

11 精密度

精密度是 2003 年由 ISO 组织 10 个实验室发布,确定了 10 个样品的 3 个平行样的等效温度,5 个样品是来自 2 个用于参比的焦炭。精密度数与测定的等效温度值不相关。1 050 °C~1 400 °C 范围内在 95% 的置信度下的精密度为:

重复性限 $r=9$ °C;再现性限 $R=14$ °C。

使用方法举例如下:

重复性限:假定大量阳极的等效温度是 1 200 °C,如果在同一实验室由同一操作者测定参比焦炭样品,重复性在 95% 的测试结果都处在区间(1 191~1 209)°C。

再现性限:假定大量阳极的等效温度是 1 200 °C,如果不同实验室测定参考焦炭样品,再现性在 95% 的测试结果将处在区间(1 186~1 214)°C。

YS/T 63.22—2009/ISO 17499:2006

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.22—2009/ISO 17499:2006

铝用炭素材料检测方法 第 22 部分:焙烧程度的测定 等效温度法

Carbonaceous materials used in the production of aluminium—
Part 22: Determination of baking level expressed
by equivalent temperature

(ISO 17499:2006, Carbonaceous materials used in the production
of aluminium—Determination of baking level expressed
by equivalent temperature, IDT)



YS/T 63.22-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20363

定价: 14.00 元

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝用炭素材料检测方法
第 22 部分:焙烧程度的测定
等效温度法

YS/T 63.22—2009/ISO 17499:2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号:155066·2-20363 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

7 仪器

7.1 小型熔炉:用于参比焦炭的热处理,能在 6 min~8 min 内将 15 g~30 g 焦炭加热到 1 000 °C~1 500 °C,使用惰性保护气氛。

7.2 X-射线衍射仪:可根据 ISO 20203 测量 L_c 。

7.3 带石墨盖的柱状石墨容器:盖中有一小孔能使生焦炭放出的气体排出;外径 $\phi 40$ mm,内径 $\phi 20$ mm,高 90 mm;具有良好的耐热处理能力,可持续使用约 10 次。

7.4 回转磨。

8 测定步骤

8.1 等效温度测量

将约 15 g 参比焦炭(5)放入柱状石墨容器(7.3)中。确保石墨容器在装试样前盖子的小孔是畅通的。在装入焙烧炉之前,将石墨容器放入桩孔或合适的凹洞中。用陶瓷纤维或类似的合适材料来固定容器。

应注意:比较在不同焙烧炉中的焙烧程度时,该焦炭在烟道壁的位置是很重要的,它会对结果产生影响。如果带有该焦炭的阳极靠烟道壁,可以明显观察到此处的参比焦炭比处于坑中间的有更高的焙烧级别。

焙烧后取回石墨容器。取出石墨容器中的焦炭试样。如必要可轻轻敲击来开启盖子。除去松散的部分,注意避免被石墨污染,不要从石墨容器壁上刮除取试样,否则会导致石墨污染,因石墨有较高的 L_c 值。

在回转磨(7.4)中将回收的部分焦炭磨至适用于微晶尺寸 L_c 分析的大小,用 X 射线衍射仪(7.2)按照 ISO 20203 计算微晶尺寸 L_c 。为获得等效温度,将 L_c 值应用于公式(1)中确定等效温度。

8.2 截面等效温度

为获得焙烧炉中截面的等效温度分布,在截面内重新装上阳极或阴极和用于参比的焦炭。截面完成焙烧后,分析所有焦炭的 L_c 值,获取相应等效温度值。

9 结果表示

9.1 单块阳极或阴极的等效温度

做两个平行样的等效温度 T_{eq} (°C)。首先计算两者之差,若差值小于 10 °C,等效温度是两个样的平均值,记录两个样的值和平均值。若差值大于 10 °C,需测试新的平行样并计算差值。若新差值小于 10 °C,则等效温度为新平行样结果的平均值,记录平均值和 4 个平行样的值。若新差值大于 10 °C,则等效温度取这所有 4 个值的平均值,记录平均值和 4 个平行样的值。

9.2 截面的等效温度

以截面中所有测试部分的等效温度的平均值来表示结果,其标准偏差可表示为(1 200±35)°C。

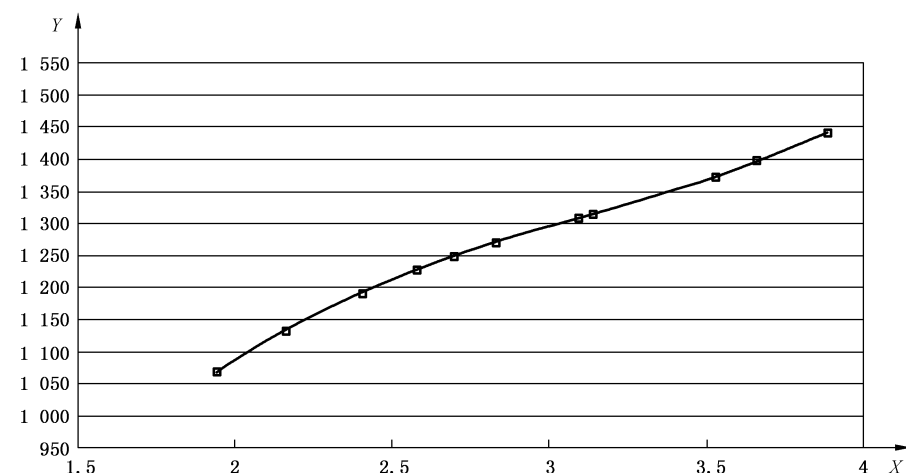
10 检测报告

检测报告应包括如下内容:

