time, the crucible body density was measured using a Mettler density tester and a Kantar true density tester for comparison. The porosity of the crucible using the drainage method and the true density method was compared. The experimental results showed that the volume density and porosity measured by the drainage method were inversely correlated with those measured by the true density method; The volume density value measured in air is smaller than that measured in water, and the higher the porosity, the greater the difference between the two.
[Key words] Porosity; Drainage method; True density; Volume density; Graphite crucible

引言

石墨坩埚以天然鳞片石墨、增碳剂为主体原料,以可塑性耐火粘土或炭质、沥青等为粘结剂加工而成,具有耐高温、导热性能强、抗腐蚀性能好,使用寿命长等特点,但因坩埚的使用寿命与本身的体密、电阻率、抗折强度、耐压强度、弹性模量、硬度、气孔率、导热系数、热膨胀系数等均有关联,故本文就坩埚的体密、气孔率两方面进行探究。

1 实验原理

1.1孔隙率定义

孔隙率：材料的体积密度定义为不含游离水的材料的质量与其总体积(包括固体材料的实占体积和全部孔隙所占体积)之比。当不含任何孔隙时,材料的质量与材料的实占体积之比则为其理论密度。孔隙分开孔隙(与表面相通,又称显孔隙)和闭孔隙〈不与表面相通)两种。体积密度一般用称量法来测定,气孔率测定也可以借助于体积密度的测定,其公式如下表示：

$$\eta=\frac{V_0-V}{V_0}*100\%或（1-\frac{\rho_0}{\rho}）*100\%\quad\cdots\cdots(1)$$

式中：

η：材料孔隙率,%;

V0：材料自然状态下体积或称表观体积,cm^3;

V:材料的密实体积,cm^3;

ρ0：材料体积密度g/cm^3;

ρ：材料密度g/cm^3;

1.2体积密度测定(排水法)

按其定义,材料的质量不难精确测定,但其体积即使通过量具也不能准确测定,利用基于阿基米德原理的液体静力称量法,却能很容易解决这一问题。由阿基米德定律可知,浸于液体中的试样所受到的浮力等于该试样排开的液体的重量。液体静力称量法是,将试样浸没于已知密度的液体中,试样用质量很小的细金属丝悬挂于天平称物端,保证试样完全浸没又不与盛放液体的容器壁、底相接触,盛放液体的容器由支架支撑住、不与天平称盘接触,称出试样浸于液体中时的质量,另外称出试样在完全干燥状态下在空气中的质量,其浮力表示为

$$F_{浮}=(m_1-m_2)g=Vg\quad\cdots\cdots(2)$$

其体积密度为：

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.

检测结果汇总表													
序号	空气中验证									浸水中验证			
	长度 (mm)	均值 (mm)	宽度 (mm)	均值 (mm)	高度 (mm)	均值 (mm)	质量 (mm)	体密 (mm)	均值 (mm)	检测值 (g/cm^3)	排水法孔隙率(%)	真密度 (g/cm^3)	真密度孔隙率(%)
样品一	101.35	101.35	50.54	50.53	50.21	50.23	421.4	1.638	1.638	1.675	2.2	2.08	21.24
	101.39		50.52		50.24			1.638					
	101.3		50.54		50.23			1.639					
样品二	100.43	100.42	50.79	50.80	50.42	50.41	418.11	1.626	1.626	1.642	1	2.13	23.68
	100.43		50.81		50.42			1.625					
	100.41		50.81		50.40			1.626					
样品三	100.42	100.44	50.71	50.74	49.91	49.91	411.37	1.619	1.618	1.631	0.82	2.12	23.7
	100.46		50.74		49.92			1.617					
	100.43		50.76		49.89			1.617					

$$\rho = \frac{m_1 \rho_l}{m_1 - m_2} \quad (3)$$

式中：

$F_{浮}$：进入液体中物体受到的浮力,N；

m_1：试样在完全干燥状态下在空气中的质量,g；

m_2：不计悬挂丝质量时试样悬浮浸没于液体中的质量,g；

g:重力常量,9.8N/kg；

V:物体排开水的体积,ml；

ρ_1：液体的实际密度,g/ml；

ρ :物体体积密度,g/cm^3。

注:用于浸渍的液体要求密度小于待测试样,对试样材料润湿性好、不发生反应、不使试样溶解或溶胀,常用蒸馏水、无水乙醇及煤油等,以水最为常用,故液体静力称量法有时称作排水法。

1.3真密度测定的原理

真密度是指粉体质量(m)除以不包括颗粒内外空隙的体积(真体积V_0)求得的密度。将试料置于真密度测试仪中,用氦气作介质,在测量室逐渐加压到一个规定值,然后氦气膨胀进入膨胀室内,两个过程的平衡压力由仪器自动记录,根据质量守恒定律,通过标准球校准测量室和膨胀室的体积后,再确定试料的真体积,计算出真密度。

$$\rho = \frac{m}{V_0} \quad (4)$$

$$V_0 = V_1 - \frac{V_2 P_2}{P_1 - P_2} \quad (5)$$

式中：

ρ ：真密度,g/cm^3；

m：试样的质量,g；

V_0：试样的真体积,cm^3；

V_1：测量室的体积,cm^3；

V_2：膨胀室的体积,cm^3。

P_1：测定室的压力,kPa。

P_2：膨胀室的压力,kPa。

2 试验

2.1物料试剂

100*100*50mm坩埚试块；三级水

2.2设备

液体静力天平,机械式天平或电子天平,精度0.1mg,量程200g；真空干燥器、真空计、带三通旋塞的连接玻管、注液瓶、缓冲瓶、小型真空泵；烘箱、小电炉、超声清洗器；真密度测试仪。

2.3其他

烧杯、镊子、小毛巾、细铜丝网、标准球,体积分别约为7.0699cm^3,70.699cm^3, 系列样品池，体积分别约为10cm^3,50cm^3,135cm^3。

2.4实验步骤

2.4.1物块尺寸测定

使用游标卡尺分别对试块长、宽、高测定尺寸,单边测定三次取平均值。

2.4.2排水法测定

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.

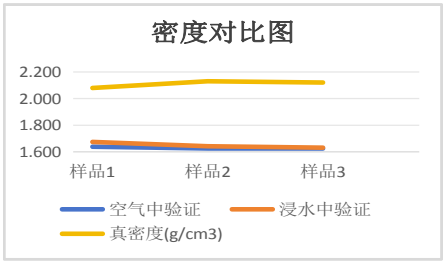
(1)待测试样作好编号标记,在超声清洗器中清洗7-10分钟,烘箱中于110℃烘干至值重,冷至室温后按设备提示称取试样在空气中质量m1。(2)用镊子小心地把试样放在液体静力天平的盛物金属丝网中,注意在放样或取出样时切不可将水洒在天平的称量部位上,并确保试样和丝网浸没于水面下一定深度,且不与盛水容器的壁、底相碰,称量浸渍试样在水中的质量m_2。(3)将各试样测得的数据代入上面各有关公式计算体积密度、空隙率;蒸馏水密度ρ，由设备自动按温度-密度查询表获取数值。

2.4.3真密度测定

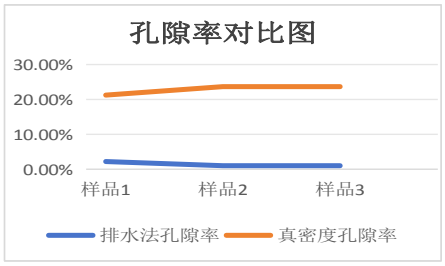
(1)开启真密度测试仪,通入氦气,预热30 min,并检查气路的气密性。(2)每次测试前用标准球对仪器进行校正。(3)在135ml的样品池中装入不少于样品池体积的2/3的试样,准确称取样品的质量,精确到0.0001 g,装样时振动样品池使试样填装紧密,不易飞起,打开装样品池的筒外盖,把样品池缓慢放入筒中,盖上筒外盖并拧紧。(4)按照设备说明,进行测定,重复测定三次,按GB/T 8170修约,取三次测定的算术平均值。

2.4.4检测结果汇总

(检测结果对比表)



(密度对比图)



(气孔率对比图)

3 结果分析与讨论

(1)从检测结果对比表可以看出:空气中测定的体积密度均在1.618-1.638g/cm^{3}范围内,水中测定的体积密度均在1.631-1.675g/cm^{3}范围内,并呈现水中测定的体积密度大于空气中测定的体积密度,且随空气和水中体积密度值的减小,真密度呈反向增大的规律。(2)样品1在水中的体积密度最大1.675g/cm^3,对应的孔隙率也最大,由公式3可知,孔隙率越大,物体排开水的体积越小,导致排水质量m_1-m_2减小,体密ρ增大。(3)样品1、2、3的真密度随样品孔隙率(2.2%-0.82%)依次减小呈反向增大(2.08-2.12g/cm3)的规律,且孔隙率越小,体密越大。此规律主要是由式样真体积公式(5)导致,因真密度测定利用的的是气体吸附法,在物体质量不变的情况下,物体孔隙越多,折算出来的物体实际体积越小,按照公式(4)计算,真密度值越大。(4)排水孔隙率与真密度呈反相关的规律,主要是由孔隙率计算公式(1)导致,真密度越大,真密度孔隙率会越大。

4 结论

(1)排水法测定的体密、孔隙率与真密度法测定的体密、孔隙率呈反相关规律;(2)空气中测定的体密值小于水中测定的体密值,且孔隙率越高两者的差异越大;(3)多孔碳素材料使用排水法测定偏差较大,建议按照标准GB/T 24528-2009《碳素材料体积密度测定方法》进行测定。(4)坩埚制作材料应严格控制骨料、细料、沥青以及其他辅料的配比,同时控制物料的各项理化指标,以及物料的入模温度、挤压压力;在坩埚坯料成型后,焙烧阶段应严格控制焙烧时间以及焙烧温度等工艺条件。

[参考文献]

[1]华志恒,周晓军,刘继忠.碳纤维复合材料(CFRP)孔隙的形态特征[J].复合材料学报,2005,22(6):103-107.

[2]杨震,廖胜明,饶政华,等.新型阳极焙烧炉内挥发分逸出特性研究[J].炭素技术,2022,41(3):13-18.

[3]文琼华,孟江燕,龚楚.碳纤维增强树脂基复合材料孔隙率检测方法的分析比较[J].玻璃钢/复合材料,2016,(7):32-37.

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.