

---

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

## 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 ([www.gost.ru](http://www.gost.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.

## 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).

**П р и м е ч а н и е** — 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.

**П р и м е ч а н и е** — В тексте ИСО 20203 использованы термины «размер» или «толщина кристаллитов», которые равнозначны термину «высота кристаллитов».

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.

**П р и м е ч а н и е** — 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.

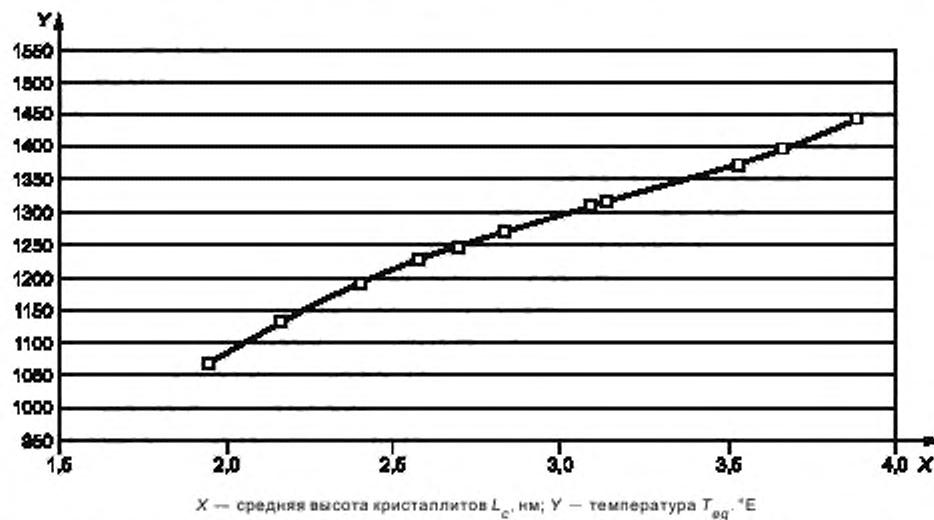


Рисунок 1 — Калибровочная кривая для контрольного кокса, построенная по 11 точкам тепловой обработки

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

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

где  $T_{eq}$  — эквивалентная температура;

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

$L_c$  — средняя высота кристаллитов.

#### П р и м е ч а н и я

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).

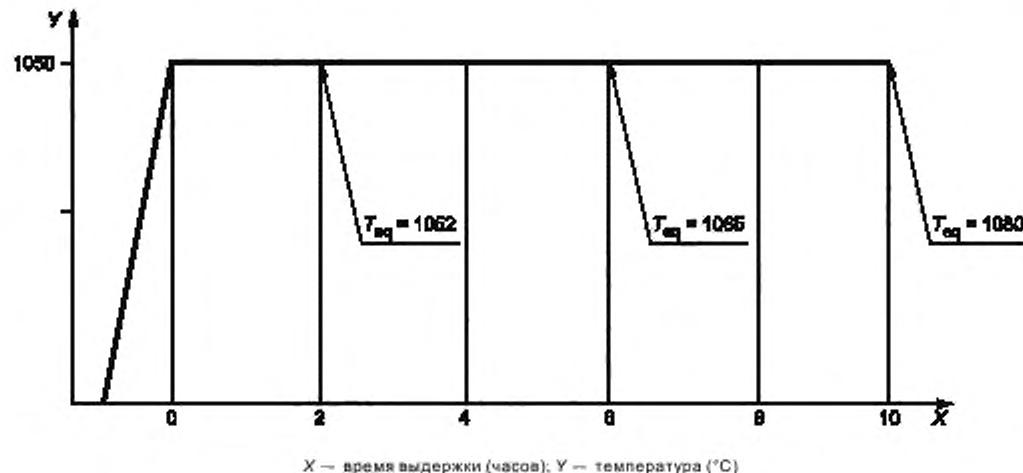


Рисунок 2 — Влияние времени выдержки на значение эквивалентной температуры

## 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,  $^{\circ}\text{E}$ . Если разница не превышает  $10^{\circ}\text{E}$ , 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  $10^{\circ}\text{E}$ , производят новые параллельные замеры и повторный расчет разницы. Если при повторных замерах разница не превышает  $10^{\circ}\text{E}$ , 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  $10^{\circ}\text{E}$ , 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  $(1200 \pm 35)^{\circ}\text{E}$ .

# 10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- ссылка на настоящий стандарт;
- описание пробы (например, расположение анода, обозначение анода, дата разгрузки анода);
- результаты испытаний;
- дата проведения испытаний;
- 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 —  $r = 9^{\circ}\text{E}$ ;
- воспроизводимость (межлабораторная) —  $R = 14^{\circ}\text{E}$  в диапазоне температур от  $1050^{\circ}\text{E}$  до  $1400^{\circ}\text{E}$ .

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  $\frac{1}{8}$ . 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](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)