ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 15379-1— 2015

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КАТОДНЫХ БЛОКОВ

Часть 1

Определение показателя относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления

(ISO 15379-1:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного 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 8 июня 2015 г. № 578-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 15379-1:2004 «Материалы углеродные для производства алюминия. Материалы для катодных блоков. Часть 1. Определение показателя относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления» (ISO 15379-1:2004 «Carbonaceous materials for the production of aluminium — Cathode block materials — Part 1: Determination of the expansion due to sodium penetration with application of pressure», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 47 «Химия», подкомитетом SC 7 «Оксид алюминия, криолит, фторид алюминия, фторид натрия, углеродные материалы для производства алюминия».

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

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*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», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном 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

© ISO, 2004 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

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 Сущность метода 1
4 Аппаратура 1
5 Реактивы 3
6 Отбор образцов 3
7 Проведение анализа 3
8 Результаты 4
9 Протокол испытаний 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КАТОДНЫХ БЛОКОВ

Часть 1

Определение показателя относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления

Carbonaceous materials for the production of aluminium. Cathode block materials. Part 1. Determination of the expansion due to sodium penetration with application of pressure

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на материалы для катодных блоков, используемых при производстве алюминия, и устанавливает метод определения относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления. Значение удлинения зависит от направления отбора образцов вследствие анизотропии свойств катодных блоков.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов измерений и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

ISO 8007-1, Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Sampling plans and sampling from individual units — Part 1: Cathode blocks (Материалы углеродные для производства алюминия. Отбор проб. Общие требования. Часть 1. Блоки катодные)

ASTM E 220, Standard Test Method for Calibration of Thermocouples by Comparison Techniques (Стандартный метод испытания для калибровки термопар методом сравнения)

3 Сущность метода

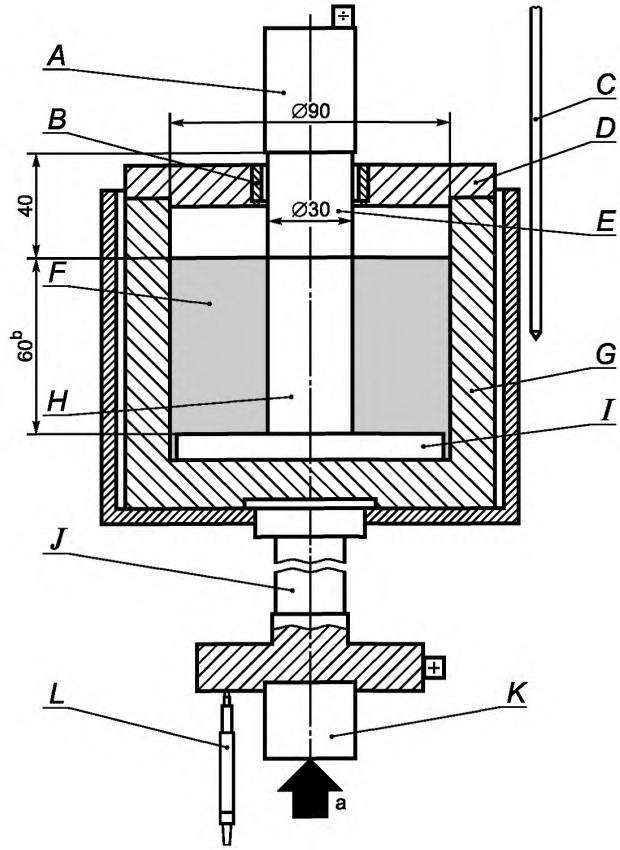
Образец помещают в лабораторную электролизную ячейку с криолитом с исходным криолитовым отношением 4,0 и с катодным углеродным образцом, помещенным в тигель, как показано на рисунке 1. Образец находится между неподвижным упором и силовым гидроцилиндром, обеспечивающим давление 5 МПа. Печь нагревают до (980 ± 5) °С и проводят электролиз в течение 2 ч при плотности тока 0,7 А/см^2. Удлинение измеряют экстензометром (измерителем перемещения), который устанавливают относительно базы держателя тигля.

4 Аппаратура

Схема установки для измерения удлинения образцов в результате проникновения натрия с приложением давления показана на рисунке 1. Установка включает следующее оборудование:

4.1 Печь, поддерживающая температуру 980 °С, с перепадом температур над расплавом менее 10 °С.

