ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 6998— 2017

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Пек для электродов. Определение коксового числа

(ISO 6998:1997, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

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 15 августа 2017 г. № 895-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 6998:1997 «Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Определение коксового числа» (ISO 6998:1997 «Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of coking value», IDT).

Международный стандарт ИСО 6998 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 226 «Материалы для производства первичного алюминия».

Документ, дополняющий данный стандарт — Техническая поправка 1:1999, подготовлена Техническим комитетом ISO/TC 47 «Химия», подкомитетом SC 7 «Оксид алюминия, криолит, алюминия фторид, натрия фторид, углеродные изделия для алюминиевой промышленности», опубликована 1999-03-01.

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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, 2017

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Пек для электродов. Определение коксового числа

Carbonaceous materials for the production of aluminium. Pitch for electrodes. Determination of coking value

Дата введения — 2018—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения коксового числа пека для электродов, используемых в производстве алюминия.

2 Нормативные ссылки

Для применения данного документа обязательны следующие нормативные документы. На время публикации указанные издания были действующими. Все стандарты подлежат пересмотру, и странам — участникам соглашений на основе этого международного стандарта рекомендуется исследовать возможность применения самых последних изданий указанных ниже нормативных документов. Страны — члены ИСО и МЭК выпускают указатели действующих международных стандартов.

ISO 565:1990 Test sieves. Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet. Nominal sizes of openings (Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий)

ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)

ISO 6257:1980 Carbonaceous materials used in the production of aluminium. Pitch for electrodes. Sampling (Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб)

3 Сущность метода

Нагревают испытуемую пробу пека при температуре (550 ± 10) °С и взвешивают остаток.

4 Материал

4.1 Прокаленный нефтяной кокс, просеянный. Используют фракцию, прошедшую через сито с размером ячеек 1 мм и оставшуюся на сите с размером ячеек 212 мкм по ИСО 565.

5 Аппаратура

Используют стандартную лабораторную аппаратуру и следующее оборудование:

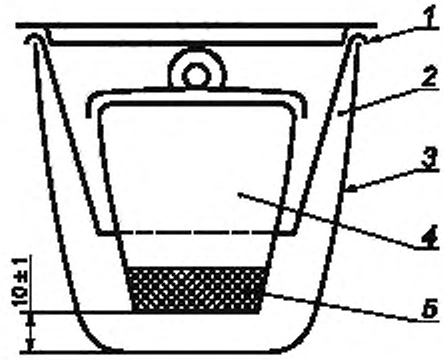
5.1 Фарфоровые тигли вместимостью 25—50 мл с соотношением высоты к наружному верхнему диаметру от 0,7 до 0,9, снабженные охватывающей их крышкой.

Издание официальное

5.2 Никелевые тигли вместимостью приблизительно 130 мл, высотой 60 мм и диаметром 60 мм, с крышкой.

5.3 Кронштейны из нержавеющей стали (см. рисунок 1), для правильной установки фарфоровых тиглей (5.1) в никелевых тиглях (5.2), обеспечивающие расстояние (10 ± 1) мм между днищами тиглей.

5.4 Подставка для никелевых тиглей, приведенная на рисунке 2, из нержавеющей стали, толщина стенок 1 мм, в которой имеются четыре отверстия.



1 — кронштейн из нержавеющей стали; *2* — прокаленный нефтяной кокс; *3* — никелевый тигель; *4* — фарфоровый тигель; *5* — проба для анализа

Рисунок 1 — Никелевый и фарфоровый тигли в сборе

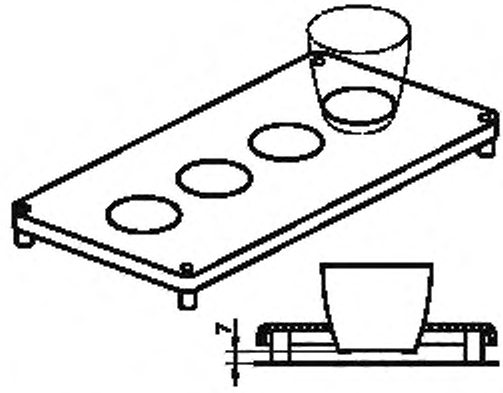


Рисунок 2 — Подставка для никелевых тиглей

Подставка имеет закругленные края, сваренные по углам, снабжена четырьмя сварными ножками, которые обеспечивают при установке никелевых тиглей в эти отверстия расстояние между днищами тиглей и подом печи не менее 7 мм.

Подставка предназначена для четырех определений (два параллельных определения), но в случае арбитражного испытания используют только два отверстия.

5.5 Сита с номинальными размерами ячеек 1 мм, 300 и 212 мкм по ИСО 565.

5.6 Электрическая печь, поддерживающая температуру (550 ± 10) °С.

6 Отбор и подготовка пробы для испытания

6.1 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ИСО 6257.

6.2 Подготовка пробы для испытания

Перед испытанием готовят испытуемую пробу. В случае твердого пека сначала измельчают пробу в щековой дробилке, затем истирают в ступке до получения частиц, проходящих через сито с размером ячеек 300 мкм, или, если это возможно, через сито с размером ячеек 212 мкм. Если температура окружающей среды высока, что осложняет измельчение, то пробу предварительно охлаждают.

Мягкий пек расплавляют при температуре не более 150 °С в течение не более 10 мин, перемешивают и проводят отбор пробы. Можно поместить необходимое количество мягкого пека непосредственно в фарфоровый тигель без предварительной обработки.

7 Методика

7.1 Количество определений

Выполняют определение параллельно для двух проб, используя два тигля в каждом определении.

7.2 Проба для анализа

Нагревают два фарфоровых тигля (5.1) вместе с крышками в электрической печи (5.6) в течение 2 ч при температуре (550 ± 0) °С. Охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 1 мг (m_1). Взвешивают в каждом тигле с точностью до 1 мг пробу для анализа, которая составляет (1 ± 0,05) г пробы для испытания (6.2).

7.3 Определение

Устанавливают кронштейн из нержавеющей стали (5.3) в одном из никелевых тиглей и насыпают на днище тигля слой нефтяного кокса (4.1) толщиной (10 ± 1) мм.

Помещают один из фарфоровых тиглей с пробой для анализа (7.2) на проволочный кронштейн таким образом, чтобы он располагался на слое нефтяного кокса.

Закрывают фарфоровый тигель крышкой и заполняют пространство между двумя тиглями дополнительным количеством нефтяного кокса так, чтобы фарфоровый тигель был полностью погружен в кокс. Закрывают никелевый тигель крышкой.

Повторяют описанные выше операции со вторым фарфоровым тиглем с пробой для анализа. Устанавливают подготовленные тигли на подставку (5.4) и как можно быстрее, во избежание потерь тепла, помещают все вместе в электрическую печь (5.6), отрегулированную на температуру (550 ± 10) °С.

Важно, чтобы температура той части печи, в которую помещены тигли на подставке, была постоянной и соответствовала заданному условию, т.е. температуре (550 ± 10) °С. Должна быть проведена предварительная проверка температуры с помощью пирометра, и для тиглей с подставкой должна использоваться только та часть печи, которая соответствует этой температуре.

Расстояние между никелевыми тиглями и подом, стенками и сводом печи должно быть не менее 7 мм. Расстояние между любым тиглем и передней стенкой, в которой расположена дверца, а также между любым тиглем и задней стенкой печи должно быть не менее 50 мм.

Через 2,5 ч извлекают никелевые тигли из печи и дают им возможность охладиться. Извлекают фарфоровый тигель и тщательно очищают от прилипшего порошкообразного кокса, принимая меры предосторожности к тому, чтобы избежать загрязнения.

Помещают закрытые фарфоровые тигли с содержимым в эксикатор, дают возможность охладиться до комнатной температуры и взвешивают каждый из них с точностью до 1 мг (m_2).

Примечание — Чтобы очистить фарфоровые тигли с крышками для дальнейшего использования, отбрасывают коксовый остаток и удаляют любой углеродсодержащий материал при нагревании тиглей при температуре в интервале от 700 °С до 1000 °С.

Повторяют описанные выше операции для второго определения.

8 Обработка результатов

8.1 Расчет

Коксовое число в процентах по массе вычисляют по формуле

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса пробы для анализа (7.2), г;

m_1 — масса пустого фарфорового тигля, г;

m_2 — масса фарфорового тигля с остатком, г.

Вычисляют результат для каждого из четырех тиглей.

Отбрасывают сомнительные результаты (см. 8.2.1 и 8.2.2). Повторяют определение в соответствии с 7.3 как необходимое для получения четырех достоверных результатов.

Записывают среднее значение четырех результатов в процентах по массе с точностью до 0,1 % (по массе).

8.2 Прецизионность (в соответствии с ИСО 5725-1)

8.2.1 Повторяемость для пар тиглей, нагретых вместе

Пара результатов для двух тиглей, нагретых вместе в печи, считается сомнительной, если два результата отличаются более чем в $\sqrt{2}$ раз от повторяемости метода (см. 8.2.2).

8.2.2 Повторяемость метода

Результаты параллельных определений, выполненных одним и тем же исполнителем на одной и той же аппаратуре (каждый результат представляет собой среднее значений, полученных для двух тиглей, нагретых вместе), считаются сомнительными, если они отличаются более чем на 1,0 % (по массе).

8.2.3 Воспроизводимость метода

Результаты определений, выполненных на одной и той же пробе в двух различных лабораториях (каждый результат представляет собой среднее значений, полученных для двух тиглей, нагретых вместе), считаются сомнительными, если они отличаются более чем на 2,0 % (по массе).

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) все детали, необходимые для идентификации пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний и единицы, в которых они выражены;

d) особенности, отмеченные в ходе определения;

e) любые операции, не включенные в настоящий стандарт или стандарты, на которые приведены ссылки, или считающиеся необязательными;

f) дату испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 565:1990	—	*
ISO 5725-1:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ISO 6257:1980	IDT	ГОСТ Р ИСО 6257—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 621.3.035:006.354 ОКС 71.100.10

Ключевые слова: материалы углеродные, производство алюминия, пек для электродов, определение коксового числа

БЗ 3—2017/10

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 18.08.2017. Подписано в печать 05.09.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 21 экз. Зак. 1596.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru