ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17499— 2016

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Определение уровня обжига, выраженного в эквивалентной температуре

(ISO 17499:2006, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июля 2016 г. № 817-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17499:2006 «Материалы углеродные для производства алюминия. Определение уровня обжига, выраженного в эквивалентной температуре» (ISO 17499:2006 «Carbonaceous materials for the production of aluminium — Determination of baking level expressed by equivalent temperature», IDT).

Международный стандарт ИСО 17499:2006 разработан Техническим комитетом ISO/TC 226 Материалы для производства первичного алюминия.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Подготовка контрольной пробы кокса . . . 2
6 Построение калибровочной кривой . . . 2
7 Аппаратура . . . 3
8 Проведение анализа . . . 3
9 Оформление результатов . . . 4
10 Протокол испытаний . . . 4
11 Прецизионность . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации . . . 6

Введение

Значение эквивалентной температуры используют для определения уровня обжига отдельных анодов или катодов и расчета общего уровня обжига и распределения тепла в печах обжига любого типа, используемых для обжига анодов или катодов для производства алюминия.

Значение эквивалентной температуры может быть использовано для отслеживания и сопоставления уровня обжига лабораторных испытуемых образцов.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Определение уровня обжига, выраженного в эквивалентной температуре

Carbonaceous materials for the production of aluminium.
Determination of baking level expressed by equivalent temperature

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на материалы углеродные для производства алюминия и устанавливает методику определения уровня обжига отдельных анодов или катодов, выраженного в эквивалентной температуре, и расчета общего уровня обжига в камере печи обжига.

2 Нормативные ссылки

Для применения данного документа обязателен следующий нормативный документ. Для недатированной ссылки применяется последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 20203 Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Calcined coke — Determination of crystallite size of calcined petroleum coke by X-ray diffraction (Материалы углеродные для производства алюминия. Прокаленный кокс. Определение размера кристаллитов прокаленного нефтяного кокса рентгенодифрактометрическим методом).

3 Термины и определения

В рамках настоящего стандарта применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **эквивалентная температура:** Температура T_{eq}, выражаемая в эквивалентных градусах °*E*, определяемая на основе измерения средней высоты кристаллитов L_c контрольного кокса с помощью калибровочной кривой зависимости L_c от температур термообработки кокса. Позволяет определить температуру обжига анодов или катодов (уровень обжига).

Примечание — Калибровочная кривая строится на основе результатов измерений средней высоты кристаллитов L_c серии проб контрольного кокса, прошедших термообработку при различных температурах с двухчасовой выдержкой и последующим охлаждением. Температура выражена в градусах Цельсия. Эквивалентная температура T_{eq} в числовом выражении равна значениям температуры в градусах Цельсия.

4 Сущность метода

Эквивалентную температуру обжига анода или катода определяют путем помещения графитового контейнера с анализируемой пробой непрокаленного контрольного кокса в ниппельное гнездо или другое подходящее углубление перед загрузкой анода или катода в печь обжига.

По окончании цикла обжига графитовый контейнер выгружают, контрольный кокс извлекают и определяют среднюю высоту кристаллитов L_c в соответствии с ИСО 20203.

Примечание — В тексте ИСО 20203 использованы термины «размер» или «толщина кристаллитов», которые равнозначны термину «высота кристаллитов».

Издание официальное

Для определения эквивалентной температуры на основе измеренного значения L_c используют заранее построенную калибровочную кривую, связывающую значение эквивалентной температуры с высотой кристаллитов.

5 Подготовка контрольной пробы кокса

5.1 Общие требования

Для каждой марки непрокаленного нефтяного кокса, полученного от одного поставщика и применяемого в качестве контрольного кокса, используют индивидуальную калибровочную кривую.

5.2 Выбор и подготовка контрольной пробы кокса

Отбирают достаточное количество сухого непрокаленного нефтяного кокса, полученного от одного поставщика, для его использования в качестве контрольной пробы и присваивают этой партии справочный номер. Размер частиц кокса должен быть менее 5 мм. Для упрощения его извлечения из графитового контейнера кокс должен быть в зернах, а не в порошке. По мере необходимости рекомендуется разделить и заново перемешать пробу.

Примечание — Если использовать порции по 20 г при ожидаемой производительности 400 анодов/сут и частоте замеров, равной 2 % от суточного объема, годовой расход материала составит 60 кг. На полный курс испытаний уровня обжига в камере на 168 анодов уходит 3,4 кг кокса.

6 Построение калибровочной кривой

Построение калибровочной кривой для контрольного кокса проводят путем отбора отдельных проб контрольного кокса с последующей тепловой обработкой этих проб при различных температурах T_h и выдержки при этих температурах.

Для каждой пробы определяют среднюю высоту кристаллитов L_c с использованием рентгеновского дифрактометра (7.2) в соответствии с ИСО 20203.