Издание официальное



[a] Давление.
[b] Длина исходного образца l_0.

A — упор из жаростойкой стали; *B* — изоляционные кольцо; *C* — термопара (тип K или S); *D* — графитовая крышка; *E* — графитовый цилиндр; *F* — расплав криолита; *G* — графитовый тигель; *H* — образец; *I* — корундовый диск; *J* — опора из жаростойкой стали для тигля; *K* — силовой гидроцилиндр; *L* — экстензометр

Рисунок 1 —Установка для измерения удлинения образца в результате проникновения натрия с приложением давления

4.2 Устройство управления режимом печи, обеспечивающее поддержание температуры печи (980 ± 5) °C.

4.3 Устройство для измерения температуры, включающее термопару, предпочтительно типа K или S, обеспечивающую измерение температуры с точностью ±5 °C при 980 °C. Термопара калибруется в соответствии с АСТМ Е 220.

4.4 Графитовый тигель внутренним диаметром 90 мм, высотой 90 мм. В электролизной ячейке тигель является анодом.

4.5 Графитовая крышка с отверстием в центре, позволяющим графитовому цилиндру перемещаться.

4.6 Изоляционное кольцо из керамического материала, выдерживающего окружающую температуру и наличие фтора в окружающей среде, служит электрической изоляцией между крышкой и графитовым цилиндром. Кольцо размещают в отверстии графитовой крышки. Диаметр кольца должен обеспечивать свободное перемещение графитового цилиндра в вертикальном направлении.

4.7 Держатель тигля из жаропрочной стали, по которому подводится анодный ток от источника питания к тиглю.

4.8 Упор из жаростойкой стали. Упор выступает в качестве фиксированной точки для измерений удлинения. Также он служит проводником катодного тока от источника питания к образцу. Материал упора должен иметь минимальную деформацию при давлении 5 МПа.

Примечание — Рекомендуется для упора использовать стали марок Sanicro 31HT[1)], X10NiCrAlTi32.20. Если используют стали других марок, следует убедиться, что при использовании в данных условиях они не деформируются.

4.9 Корундовый диск расположен на дне тигля для электрической изоляции между тиглем и образцом. Для установки образца в центре тигля на диске рекомендуется центровочный паз.

4.10 Графитовый цилиндр следующих размеров: диаметр — (30,0 ± 0,1) мм, длина — (40 ± 1) мм.

4.11 Силовой гидроцилиндр, обеспечивающий постоянное давление (5 ± 0,1) МПа в течение всего анализа.

4.12 Экстензометр (измеритель перемещения) фиксирует удлинение в результате проникновения натрия. Диапазон измерения — 10 мм, точность измерения — 1 мкм по всему диапазону. Работает в комплекте с компьютером или регистратором данных.

4.13 Источник питания постоянного тока, обеспечивающий ток 39,6 А, плотность тока на катоде 0,7 А/см^2.

5 Реактивы

5.1 Аргон сварочного уровня качества.

5.2 Криолит (Na_3AlF_6), природный, с содержанием основного компонента 99,7 % масс. или синтетический, с содержанием основного компонента более 97 % масс.

5.3 Фтористый натрий (NaF), чистый, с содержанием основного компонента более 99 % масс.

5.4 Фтористый кальций (CaF_2), осажденный чистый, с содержанием основного компонента более 97 % масс.

5.5 Глинозем (Al_2O_3), особой чистоты, с содержанием основного компонента более 98 % масс.

5.6 Скорректированный криолит для электролизной ванны с криолитовым отношением 4,0 и состоящий из следующих компонентов: Na_3AlF_6 — 71,5 %, NaF — 14,5 %, CaF_2 — 5,0 %, Al_2O_3 — 9,0 %. Электролит дробят до размера частиц менее 2 мм, используя щековую дробилку. Масса криолита — 765 г.

6 Отбор образцов

Отбирают материал катодных блоков в соответствии с ISO 8007-1. Изготовляют образцы следующих размеров: диаметр — (30,0 ± 0,1) мм; длина — (60,0 ± 0,1) мм.

7 Проведение анализа

Собирают держатель тигля (4.7), тигель (4.4) и образец (см. рисунок 1).

