

ICS 71.100.10

CCS Q 52

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.21—202X

代替YS/T 63.21—2007

### 铝用炭素材料检测方法

### 第21部分 阴极糊

### 焙烧膨胀 / 收缩性的测定

Carbonaceous materials used for the production of aluminium – Part 21 :

Cathodic pastes—Determination of expansion/shrinkage during baking

(ISO 14428:2019, Carbonaceous materials for the

production of aluminium — Cold and tepid ramming pastes—

Expansion/shrinkage during baking, MOD)

(送审稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》的第 21 部分。YS/T 63 已经发布了以下部分：

- 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：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；
- 第 7 部分：表观密度的测定 尺寸法；
- 第 8 部分：真密度的测定 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；
- 第 12 部分：预焙阳极 CO<sub>2</sub> 反应性的测定；
- 第 13 部分：弹性模量的测定；
- 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：元素含量的测定 波长色散 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 25 部分：无压下底部炭块钠膨胀率的测定；
- 第 26 部分：耐火材料抗冰晶石渗透能力的测定；
- 第 27 部分：预焙阳极断裂能量的测定；
- 第 28 部分：预焙阳极碳含量的测定。

本文件代替 YS/T 63.21-2007《铝用炭素材料检测方法 第 21 部分 阴极糊 焙烧膨胀 / 收缩性的测定》，与 YS/T 63.21-2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a)增加了仪器密闭的容器，可使用不放干燥剂的干燥器（见 5.8）；
- b)修改了 $\Delta L_A$ 定义变为 450 °C 至 500 °C 膨胀率的平均值， $\Delta L_B$ 定义变为 900 °C 至 950 °C 膨胀率的平均值， $\Delta L_C$ 定义变为恒温 2.5 h 至 3 h 膨胀率的平均值（见 9.2，2007 版的 7.2）。

本文件修改采用 ISO 14428:2019《铝生产用炭素材料-冷捣糊和热捣糊 焙烧期间的膨胀 / 收缩》。

本文件与 ISO 14428:2019 相比，在结构上有较多调整，两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 14428:2019 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了下列编辑性改动：

——将标准的名称改为《铝用炭素材料检测方法 第 21 部分 阴极糊 焙烧膨胀 / 收缩性的测定》。

——将惰性气体编辑为第 6 章试剂。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：XXX XXX XXX。

本文件主要起草人：XXX XXX XXX。

本文件历次版本发布情况：

——2007 年首次发布为 YS/T 63.21-2007 《铝用炭素材料检测方法 第 21 部分 阴极糊 焙烧膨胀 / 收缩性的测定》；

——本次为第一次修订。

# 引 言

YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》是系列标准，该系列标准包含预焙阳极、底部炭块、侧块、阴极糊等多种铝用炭素材料的检测方法，该系列标准在铝用炭素材料贸易结算、分析比对、铝用炭素材料生产、电解铝应用等多领域应用广泛。

YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》系列标准包含了室温电阻率、热膨胀系数、真密度、耐压强度、微量元素、挥发分、灰分等指标的测定。

阴极糊在电解槽焙烧启动过程中，会发生一定的膨胀或者收缩，因此焙烧膨胀/收缩性是阴极糊质量的重要指标，直接影响到阴极糊与钢棒或底块结合的程度，对电解槽的寿命有较大的影响，对电解铝企业的生产稳定和经济效益有重要的意义。

# 铝用炭素材料检测方法

## 第 21 部分：阴极糊

### 焙烧膨胀 / 收缩性的测定

#### 1 范围

本文件规定了铝电解用阴极糊焙烧时膨胀 / 收缩性的测定方法。  
本文件适用于铝电解用阴极糊焙烧时膨胀 / 收缩性的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 26297.4 铝用炭素材料取样方法 第 4 部分：阴极糊（GB/T 26297.4-2010，ISO 14422:1999，MOD）

YS/T 63.1 铝用炭素材料检测方法 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

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

将阴极糊的捣固试样放在加热炉内以 3 °C / min 升温速率从室温加热至 950 °C，在 950 °C 下恒温 3 h，测量以上期间阴极糊捣固试样高度的变化，计算阴极糊的膨胀 / 收缩率。

#### 5 仪器设备

5.1 游标卡尺：精度为 0.02 mm。

5.2 膨胀计：精度为 1 μm。膨胀计上接触力不超过 2 N，应垂直测量膨胀 / 收缩的变化。

5.3 圆片和样品杯：圆片与试样的直径相同，精度为 ±0.1 mm，厚度为 (2.0~5.0) mm ± 0.5 mm，样品杯侧壁和试样之间的间隙应在 2 mm~5 mm 之间。

5.4 填充料：填充在试样与样品杯之间，用于在加热期间支撑试样，填充料的颗粒尺寸应小于 1 mm。

5.5 加热炉：可加热至 950 °C。试样高度上的温度梯度小于 10 °C，温度控制装置可以达到升温速率为 3 °C/min 的要求。

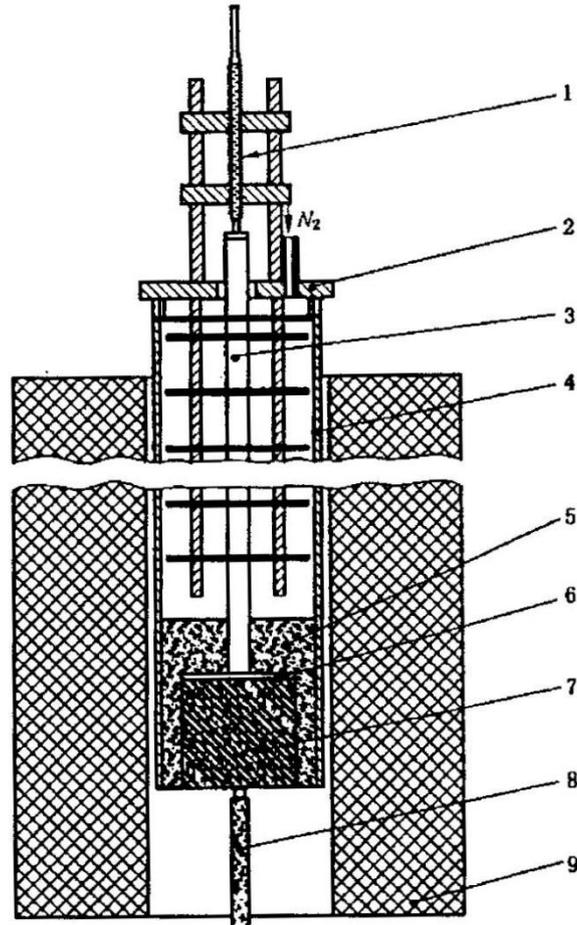
5.6 热电偶：K 型或 S 型，在 20 °C~950 °C 范围内的测量误差为 ±2 °C。

5.7 校准样品：尺寸与检测试样相同。推荐使用透明石英为校准样品。

注：校准样品、膨胀计、套管、样品杯和圆片的组成材料在室温至 950 °C 温度范围内，性能稳定，不会发生不可逆转的变化。如果它们是由透明石英制成，在第一次使用前，应进行退火（或反复退火），以消除残余应力。退火程序一般是将它们放在合适的炉子中加热至 1100 °C 保温 7 h，再以 0.2 °C / min 的降温速率从 1100 °C 冷却至 900 °C，最后冷却至室温。

5.8 密闭的容器：可使用不放干燥剂的干燥器。

捣固试样热膨胀 / 收缩的设备装配示意图见图 1。



- 1——膨胀计；  
 2——盖子；  
 3——推杆；  
 4——外套管；  
 5——填充料；  
 6——圆片；  
 7——试样；  
 8——热电偶；  
 9——炉子。

图1 阴极糊的捣固试样热膨胀 / 收缩的设备装配示意图

## 6 试剂

- 6.1 氩气，纯度大于 99.99%；  
 6.2 氮气，纯度大于 99.99%。

## 7 样品

- 7.1 阴极糊按 GB/T 26297.4 的规定进行取样，按 YS/T 63.1 进行试样制备。  
 7.2 如果试样 1 h 内不用，应将它保存在密闭的容器内。保存时间不超过 48 h。

## 8 试验步骤

### 8.1 清洁

应确保测量组件的表面干净和光滑，需清扫推杆、圆片、样品杯、外套管和伸长仪架等的表面，用细砂纸除掉表面粘附的粘结剂和结焦。如果透明石英组件已变得不透明，应进行更换。

## 8.2 校准

由于膨胀计不同部位存在不规则热膨胀，需用校准样品按 8.3 中步骤来校准膨胀计，测量长度变化值  $\Delta L_{ref}(T)$ 。首次使用或备件更换时，应按 8.3 进行一次校准操作。

## 8.3 测定步骤

8.3.1 在室温下测量试样（校准样品）的长度  $L_0$ ，精确至 0.02 mm。

8.3.2 将待测试样（或校准样品）放入样品杯中，在待测试样（或校准样品）的顶部和底部放上圆片，试样和样品杯内壁之间的缝隙用填充料进行填充（校准样品不需要填充料），再将其放入加热炉中，将膨胀计推杆放在试样顶部圆片上。确保膨胀计的所有部件都能在垂直方向自由移动。

8.3.3 放入热电偶并使其尽量靠近试样。待膨胀计的数值稳定后，测定初始温度  $T_0$  时待测试样（或校准样品）的膨胀变化为零。通入隋性气体，以 3 °C / min 的速率将加热炉加热至 950 °C ± 5 °C，在此温度下恒温 3 h，结束后冷却至室温。在整个测量过程中至少每隔 5 min 记录一次温度  $T$  的值及其相应的试样长度变化值 /  $\Delta L_{meas}(T)$ 。

## 9 试验数据处理

### 9.1 校正值的计算

按公式（1）计算每个温度点的校正值：

$$\Delta L_{corr}(T) = \Delta L_{ref}(T) - \Delta L_{real}(T) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\Delta L_{corr}(T)$  —— 温度  $T$  时的试样长度变化校正值，单位为毫米（mm）；

$\Delta L_{ref}(T)$  —— 温度  $T$  时用校准样品进行校准的测量长度变化值，单位为毫米（mm）；

$\Delta L_{real}(T)$  —— 温度  $T$  时校准样品的实际长度变化值，单位为毫米（mm）。

### 9.2 膨胀 / 收缩的计算

9.2.1 按公式（2）计算每个温度点的热膨胀率：

$$\Delta L(T) = \frac{\Delta L_{meas}(T) - \Delta L_{corr}(T)}{L_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\Delta L(T)$  —— 温度  $T$  时校正长度变化后的试样膨胀率，%，修约至 0.01%；

$\Delta L_{meas}(T)$  —— 温度  $T$  时未校正的试样长度变化值，单位为毫米（mm）；

$\Delta L_{corr}(T)$  —— 温度  $T$  时的长度变化校正值，单位为毫米（mm）；

$L_0$  —— 试样初始长度，单位为毫米（mm）。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

9.2.2 按公式(3)计算恒温前的膨胀收缩率  $\Delta L_{before}$ ：

$$\Delta L_{before} = \Delta L_A - \Delta L_B \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\Delta L_{before}$  —— 恒温前的热收缩，以百分数表示；

$\Delta L_A$  —— 沥青做粘结剂的糊料选取 450 °C 至 500 °C 膨胀率的平均值，非沥青做粘结剂

的糊料选取合适的温度区间,(树脂做粘结剂的糊料推荐选取 250 °C 至 300 °C 的温度区间),用 $\Delta L_A$ 表示,以百分数表示。

$\Delta L_B$ ——900 °C 至 950 °C 膨胀率的平均值,以百分数表示。

9.2.3 按公式(4)计算恒温后的膨胀收缩率 $\Delta L_{after}$ :

$$\Delta L_{after} = \Delta L_A - \Delta L_C \quad \dots\dots\dots (4)$$

$\Delta L_{after}$ ——恒温后的热收缩,以百分数表示;

$\Delta L_C$ ——恒温 2.5 h 至 3 h 膨胀率的平均值,以百分数表示。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立分析结果的差值在绝对值不大于 0.10%,大于 0.10% 的情况不超过 5%。

### 10.2 再现性

在再现性条件下,不同的实验室之间分析结果差值在绝对值不大于 0.20%,大于 0.20% 的情况不超过 5%。

## 11 试验报告

检测报告包含以下内容:

- a) 本部分编号;
- b) 识别试样的所有细节;
- c) 试样尺寸;
- d) 试样制备的温度;
- e) 检验结果;
- f) 检验日期;
- g) 在检测过程中出现的异常情况;
- h) 本部分或引用的标准中不包括的任何操作或可选择的任意操作。

附录 A  
(资料性)

表A.1给出了本文件与ISO 14428:2019结构编号对照一览表。

表A.1 本文件章条编号与ISO 14428:2019章条编号对照表

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5 (除5.7)
6	5.7
7	6
8	7
9	8
10	-
11	9

附录B  
(资料性)

本文件与 ISO 14428:2019 技术差异及其原因

表 B. 1 给出了本文件与 ISO 14428:2019 技术差异及其原因的一览表。

表B. 1 本文件与ISO 14428:2019技术差异及其原因

本文件结构编号	技术差异	原因
1		
2		
5		
6		
7		
8.1		
8.2		
9.2		

---