

カーボンブロックの試験方法

Testing methods for carbon blocks

1. **適用範囲** この規格は、主として溶鋳炉及び電気炉の内張り（ライニング）に使用されるカーボンブロックの試験方法について規定する。ただし、クレーボンドのものは除く。

備考1. この規格の引用規格を、次に示す。

JIS B 7502 マイクロメータ

JIS B 7507 ノギス

JIS B 7733 圧縮試験機

JIS C 1601 指示熱電温度計

JIS C 1602 熱電対

JIS K 8615 炭酸カリウム（試薬）

JIS K 8810 1-ブタノール（試薬）

JIS R 1301 化学分析用磁器るつぼ

JIS R 1306 化学分析用磁器燃焼ボート

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8706 光高温計による温度測定方法

JIS Z 8801 試験用ふるい

2. この規格の中で { } を付けて示してある単位及び数値は、従来単位によるものであって、参考として併記したものである。

2. **試験の種類及び項目** この規格で規定する試験の種類及び項目は、次のとおりとする。

(1) 物理試験方法

- (a) 圧縮強さ
- (b) 曲げ強さ
- (c) かさ比重
- (d) 真比重
- (e) 全気孔率
- (f) 熱間線膨張収縮率
- (g) 残存線膨張収縮率

(2) 化学試験方法

- (a) 水分
- (b) 揮発分
- (c) 灰分

- (d) 固定炭素
- (e) 耐アルカリ性

3. 共通な装置

3.1 はかり 使用するはかりのひょう量及び感量は、表 1 のとおりとする。

表 1 はかりのひょう量及び感量

ひょう量	感量
1 000g	0.1g
100g	0.1g
-	0.1mg 以下

3.2 長さ計 長さ計は、JIS B 7507 に規定された最小読取り値 0.05mm のノギスを用いる。ただし、熱間線膨張収縮率及び残存線膨張収縮率の測定には、JIS B 7502 に規定された最小目盛 0.01mm のマイクロメータを用いる。

3.3 温度計 温度計は 0～150℃の範囲をもつ棒状水銀温度計を用いる。ただし、真比重の測定には精度 $\frac{1}{100}$ ℃のものを用いる。

3.4 高温計 高温計は JIS Z 8706, JIS C 1601 及び JIS C 1602 に規定された高温計を用いる。

3.5 乾燥装置 乾燥装置は、105～110℃に保つことのできる自動温度調節器付電気恒温装置を用いる。

3.6 化学分析用ガラス器具及び陶磁器類 この試験に用いる化学分析用ガラス器具及び陶磁器類は、特に指定のない限り日本工業規格によるものを用いる。

4. 試験結果の数値の丸め方 試験結果の数値の丸め方は、JIS Z 8401 による。

5. 試料 試験片の形状及び寸法並びに試料の作り方は、表 2 のとおりとする。

表 2 試験片の形状及び寸法並びに試料の作り方

試験項目	試料採取位置	試験片の形状及び寸法並びに試料の作り方	
		炭素質	人造黒鉛質
圧縮強さ	試験片の採取はカーボンブロックの一端から、その周辺部を避けて採取する。	厚さ 50mm, 幅 50mm, 長さ 60mm の直方体	厚さ 20mm, 幅 20mm, 長さ 25mm の直方体
曲げ強さ		直径 50mm, 長さ 230mm の丸棒又は厚さ 50mm, 幅 50mm, 長さ 230mm の角棒	直径 20mm, 長さ 100mm の丸棒又は厚さ 20mm, 幅 20mm, 長さ 100mm の角棒
かさ比重		試料は原則として圧縮強さ又は曲げ強さの試験が終わった試験片の全量を粗砕した後、十分に混合した試料のうちから、灰分、水分及び揮発分は備考 1. によって、真比重は備考 2. によって調製するものとする。	
真比重			
水分			
揮発分			
灰分		直径 15～25mm, 長さ 50～130mm の丸棒又は厚さ 15～25mm, 幅 15～25mm, 長さ 50～130mm の角棒	
熱間線膨張収縮率及び残存線膨張収縮率			
耐アルカリ性		厚さ 50mm, 幅 50mm, 長さ 50mm の立方体の一面の中心に、直径 22mm, 深さ 25mm の穴をドリルであける。 また、穴のふたとして厚さ 6mm, 幅及び長さ 50mm の同材質の板を用い、試験片の寸法許容差は、いずれも±0.5mm とする。	

- 備考 1.** 混合した試料を縮分して約 20g とし、めのう乳鉢で全量が JIS Z 8801 に規定する標準網ふるい 250μm を通過するまで擦りつぶす。
2. 混合した試料の備考 1. の残りを縮分して約 30g とし、備考 1. と同様、その全量が 149μm の網ふるいを通過するまで擦りつぶす。
3. 特に、やむを得ない場合には、試験片の形状及び寸法を変更することができる。この場合、その内容を試験報告書に明記しなければならない。
4. 圧縮強さ、曲げ強さ、熱間線膨張収縮率及び残存線膨張収縮率の試験片の作製に当たってはその方向を確認し、測定値の報告に当たっては、供試素材の長さ方向に対する試験片の長さ方向の関係を明記する。

6. 試験方法

6.1 物理試験方法

6.1.1 圧縮強さ 圧縮強さの試験は、次のとおり行う。

(1) 試験片 5. によって採取する。

(2) 装置 試験機は、JIS B 7733 に規定する圧縮試験機を用いる。

(3) 操作 試験片の幅 50mm, 厚さ 50mm の面又は幅 20mm, 厚さ 20mm の面を加圧面として、必要に応じて厚紙片などを加圧面に当てて均一に加圧するように注意し、厚さ、幅 50mm の試験片の場合は、毎秒 $1\,226 \pm 98\text{N}$ { $125 \pm 10\text{kgf}$ }、厚さ、幅 20mm の試験片の場合は毎秒 $196 \pm 29\text{N}$ { $20 \pm 3\text{kgf}$ } の均一速度で加圧し、試験片が破壊したときの最大荷重を目盛板で読む。

(4) 計算 試験片の圧縮強さは、次の式によって計算し、小数点以下 1 けたに丸める。

$$c = \frac{w}{s}$$

ここに、
 c : 圧縮強さ (N/cm²) {kgf/cm²}
 w : 最大荷重 (N) {kgf}
 s : 試験片の加圧面の面積 (cm²)

(5) 報告 供試カーボンブロックの圧縮強さは、2 個の試験片の測定値の平均値を整数に丸めて示す。

6.1.2 曲げ強さ 曲げ強さの試験は、次のとおり行う。

- (1) **試験片** 5.によって採取する。
- (2) **装置** 試験機は、JIS B 7733 に規定する曲げ試験機を用いる。この場合、その支点のりょう（稜）の曲率半径を 1.5mm、加圧くさびの角度を 60°、その先端の曲率半径を 3mm とする。
なお、曲率半径は、10mm に変更できるようになっていなければならない。
- (3) **操作** 試験片を支台上に水平に置き、試験片の中央に厚さ 50mm の試験片の場合は毎秒 $736 \pm 49\text{N}$ {75 ± 5kgf}、厚さ 20mm の試験片の場合は毎秒 $49 \pm 20\text{N}$ {5 ± 2kgf} の均一速度で鉛直に荷重を加え、試験片が破壊したときの最大荷重を目盛板で読む。ただし、支点間の距離及び加圧くさびの曲率半径は、表 3 のとおりとする。

表 3 支点間の距離及び加圧くさびの曲率半径

カーボンブロックの種類	支点間の距離	加圧くさびの曲率半径
	cm	mm
炭素質	20.0	10
人造黒鉛質	8.0	3

- (4) **計算** 試験片の曲げ強さは、次の式によって計算し、小数点以下 1 けたに丸める。

(a) 丸棒の場合

$$b = \frac{8pl}{\pi d^3}$$

(b) 角棒の場合

$$b = \frac{3pl}{2wt^2}$$

ここに、
 b : 曲げ強さ (N/cm²) {kgf/cm²}
 l : 支点間の距離 (cm)
 p : 最大荷重 (N) {kgf}
 d : 試験片の直径 (cm)
 w : 試験片の幅 (cm)
 t : 試験片の厚さ (cm)

- (5) **報告** 供試カーボンブロックの曲げ強さは、2 個の試験片の測定値の平均値を整数に丸めて示す。

6.1.3 かさ比重 かさ比重の測定は、次のとおり行う。

- (1) **試験片** 5.によって採取する。
- (2) **操作** 試験片を 105～110℃の空気浴中で 2 時間保ち、これをデシケーター中で冷却して室温に達した後、直ちに質量を量り、再び空気浴中に移し、1 時間ごとに冷却して質量を量る。これを恒量に達するまで繰り返す。

次に、試験片の各辺の長さを 4 か所ずつ測り、それぞれ各辺の平均寸法から体積を求める。

- (3) **計算** 試験片のかさ比重は、次の式によって計算し、小数点以下 3 けたに丸める。

$$d_b = \frac{m}{v}$$

ここに、
 d_b : かさ比重
 m : 乾燥試験片の質量 (g)
 v : 体積 (cm³)

- (4) **報告** 供試カーボンブロックのかさ比重は、2 個の試験片の測定値の平均値を小数点以下 2 けたに丸

めて示す。

6.1.4 真比重 真比重の測定は、次のとおり行う。

(1) 試料 5.によって採取する。

(2) 装置 $30 \pm 0.03^\circ\text{C}$ に保つことのできる自動温度調節器付恒温水槽を用いる。

(3) 操作 あらかじめ十分に乾燥した内容積約 40ml の側管付比重瓶（図 1 参照）の質量を正確に量る。
次に、その底部に試料（ $105 \sim 110^\circ\text{C}$ の空気浴中で約 2 時間乾燥し、デシケーター中で室温まで冷却したもの）を約 10mm の厚さ（7～12g）になるように平らに入れた後、その質量を正確に量る。

これに、あらかじめ 20 分間以上 $2.0 \sim 2.7\text{kPa}$ { $15 \sim 20\text{mmHg}$ } の減圧下に保ってある JIS K 8810 に規定する 1-ブタノールを静かに加えて、底から 20mm 程度の深さにする。次に比重瓶に軽い振動を与えて、大きな気泡の発生がなくなったのを確かめた後、真空デシケーター中に入れ、徐々に排気して $2.0 \sim 2.7\text{kPa}$ { $15 \sim 20\text{mmHg}$ } とする。その圧力に 20 分間以上保ち、気泡の発生が止まった後取り出して、更に 1-ブタノールを満たし、栓をして恒温水槽（ $30 \pm 0.03^\circ\text{C}$ に調節してあるもの）に 15 分間以上浸し、1-ブタノール液面を標線に合わせる。次に、これを取り出して外部をよくぬぐって室温まで冷却した後質量を正確に量り、更にこれを再び恒温水槽に入れ、同様の操作を繰り返して 4 回の平均値をとる。次に、同じ比重瓶に 1-ブタノールだけを満たし、前記と同じようにして恒温水槽に浸し、標線を合わせた後、質量を量り、更にこの操作を繰り返して 4 回の平均値をとる。

また、使用直前に沸騰させて溶解した気体を除いた蒸留水を比重瓶にとり、前と同様に恒温水槽に浸し、標線を合わせた後質量を量り、更にこの操作を繰り返して 4 回の平均値をとる。

(4) 計算 試料の真比重は、次の式によって計算し、小数点以下 3 けたに丸める。

$$d_t = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_1 - (m_4 - m_3)} \times \frac{m_3 - m_1}{m_5 - m_1} d$$

ここに、 d_t ： 真比重

m_1 ： 比重瓶の質量 (g)

m_2 ： 比重瓶に試料を入れたときの質量 (g)

m_3 ： 比重瓶に 1-ブタノールだけを標線まで入れたときの質量 (g)

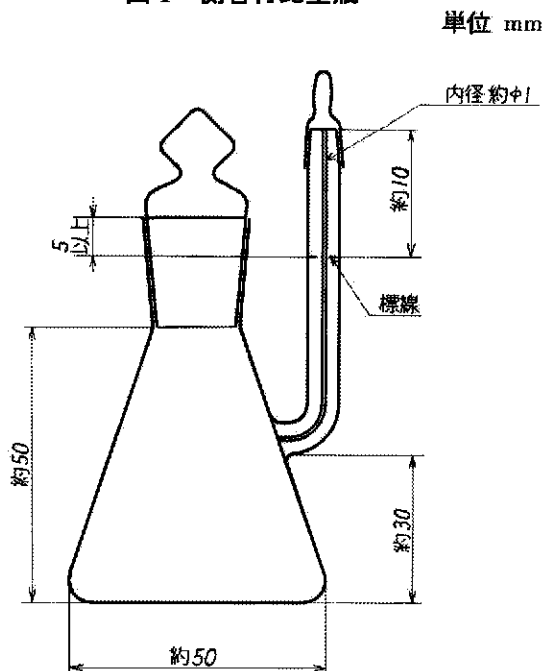
m_4 ： 比重瓶に試料を入れ、更に 1-ブタノールを標線まで入れたときの質量 (g)

m_5 ： 比重瓶に蒸留水だけを標線まで入れたときの質量 (g)

d ： 水の比重 ($0.9946, 30^\circ\text{C}$)

(5) 報告 供試カーボンプロックの真比重は、2 回の測定値の平均値を小数点以下 2 けたに丸めて示す。

図 1 側管付比重瓶



備考1. 側管付比重瓶は、質量約40g、標線までの容量約40ml とし、その肉厚はなるべく薄いことが望ましい。

2. 本体に取り付けるふたの擦り合わせは、気密でなければならない。

6.1.5 全気孔率 全気孔率の算出は、6.1.3 及び 6.1.4 の試験方法で得た報告値を用い、次の式によって計算し、小数点以下1けたに丸める。

$$p = \frac{d_t - d_b}{d_t} \times 100$$

ここに、
 p : 全気孔率 (%)
 d_t : 真比重
 d_b : かさ比重

6.1.6 熱間線膨張収縮率 熱間線膨張収縮率の測定は、次のとおり行う。

(1) **試験片** 5.によって採取する。

なお、試験片の両端面は、平滑に仕上げなければならない。

(2) **装置** コンパレータ又はカセットメータを用いて、加熱炉中の試験片の長さの変化を炉外から計測できる装置で、コンパレータ又はカセットメータの最小読取り範囲は1～10μm、加熱炉は最高温度1600℃に達するものを用いる。電気炉は不活性ガスを送入して炉内部を完全な不活性雰囲気につくことができ、かつ炉の中央部で、試験片長さ+10mm 以上の範囲において所定温度±10℃の等温帯が得られるものを用いる。この方法による測定は通常 800～1500℃の範囲に適用する。

(3) **操作** 試験片をあらかじめ 105～110℃で恒量になるまで乾燥し、冷却後長さ計で正確に試験片の長さを測る。試験片を試験片に作用しない支台に載せて加熱炉内の等温帯中に入れる。次に不活性ガスを送入し、炉内照明灯をつけて読取計を調節して試験片の両端面の測定点を標線に合わせる。測温には白金-白金ロジウム熱電対又は光高温計を、電気炉の昇温は1分間4℃を標準として均一に加熱を行い、通常50℃ごとに試験片の寸法の変化を読み取る。すなわち所定の温度になったとき試験片の測定点をクロス標線に合わせ、この時の読みから熱間線膨張収縮率を次の式によって計算し、小数点以下2けたに丸める。

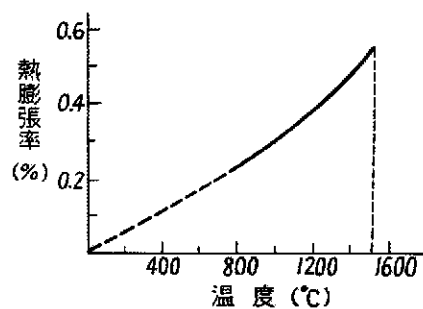
$$\Delta l = [(r_1' - r_1) + (r_2' - r_2)] \times 100 / l_0$$

ここに、 Δl : 温度 $t^\circ\text{C}$ における熱間線膨張収縮率 (%)
 r_1 : 測定開始時の移動ダイヤルの左の読み (mm)
 r_2 : 測定開始時の移動ダイヤルの右の読み (mm)
 r_1' : 温度 $t^\circ\text{C}$ における移動ダイヤルの左の読み (mm)
 r_2' : 温度 $t^\circ\text{C}$ における移動ダイヤルの右の読み (mm)
 l_0 : 測定開始前の試験片の長さ (mm)

- (4) **報告** 計算によって求めた所定温度における数値をその温度における熱間線膨張収縮率とし、所定温度を付記して報告する。

また、必要に応じ、図 2 に示すような熱膨張収縮曲線を添えて報告する。

図 2 熱膨張収縮曲線



- 6.1.7 **残存線膨張収縮率** 残存線膨張収縮率の測定は、次のとおり行う。

- (1) **試験片** 5.によって採取する。

なお、試験片の両端面は、平行かつ平滑に仕上げる。

- (2) **装置** 最高温度 1 600°C で十分に気密に保つことができ、かつ不活性ガスを送入して内部を完全な不活性雰囲気と保つことのできる管状電気炉を用いる。
- (3) **操作** 試験片にあらかじめ長さ方向主軸と平行に、かつ対称に、長さ測定のための 2 本の標線を付ける。次に試験片をあらかじめ 105~110°C で恒量になるまで乾燥し、冷却後、長さ計で両端面間の長さを長さ計で 2 本の標線に沿って測定し、その平均値を計算して試験片の長さとする。次に、試験片を試験片に作用しない支台に載せて試験炉内の等温帯中に入れる。この場合、数個の試験片を同時に試験する場合は、試験片相互の間隔は 5mm 以上、試験片と炉管壁の間隔は 10mm 以上とらなければならない。次に、不活性ガスを送入し、測温には熱電温度計又は光高温計を用い、1 000°C までは毎分 10°C、1 000°C 以上では毎分 5°C を標準として加熱し、所定温度 $\pm 10^\circ\text{C}$ に 2 時間保持した後、自然冷却させる。冷却後、試験片の 2 本の標線に沿って両端面間の長さを測り、その平均値を加熱後の試験片の長さとする。

残存線膨張収縮率は次の式によって計算し、小数点以下 3 けたに丸める。

$$l_r = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \times 100$$

ここに、 l_r : 残存線膨張収縮率 (%)
 l_0 : 試験片の両端面間の最初の平均長さ (mm)
 l_1 : 試験片の加熱後の両端面間の平均長さ (mm)

- (4) **報告** 供試カーボンブロックの残存線膨張収縮率は、2回の測定値の平均値を小数点以下2けたに丸め、所定の温度を付記して報告する。

なお、計算結果が“正”のときは膨張率，“負”のときは収縮率として示す。

備考 6.1.6の測定時に、最高温度で2時間保持し、6.1.7の方法を併用して残存線膨張収縮率を測定してもよい。

6.2 化学試験方法

6.2.1 **水分** 水分の測定は、次のとおり行う。

- (1) **試料** 5.によって採取する。
- (2) **操作** 試料1~2gを直径約30mmのガラス製はかり瓶に正確に量りとり、乾燥装置に入れ、ふたを除き、105~110℃で1時間加熱した後ふたをして、デシケーター中で室温まで冷却した後、手早くその質量を正確に量る。
- (3) **計算** 試料の水分は、次の式によって計算し、小数点以下2けたに丸める。

$$\omega = \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

ここに、
 ω : 水分 (%)
 m : 試料の質量 (g)
 m_1 : 乾燥後の試料の質量 (g)

- (4) **報告** 供試カーボンブロックの水分は、2回の測定値の平均値を小数点以下1けたに丸めて示す。

6.2.2 **揮発分** 揮発分の測定は、次のとおり行う。

- (1) **試料** 5.によって採取する。
- (2) **装置** 揮発分定量用電気炉は試料挿入後、3分以内に元の温度に回復し得るものを用いる。
- (3) **操作** JIS R 1301の落としふた付の容量約10mlの磁器るつぼに試料約2gを正確に量りとり、ふたをしたまま、あらかじめ900±20℃に保った電気炉に入れ7分間加熱し、速やかにこれをデシケーター中に入れ、室温まで冷却した後、手早く質量を正確に量る。
- (4) **計算** 試料の揮発分は、次の式によって計算し、小数点以下2けたに丸める。

$$v = \frac{m - m_2}{m} \times 100 - \omega$$

ここに、
 v : 揮発分 (%)
 m : 試料の質量 (g)
 m_2 : 加熱後の試料の質量 (g)
 ω : 水分 (%) (6.2.1によって求める。測定時が異なる場合は改めて水分を求める。)

- (5) **報告** 供試カーボンブロックの揮発分は、2回の測定値の平均値を小数点以下1けたに丸めて示す。

6.2.3 **灰分** 灰分の測定は、次のとおり行う。

- (1) **試料** 5.によって採取する。
- (2) **装置** 灰分定量用電気炉は炉内通風量が十分に大きく、均熱帯(800±20℃)が広いものを用いる。
- (3) **操作** 試料約1~3gをJIS R 1301又はJIS R 1306に規定された灰化容器に量りとり、ふたを除いて電気炉に入れ、空気を通し徐々に加熱して水分及び揮発分の大部分を除いた後800±20℃で加熱し、飛散しないように注意しながら白金線でかき混ぜ、黒点が認められなくなるまで灰化した後デシケーター

一中で室温まで冷却し、手早く質量を正確に量る。

(4) **計算** 試料の灰分は、次の式によって計算し、小数点以下2けたに丸める。

$$a = \frac{m_3}{m} \times 100$$

ここに、
 a : 灰分 (%)
 m : 試料の質量 (g)
 m_3 : 灰化後の試料の質量 (g)

(5) **報告** 供試カーボンブロックの灰分は、2回の測定値の平均値を、小数点以下1けたに丸めて示す。

6.2.4 固定炭素 固定炭素は、6.2.1、6.2.2 及び 6.2.3 の測定方法で得た測定値を用い、次の式によって計算し、小数点以下1けたに丸めて示す。

$$C = 100 - (\omega + v + a)$$

ここに、
 C : 固定炭素 (%)
 ω : 水分 (%)
 v : 揮発分 (%)
 a : 灰分 (%)

6.2.5 耐アルカリ性 耐アルカリ性の試験は、次のとおり行う。

(1) **試料** 5.によって採取する。

(2) **装置と薬品**

(a) **試験容器 (さや)** 鋳鉄製その他のもので、操作上の条件を満たすものとする。

(b) **炉** 炉は、定められた温度制御ができるもので、加熱時間中、炉内の温度分布が $\pm 10^\circ\text{C}$ に保持できるものとする。

(c) **コークスブリーズ** JIS Z 8801 に規定する標準網ふるい 4 760 μm を通過するものを用いる。

(d) **炭酸カリウム** JIS K 8615 に規定するものを用いる。

(3) **操作** 2 個以上の試験片とふたを1時間以上 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ で乾燥した後、試験片の穴に $8 \pm 0.1\text{g}$ の JIS K 8615 に規定する炭酸カリウムを充てんし、ふたをする。これらの試験片を試験容器の中に入れ、コークスブリーズを用いて充てんする。この場合、試験容器内壁と試験片の間は 25mm 以上、試験片と試験片の間は 10mm 以上の距離をとり、一番上の層の試験片は厚さ 25mm 以上のコークスブリーズで覆う。試験容器のふたは、気硬性耐火モルタルを用いて密閉する。次に、試験容器を 955°C に達するまで、1 時間当たり 200°C の速度で昇温した後 $955 \pm 10^\circ\text{C}$ で 5 時間保つ。その後 100°C 近くまで自然冷却し、吸湿しないように試験片をとり出し、その状態を観察する。き裂の大きさは、0.01mm まで読み取れる拡大鏡を用いて測定し、同時に上面及び相対する二つの側面の写真撮影を行う。

(4) **報告** 報告には、上面及び相対する二つの側面の写真を添付し、その大きさは実物の $\frac{1}{2}$ 以上とする。また、試験片の状態は、表 4 に基づいて報告する。

表 4 判定基準

判定	記号	判定基準
変化なし	U	肉眼で認められるき裂や崩壊がない場合
軽いき裂	LC	試験片に微小き裂だけが認められる場合
き裂	C	幅約 0.4mm 以上のき裂が認められる場合
崩壊	D	試験片が二つ以上の部分に破壊した場合

窯業部会 炭素・黒鉛製品専門委員会 構成表（昭和 54 年 11 月 1 日改正のとき）

	氏名	所属
(委員長)	鈴木 弘 茂	東京工業大学原子炉工学研究所
	高橋 健太郎	東洋大学工学部
	大高 英 男	通商産業省生活産業局
	蔵岡 達 慈	工業技術院標準部
	新実 高 保	株式会社神戸製鋼所高砂工場
	水谷 吉 蔵	新日本製鉄株式会社設備技術センター
	佐々木 泰 一	日本原子力研究所
	吉田 道 一	社団法人日本鉄鋼協会
	永井 瀧	社団法人日本鉄鋼連盟
	山本 豊 孝	日本映画機械工業会
	山崎 良 雄	山崎電機工業株式会社
	松村 久 雄	昭和電工株式会社炭素事業部
	三輪 迪 夫	日本電極株式会社技術部
	角田 康五郎	東海カーボン株式会社茅ヶ崎工場
	安達 健次郎	日本カーボン株式会社技術部
	長島 秀 夫	東芝セラミックス株式会社研究所
	中村 義 郎	東海高熱工業株式会社技術開発部
	石川 智 典	炭素協会
	佐藤 博	東海カーボン株式会社技術第 1 部
	小林 基 宣	東洋カーボン株式会社電極技術部
	坂井 治三郎	日本カーボン株式会社技術部
	太田 實	協和カーボン株式会社東京事務所
(関係者)	羽鳥 暢 淑	炭素協会
(事務局)	飛田 勉	工業技術院標準部繊維化学規格課
	山田 次 雄	工業技術院標準部繊維化学規格課
(事務局)	武田 尚 志	工業技術院標準部繊維化学規格課（平成 7 年 4 月 1 日改正のとき）
	小川 和 雄	工業技術院標準部繊維化学規格課（平成 7 年 4 月 1 日改正のとき）