Упор (4.8) выступает в качестве фиксированной точки при измерении удлинения. Помещают корундовый диск (4.9) на дно тигля (4.4).

Измеряют длину образца l_0 при комнатной температуре с точностью до 0,1 мм. Устанавливают образец на корундовый диск в центре диска. Устанавливают графитовый цилиндр (4.10) на верхней части образца.

Готовят компоненты скорректированного криолита в соответствии с 5.6 и помещают их в графитовый тигель (4.4). Устанавливают графитовую крышку (4.5) с изоляционным кольцом (4.6).

Поднимают тигель силовым гидроцилиндром (4.11), пока графитовый цилиндр не коснется упора (4.8) внутри печи (4.1). Устанавливают давление 5 МПа. Устанавливают термопару вблизи тигля на уровне середины высоты расплава. Устанавливают экстензометр (4.12) относительно базы держателя тигля (см. рисунок 1).

Нагревают печь до (980 ± 5) °С, продувая аргоном (5.1). Измеряют участок изменения длины образца и установки. Устанавливают начало теплового расширения пробы и установки. Положение опоры для тигля принимают за нулевой уровень для последующих измерений изменения длины $\Delta l_{meas}(t)$.

[1)] Sanicro 31HT — пример подходящей марки стали, выпускаемой серийно. Эта информация дается для удобства пользователей настоящего стандарта и не предполагает одобрения этого продукта со стороны ИСО.

Подсоединяют источник питания (4.13) к держателю тигля и упору. Проводят электролиз системы в течение 2 ч при постоянном токе 39,6 А. Обеспечивают регистрацию изменения длины $\Delta l_{meas}(t)$ через минутные промежутки времени с использованием компьютера или регистратора данных. После прекращения электролиза ослабляют давление, но тигель держат внутри печи. Вынимают образец из ванны. Оставляют печь охладиться до комнатной температуры.

8 Результаты

8.1 Обработка результатов

Вычисляют относительное удлинение образца по формуле

$$\Delta L(t) = \frac{\Delta l_{meas}(t)}{l_0} 100, \quad (1)$$

где $\Delta L(t)$ — относительное удлинение за время t, %;
$\Delta l_{meas}(t)$ — измеренное изменение длины за время t, мм;
l_0 — длина исходного образца, мм.

Вычерчивают график относительного расширения $\Delta L(t)$ в зависимости от времени. Округляют результаты до второго десятичного знака.

8.2 Прецизионность

Прецизионность вычисляют в соответствии с ИСО 5725-2.

Повторяемость вычисляют по формуле

$$r = 0{,}20\Delta L_{max} + 0{,}02, \quad (2)$$

где ΔL_{max} — максимальное относительное удлинение;
0,02 — в абсолютных %.

Пример — Материал А имеет максимальное относительное удлинение, равное 0,56 %. Повторяемость равна

$0{,}20 \cdot 0{,}56 + 0{,}02 = 0{,}13$, *в абсолютных %.*

Воспроизводимость вычисляют по формуле

$$R = 0{,}24\Delta L_{max} + 0{,}03, \quad (3)$$

где параметры такие же, что и для формулы (2).

Число степеней свободы, т. е. число лабораторий (например, 4), согласованное по времени с числом образцов (например, 3), равно 12.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) все реквизиты, необходимые для идентификации образца;

c) направление образца относительно направления экструзии или вибрации;

d) результаты испытания, включая максимальное удлинение в результате проникновения натрия ΔL_{max} в процентах и график относительного удлинения в результате проникновения натрия $\Delta L(t)$ в процентах в зависимости от времени t;

e) дату проведения испытания;

f) любые особенности, отмеченные в ходе испытания;

g) подробности любых действий, не включенных в настоящий стандарт или считающихся необязательными.

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 5725-2:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»
ISO 8007-1:1999	MOD	ГОСТ Р 54252—2010 (ИСО 8007-1:1999) «Материалы углеродные, используемые в производстве алюминия. Отбор проб. Общие требования. Часть 1. Блоки подовые»
ASTM E 220	—	*

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

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 621.3.035:006.354 ОКС 71.100.10

Ключевые слова: углеродные материалы, производство алюминия, катодные блоки, удлинение образцов в результате проникновения натрия с приложением давления

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.04.2019. Подписано в печать 29.05.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru