**铝用炭素材料检测方法**

**第12部分：预焙阳极CO2反应性的测定**

**编制说明**

**（送审稿）**

**中铝郑州有色金属研究院有限公司**

1. 工作简况

（一）任务来源

1.1根据2022年7月1日，工业和信息化部办公厅关于印发2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知（工信厅科函〔2022〕158号）要求，行业标准《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2022-0811T-YS，项目周期为18个月，完成期限为2024年1月。标准起草单位为：中铝郑州有色金属研究院有限公司等。

1.2.项目编制组单位变化情况

根据2022年4月7-8日，全国有色金属标准化技术委员会召开的《铝用炭素材料检测方法 第11部分 空气反应性的测定》行业标准修订任务分配会上，重新调整了编制组构成，具体为：中铝郑州有色金属研究院有限公司、中铝山西新材料有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、济南万瑞炭素有限责任公司等。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1主要参加单位情况

 中铝郑州有色金属研究院有限公司（原中国铝业郑州研究院）是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。主要研究领域包括铝土矿综合利用、氧化铝、电解铝、铝用炭素以及轻金属材料。建有世界上最大的氧化铝试验基地、具有世界先进水平的国家大型铝电解工业试验基地、世界上唯一的铝土矿综合利用试验基地，拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。建立了基础研究、技术开发、扩大试验、工业试验、工程化和产业化完整的铝工业科技创新体系。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC等在内的大型仪器设备80余套。2004年通过了中国质量认证中心(CQC)质量、健康安全、环境三大体系认证。依托研究院设立的国家轻金属质量监督检验中心（郑州轻金属研究院检测实验室）主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是ISO/TC79/SC12主席单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组长单位。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 仓向辉 | 主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调。 |
| 寇帆 | 参编人员，负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。 |

（三）主要工作过程

1、预研阶段：标准主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）长期从事铝用碳素材料的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验，也发现了现行标准YS/T 63.12-2006中存在的一些不足之处。在此基础上，主编单位有关技术人员，深入一线企业进行调研，了解铝用碳素预焙阳极CO2反应性的测定方法的应用情况，先后与多家企业技术人员深入讨论标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，形成标准草案。

2、立项阶段

2021年4月有色金属标委会在贵州省贵阳市召开年会，中铝郑州有色金属研究院有限公司向全体委员会提交了YS/T 63.12-2006《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》的项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意行业标准立项。由秘书处组织委员网上投票。投票通过后转报工信部，并挂网向社会公开征求意见。

1. 起草阶段

2022年4月7-8日，全国有色金属标准化技术委员会召开的《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》行业标准修订任务分配会上，会议针对《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》进行了认真、热烈的讨论，达成了一致意见，确定了中铝郑州有色金属研究院有限公司负责标准的编写、试验方案的确定及实施、试验数据的汇总与整理，样品提供单位为山东南山铝业股份有限公司、济南万瑞炭素有限责任公司，样品复验单位为中铝山西新材料有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司等；文本经过编辑于2022年9月15日形成了《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》标准征求意见稿。

4、征求意见阶段

标准主编单位对YS/T 63.12《铝铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》标准征求意见稿标准进行了广泛征求意见，共发送单位12家，其中生产使用单位5个，占比42%，科研单位3个，占比25%，其他单位4个，占比33%，回函单位9个，回函并有建议的单位7个。根据各单位专家老师的回函意见，经编制组讨论研究，提出具体的意见和采纳情况，编写形成了《标准征求意见稿的征求意见汇总表》，经过文本编辑于2023年6月15日形成了《铝铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》标准征求意见稿标准预审稿。

5、审查阶段

5.1预审会

2023年6月26日，全国有色金属标准化技术委员会在辽宁沈阳召开轻金属标准会议。来自中国有色金属工业标准计量质量研究所、中铝郑州有色金属研究院有限公司、山东南山铝业股份有限公司等18个单位31位代表参加了会议。针对《铝铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》进行了认真、热烈的讨论，达成了一致意见，并进一步征求意见，经过文本编辑于2023年7月25日形成了《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定》标准送审稿。

5、审查阶段

6、报批阶段

**二、** 标准编制原则

1）根据国内外客户的检测要需求，以满足我国铝用碳素材料在有色金属行业使用需要为原则，不断提高标准的适用性；

2）根据铝用碳素材料CO2反应性分析检测的现状，对现有技术方案进行优化，力求做到标准所规定的方法简便、快速、精密度高；

3）完全按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

修订后的标准在技术路线方面将更加完善，检测应用范围更广，能够更好的适应当前铝工业的生产和使用需要，为我国铝工业的良好发展打下基础。

三、标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

3.1标准题目的确定

本次修订以YS/T 63.12《铝用炭素材料检测方法 第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定 质量损失法》为主，整合了YS/T 63.24-2012《铝用炭素材料检测方法 第24部分 预焙阳极CO2反应性的测定 热重法》的内容，故标准名称修改为《铝用炭素材料检测方法 第12部分 CO2反应性的测定》，使其更适用于目前的检测现状。

3.2 标准的适用范围

本文件规定了炭素制品CO2反应性的测定方法。

本文件适用于测定预焙阳极的CO2反应性。其他铝用炭素制品也可参照使用。

3.3 修订的主要内容

1. 更改了试剂的要求，上版CO2气体纯度要求过于宽泛，目前99.99%的CO2气体非常普遍，加严CO2气体纯度更有利于检测数据的真实性和可对比性；
2. 更改了热电偶的要求，目前K型或者N型热电偶使用都十分广泛，也都可满足标准要求；
3. 更改了取出试样的温度，因为在550℃取出时，会与空气反应，影响检测结果的真实性，低于300℃不会与空气反应；
4. 更改了CO2反应性的参数，根据行业习惯，修改了参数描述；
5. 更改了反应率的计算公式，原公式计算时，因为四舍五入的原因，会导致有时相加不是100%，修改后避免了这个问题；
6. 增加了热重法测量CO2反应性，整合了YS/T 63.24-2012《铝用炭素材料检测方法 第24部分 预焙阳极CO2反应性的测定 热重法》的内容；
7. 删除了精密度，因破坏性试验和碳素制品的不均匀性，很难评价精密度。

3.4 主要试验和验证情况分析

实验设计与操作：山东南山铝业股份有限公司和济南万瑞炭素有限责任公司在各自预焙阳极上取直径50mm、高度60mm的样品25根，取其中5根进行空气反应性的测定，其余20根邮寄给其余4家复验单位，每家5根。样品在110℃±5℃烘干2h，检测结果保留2位有效数字。各家数据见表2-表6。

表2 轻研院CO2反应性残极率的重复性测定数据 单位：%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **轻研院** | **1#** | **2#** |
| 1 | 93.33 | 85.42 |
| 2 | 92.91 | 86.23 |
| 3 | 92.86 | 84.60 |
| 4 | 92.31 | 85.19 |
| 5 | 92.94 | 85.77 |
| 最大值/% | 93.33 | 86.23 |
| 最小值/% | 92.31 | 84.60 |
| 平均值/% | 92.87 | 85.44 |
| 极差/% | 1.02 | 1.63 |
| 标准偏差 | 0.3646 | 0.6127 |
| 重复性限/% | 1.0209 | 1.7155 |

表3 复验单位1 CO2反应性残极率的重复性测定数据 单位：%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 复验单位1 | **1#** | **2#** |
| 1 | 93.52 | 84.44 |
| 2 | 93.99 | 84.39 |
| 3 | 93.43 | 84.91 |
| 4 | 93.01 | 84.98 |
| 5 | 93.69 | 85.66 |
| 最大值/% | 93.99 | 85.66 |
| 最小值/% | 93.01 | 84.39 |
| 平均值/% | 93.53 | 84.88 |
| 极差/% | 0.98 | 1.27 |
| 标准偏差 | 0.3597 | 0.5131 |
| 重复性限/% | 1.0073 | 1.4366 |

表4 复验单位2 CO2反应性残极率的重复性测定数据 单位：%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 复验单位2 | **1#** | **2#** |
| 1 | 92.83 | 86.1 |
| 2 | 93.65 | 86.4 |
| 3 | 93.19 | 86.2 |
| 4 | 93.62 | 87.8 |
| 5 | 94.03 | 86.9 |
| 最大值/% | 94.03 | 87.80 |
| 最小值/% | 92.83 | 86.10 |
| 平均值/% | 93.46 | 86.68 |
| 极差/% | 1.20 | 1.70 |
| 标准偏差 | 0.4627 | 0.6979 |
| 重复性限/% | 1.2955 | 1.9540 |

表5 复验单位3 CO2反应性残极率的重复性测定数据 单位：%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 复验单位3 | **1#** | **2#** |
| 1 | 94.12 | 85.91 |
| 2 | 93.91 | 86.29 |
| 3 | 92.26 | 83.93 |
| 4 | 93.45 | 85.85 |
| 5 | 92.53 | 85.66 |
| 最大值/% | 94.12 | 86.29 |
| 最小值/% | 92.26 | 83.93 |
| 平均值/% | 93.25 | 85.53 |
| 极差/% | 1.86 | 2.36 |
| 标准偏差 | 0.8263 | 0.9221 |
| 重复性限/% | 2.3136 | 2.5820 |

表6 复验单位4 CO2反应性残极率的重复性测定数据 单位：%

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 复验单位4 | **1#** | **2#** |
| 1 | 92.53 | 84.87 |
| 2 | 92.60 | 84.81 |
| 3 | 92.76 | 86.38 |
| 4 | 91.85 | 85.68 |
| 5 | 91.55 | 85.23 |
| 最大值/% | 92.76 | 86.38 |
| 最小值/% | 91.55 | 84.81 |
| 平均值/% | 92.26 | 85.39 |
| 极差/% | 1.21 | 1.57 |
| 标准偏差 | 0.5269 | 0.6513 |
| 重复性限/% | 1.4754 | 1.8235 |

四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

铝是我国主要的有色金属，是除钢铁之外的第二大应用金属，广泛应用于民用建筑、交通运输车辆、航空航天。预焙阳极作为电解铝生产中主要的原材料，其质量直接关系到电解铝工艺稳定，关乎吨铝能耗高低和电解铝产品质量优劣。

铝用炭素材料的主要原材料是石油化工的副产品石油焦和煤化工的副产品煤沥青，产生价值不到石油产品的5%，一度成为工业废渣，正是因为铝工业的发展带来了铝用炭素材料的发展，现在石油焦60%用于铝用碳素。铝用炭素材料行业是实现资源综合利用的典型行业，它实现了石油焦的变废为宝，是循环经济产业链的一个重要组成部分。铝用炭素材料是重要的基础性大宗化工原材料，随着国内铝行业市场饱和、产能过剩等原因和国家“一带一路”的建设与推进，越来越多的炭素企业代表中国“走出去”，布局海外市场。

现行标准为2006年发布，实施距今已十年有余，随着生产工艺不断创新，对预焙阳极质量的要求也日益提高，智能化生产对检测的时效性和在线性也提出了更高的要求。工业和信息化部印发有色金属工业发展规划（2016－2020年）明确指出：坚持质量为先。加强标准、检验检测、认证认可等质量基础体系建设，开展在线监测、在线控制和产品全生命周期质量追溯，攻克一批提升质量稳定性和可靠性的关键共性难题，提高有效供给能力。二氧化碳反应性是产生电解槽掉渣的一个主要因素，预焙阳极就其化学反应性来说，不是均质的，一些较活泼的例子会发生选择性氧化，而不太活泼的例子则会脱落到电解质中，为了评定阳极的质量，通常是测定其损失率（转化为气相的炭量）、脱落率（以固体粒子脱落的碳量）、残留率（试样的总剩余量），随着该指标越来越重视，优化了结果表述，进行了文本性编辑，将文中的灰尘修改为掉渣，修改了仪器设备中热电偶的选择，

（二）项目的可行性简述

本标准修订工作，主要修改内容为，按照行业习惯，对文本进行了编辑性修改，本标准制修订具有可行性。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

在对YS/T63.12-2006进行修订，以满足目前我国铝用碳素材料检测和质量控制的要求。修订的标准将进一步完善我国铝用碳素材料分析检测标准体系，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准情况

 本标准修改未采用国际标准和国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况。

 标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求，与《中华人民共和国标准化法》、《国家标准化发展纲要》等相关法律、法规相协调。与工信部下发的《十四五原材料工业发展规划》、《有色金属工业发展规划》等国家产业政策相协调；在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致，被YS/T 285-2022 《铝电解用预焙阳极》等标准引用，为铝用炭素材料产品质量的控制、贸易结算等提供了有力的支持；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的有关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议该标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝用碳素材料的生产单位、使用单位以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.过渡办法：建议本标准批准发布6个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替YS/T 63.12-2006《第12部分 预焙阳极CO2反应性的测定 质量损失法》和YS/T 63.24-2012《铝用炭素材料检测方法 第23部分 预焙阳极CO2反应性的测定 热重法》。

十二、其他应予以说明的事项

 无。

 《铝用炭素材料检测方法》编制组

 2023年8月