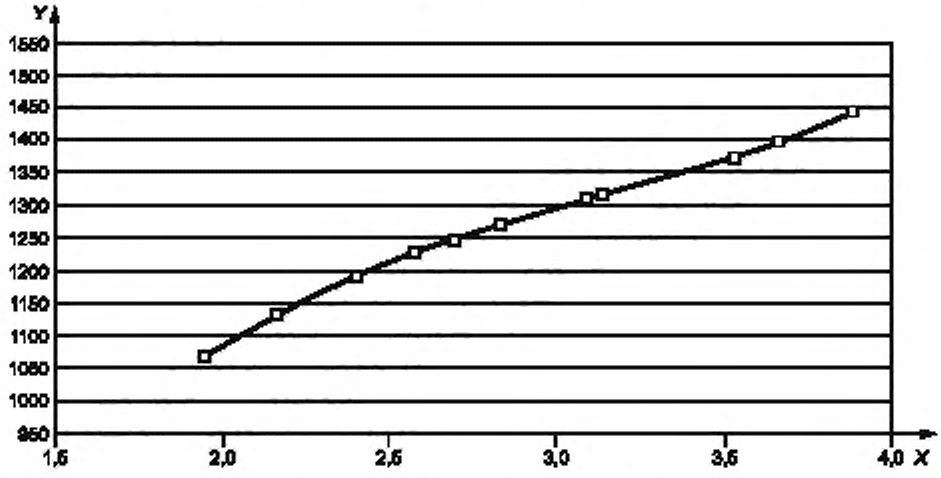
Количество циклов тепловой обработки должно быть не менее шести.

В верхнем диапазоне температур должно быть не менее двух циклов обработки (с учетом эффекта кривизны).

Каждый цикл тепловой обработки осуществляют путем быстрого нагрева пробы контрольного кокса до температуры T_h, выдержки при этой температуре в течение 2 ч и последующего охлаждения.

В соответствии с определением в числовом выражении эквивалентная температура равна температуре нагрева $T_{eq} = T_h$.

Стандартная серия точек зависимости T_{eq} и L_c показана на рисунке 1.



X — средняя высота кристаллитов L_c, нм; Y — температура T_{eq}, °E

Рисунок 1 — Калибровочная кривая для контрольного кокса, построенная по 11 точкам тепловой обработки

Опыт показывает, что наиболее точная калибровочная кривая может быть построена с использованием многочлена третьего порядка по формуле

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

где T_{eq} — эквивалентная температура;

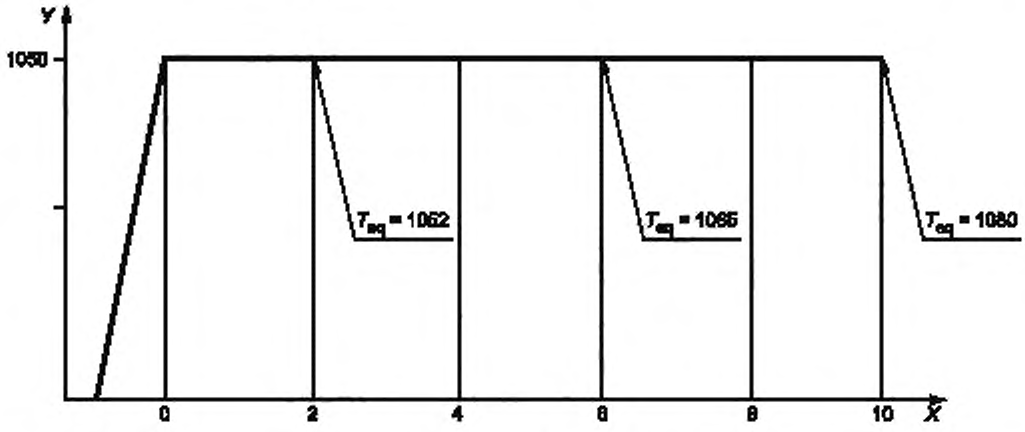
a, b, c, d — коэффициенты уравнения третьего порядка;

L_c — средняя высота кристаллитов.

Примечания

1 Данный метод можно также использовать для проведения измерений по другим углеродным материалам (например, микропористым углеродным материалам), но по точности измерений для других видов материалов данных нет.

2 Процесс прокалки кокса чувствителен к значению времени выдержки и температуры. На рисунке 2 показано, как значения высоты кристаллитов и эквивалентной температуры повышались с течением времени при одном и том же значении температуры прокалки, что подчеркивает необходимость соблюдения при тепловой обработке проб одного и того же времени выдержки (2 ч).



X — время выдержки (часов); Y — температура (°С)

Рисунок 2 — Влияние времени выдержки на значение эквивалентной температуры

7 Аппаратура

7.1 Печь для проведения тепловой обработки непрокаленного кокса для построения калибровочной кривой. Печь должна обеспечить нагрев от 15 до 30 г кокса в среде инертного газа до температуры (1000—1500) °С за время от 6 до 8 мин.

7.2 Дифрактометр рентгеновский для измерения средней высоты кристаллитов L_c в соответствии с ИСО 20203.