- 样品特征(如阳极位置、阳极特点、卸取阳极的日期);
- 本部分编号;
- 结果;
- 测试日期;
- 与标准步骤的不同之处。

6 校准曲线

将用于参比的焦炭样品,在一定的控制温度 T_h 下进行热处理,按照 ISO 20203 用 X-射线衍射仪(7.2)分析它们与平均微晶尺寸的关系,来确定参比焦炭的校准曲线。热处理次数应不少于 6 次,但由于弯曲效应,在较高范围内应至少 2 次。每次热处理都是快速加热参比焦炭至控制温度 T_h ,在该温度保温 2 h,随后立即淬火。根据定义,等效温度在数值上等于控制温度,即 $T_{eq} = T_h$,所以可以得到一组 (L_c, T_{eq}) 数据。典型的系列如图 1 所示。



X—平均晶粒尺寸 L_c (nm);
Y—温度 T_{eq} (°C)。

图 1 参比焦炭 11 组热处理数据的校准曲线(该曲线是一个 3 次方程)

按照公式(1)计算等效温度 T_{eq} :

$$T_{eq} = a \cdot (L_c)^3 + b \cdot (L_c)^2 + c \cdot L_c + d \dots\dots\dots (1)$$

式中:

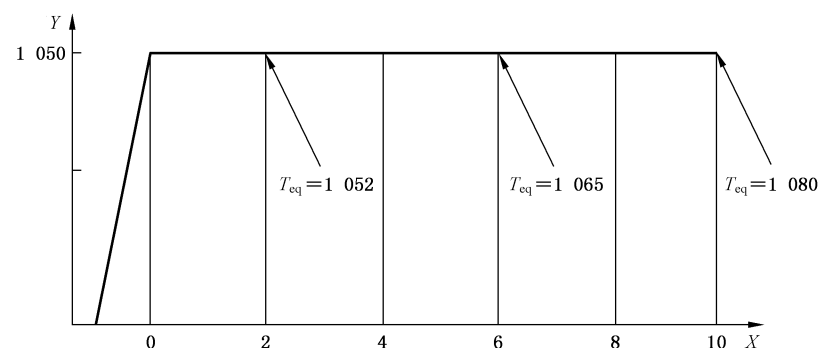
T_{eq} ——等效温度,单位为摄氏度(°C);

a, b, c, d ——3 次方程的系数;

L_c ——平均微晶尺寸,单位为纳米(nm)。

注 1: 新一批用作参比焦炭的校准曲线可以由旧的参比焦炭通过多次热处理,得出新的等效温度来确定。通过测定热处理后焦炭平均微晶尺寸,得到新的一组 (L_c, T_{eq}) 数据,并确定新校准曲线。

注 2: 除温度外,生焦炭煅烧对时间也敏感。图 2 表明在同一煅烧温度下,随着时间的增长微晶尺寸和等效温度的变化,重点强调了在热处理过程中都保持 2 h 这一相同时间的重要性。



X—保温时间(h);
Y—温度(°C)。

图 2 保温时间对等效温度影响

前 言

YS/T 63 共有 23 部分:

- 第 1 部分:阴极糊试样焙烧方法、焙烧失重的测定及生坯试样表观密度的测定;
- 第 2 部分:阴极炭块和预焙阳极 室温电阻率的测定;
- 第 3 部分:热导率的测定 比较法;
- 第 4 部分:热膨胀系数的测定;
- 第 5 部分:有压下底部炭块钠膨胀率的测定;
- 第 6 部分:开气孔率的测定 液体静力学法;
- 第 7 部分:表观密度的测定 尺寸法;
- 第 8 部分:二甲苯中密度的测定 比重瓶法;
- 第 9 部分:真密度的测定 氮比重计法;
- 第 10 部分:空气渗透率的测定;
- 第 11 部分:空气反应性的测定 质量损失法;
- 第 12 部分:预焙阳极 CO_2 反应性的测定 质量损失法;
- 第 13 部分:杨氏模量的测定 静测法;
- 第 14 部分:抗折强度的测定 三点法;
- 第 15 部分:耐压强度的测定;
- 第 16 部分:微量元素的测定 X 射线荧光光谱分析方法;
- 第 17 部分:挥发分的测定;
- 第 18 部分:水分含量的测定;
- 第 19 部分:灰分含量的测定;
- 第 20 部分:硫分的测定;
- 第 21 部分:阴极糊 焙烧膨胀/收缩性的测定;
- 第 22 部分:焙烧程度的测定 等效温度法;
- 第 23 部分:阴极炭块磨损试验方法。

本部分为第 22 部分。

本部分等同采用 ISO 17499:2006《铝用炭素材料——用等效温度表示焙烧程度的测定方法》。本部分等同采用 ISO 17499:2006 时删除了其前言。引言内容纳入范围之中。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分由索通发展有限公司、山东晨阳碳素股份有限公司、青铜峡铝业股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:郭永恒、黄华、李波、刘瑞、姚高波、钱康行、贾鲁宁、于易如、马志军。