7.3 Контейнер цилиндрический графитовый с графитовой крышкой и небольшим отверстием в крышке для выхода газа из непрокаленного кокса: стандартный внешний диаметр контейнера — 40 мм, внутренний диаметр — 20 мм, длина — 90 мм. При соответствующих условиях графитовые емкости выдерживают до 10 циклов испытаний.

7.4 Вибромельница

8 Проведение анализа

8.1 Измерение эквивалентной температуры

Помещают пробу контрольного кокса достаточной массы (раздел 5) в цилиндрический графитовый контейнер (7.3). Стандартная масса пробы составляет 15 г. Перед каждым использованием цилиндрического графитового контейнера проверяют наличие отверстия в крышке контейнера.

Помещают графитовый контейнер в ниппельное гнездо или любое другое подходящее углубление в необожженном аноде или катоде перед их загрузкой в печь обжига. Фиксируют контейнер с помощью керамического волокна или аналогичного материала.

При сопоставлении уровня обжига в различных печах большое значение имеет местоположение пробы контрольного кокса на аноде по отношению к простенку, которое непосредственно влияет на результат испытаний. Если пробы контрольного кокса устанавливают в аноды со стороны простенков, их уровень обжига будет выше, чем у проб, помещенных в середине кассеты.

По окончании цикла обжига извлекают графитовый контейнер.

Открывают крышку, извлекают пробу контрольного кокса из контейнера, стараясь предотвратить попадание в него графита. Это имеет большое значение, поскольку значение L_c у графита существенно выше, чем у кокса.

Измельчают извлеченную порцию материала в мельнице (7.4) и измеряют среднюю высоту кристаллитов L_c в соответствии с ИСО 20203.

Для получения значения эквивалентной температуры используют значение средней высоты кристаллитов L_c, полученное с помощью рентгеновского дифрактометра, и калибровочную формулу (1).

8.2 Эквивалентная температура камеры

Для определения распределения эквивалентной температуры в камере печи обжига помещают пробы контрольного кокса на все или на каждый второй анод или катод в камере. По окончании цикла обжига в данной камере все порции проходят анализ по измерению L_c и определения значений эквивалентной температуры.

9 Оформление результатов

9.1 Определение эквивалентной температуры отдельного анода или катода

Рассчитывают разницу между двумя параллельными замерами T_{eq} в эквивалентных градусах, °*E*. Если разница не превышает 10 °E, за значение эквивалентной температуры принимают среднее из двух значений. Следует указать среднее значение и два получившихся значения, из которых оно было получено. Если разница превышает 10 °E, производят новые параллельные замеры и повторный расчет разницы. Если при повторных замерах разница не превышает 10 °E, за значение эквивалентной температуры принимают среднее из двух новых значений; в отчете указывают среднее значение и четыре результата параллельных замеров. Если при повторных замерах разница превышает 10 °E, за значение эквивалентной температуры принимают среднее значение из 4; в отчете указывают среднее значение и четыре результата параллельных замеров.

9.2 Определение эквивалентной температуры камеры

Конечным значением считают среднюю эквивалентную температуру по всем пробам в пределах данной камеры с учетом стандартного отклонения, например (1200 ± 35) °E.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылка на настоящий стандарт;
b) описание пробы (например, расположение анода, обозначение анода, дата разгрузки анода);
c) результаты испытаний;
d) дата проведения испытаний;
e) любые отклонения от стандартного порядка проведения испытания.

11 Прецизионность

Приведенные данные по повторяемости и воспроизводимости были определены в ходе межлабораторных сравнительных исследований ИСО, проведенных в 2003 г., в которых приняли участие 10 лабораторий. В них была установлена эквивалентная температура трех параллельных комплектов из 10 проб — по пять проб из каждого из двух типов контрольного кокса. Были получены следующие значения точности:

- повторяемость — r = 9 °E;
- воспроизводимость (межлабораторная) — R = 14 °E в диапазоне температур от 1050 °E до 1400 °E.

Значения показателей точности не зависели от полученных значений эквивалентной температуры.

Значения показателей точности представляют собой значения полуширины интервалов с 95 %-ной достоверностью.

Ниже приведены примеры использования:

Повторяемость: при определенном количестве анодов, все из которых имеют эквивалентную температуру 1200 °Е, если замеры по пробам контрольного кокса проводились одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории, повторяемость означает, что 95 из 100 замеров находятся в диапазоне 1191—1209 °Е.

Воспроизводимость: при определенном количестве анодов, все из которых имеют эквивалентную температуру 1200 °Е, если замеры по тестовым порциям контрольного кокса проводились разными лабораториями, воспроизводимость означает, что 95 из 100 замеров находятся в диапазоне 1186—1214 °Е.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 20203:2005	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

УДК 621.3.035:006.354 ОКС 71.100.10 ОКП 19 1000 IDT

Ключевые слова: материалы углеродные, производство алюминия, обжиг анодов и катодов, определение уровня обжига, определение эквивалентной температуры

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.07.2016. Подписано в печать 16.08.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 29 экз. Зак. 1954.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru