标准编制组

主编单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司

2023年08月05日

编制说明

《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分：Lc（微晶尺寸）值的测定》

(送审稿)

YS/T 587.13-202X

《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》

《草案》编制说明

一、工作简况

**（一）、任务来源**

1.1 计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限

根据2022年7月1日，工信部《工业和信息化部2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划》（工信厅科函〔2022〕158号）的要求,行业标准《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》修订工作由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划号：2022-0816T-YS。项目周期18个月，完成年限为2023年12月。

标准起草单位为：中铝郑州有色金属研究院有限公司、中铝矿业有限公司、赤壁长城炭素制品有限公司、包头铝业（集团）有限责任公司、信发集团有限公司。

1.2 项目编制组单位变化情况

在有色金属标准化技术委员会的组织下，标准编制过程中确立以中铝郑州有色金属研究院有限公司为主起草单位，在与中铝矿业有限公司、赤壁长城炭素制品有限公司、信发集团有限公司相关人员沟通后，发现这3家企业没有X-射线衍射仪，不具备参与该标准的条件，同意退出该标准的修订工作。因标准起草的需要内蒙古锦联铝材有限公司、云南铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、济南澳海炭素有限公司4家单位参与标准起草工作。变更后的编制组成员单位为：中铝郑州有色金属研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、包头铝业有限公司、济南澳海炭素有限公司。

**（二）、主要参加单位和工作成员及其所做的工作**

2.1 主要参加单位情况

标准主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司在标准的编制过程中，积极学习X-衍射的相关理论，并与实际检测工作相结合，发现原版标准中存在一些不完善的地方，设计试验方案及试验用样品。组织协调、指导各成员单位完成样品复验工作。主编单位带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求多家企业的修改意见，带领编制组完成标准的编制工作。

内蒙古锦联铝材有限公司负责提供实验用石油焦，在主编单位的指导下完成石油焦煅烧工作。并参加标准复验工作。

包头铝业有限公司、昆明冶金研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、济南澳海炭素有限公司参加标准复验工作。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

为了更好完成该标准的起草任务，成立了标准编制工作组，编制组主要成员及分工见表1。

表1 编制组成员及分工

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 李波 王文广 瞿媛媛 李荣柱 李志刚 | 负责标准的工作指导、标准的编写、实验方案确定及组 织协调。 |
| 罗安民 成佳 | 参加标准复验。 |
| 赵晖 | 参加标准复验。 |
| 张伟南 | 参加标准复验。 |
| 夏增立 | 参加标准复验。 |
| 于普生 | 参加标准复验。 |

**（三）、主要工作过程（征求意见过程，讨论会、预审会的情况）及主要工作内容**

3.1 立项阶段

中铝郑州有色金属研究院有限公司在长期日常测试国内外炭阳极用煅后石油焦Lc值的过程中，发现原标准存在一些不合适的地方，结合X-射线衍射法测定纳米材料平均晶粒尺寸的理论。于2021年7月提交了标准项目建议书、标准草案及立项报告。全国有色金属标准化技术委员会立项通过后，报工信部。2022年7月1日，工信部下达了行业标准《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》的任务，计划号：2022-0816T-YS。项目周期18个月，完成年限为2023年12月，技术归口单位全国有色金属标准化技术委员会。

3.2 起草阶段

2022年4月7日～8日，全国有色金属标准化技术委员会组织网络会议。来自全国15个单位的26名代表参加了会议。会上安排内蒙古锦联铝材有限公司提供测试样品，提交标准负责起草单位中铝郑州有色金属研究院有限公司统一处理后，分发给标准复验单位。复验单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、包头铝业（集团）有限责任公司、济南澳海炭素有限公司。

3.3 征求意见阶段

2022年6月，编制组根据各相关方的修改建议，完成征求意见稿及编制说明，发各企业、研究单位、仪器供应商征求意见。共发送单位24个。回函单位19个，回函并有建议或意见的单位8个；没有回函的单位5个。根据根据各家提出的意见，标准编制组修改了标准文本，形成了标准预审稿。

3.4 第一次工作会议

2023年6月25日-27日全国有色金属标准化技术委员会在沈阳会议。来自全国17个单位的36名代表参加了会议。会上山东晨阳新型碳材料股份有限公司、济南万瑞炭素有限责任公司、赤壁长城炭素制品有限公司、昆明冶金研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、济南澳海炭素有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司等企业的代表提出了：“引言”调整到“前言”后面，并完善第三段；增加X-射线衍射仪的技术要求；增加“干燥箱”；完善“6 样品”；将“标准样品”改为“校准样品”；修改“图1 样品衍射图”等意见。会后根据会议讨论的情况以及各单位提交的意见，对标准文本进行完善，形成了标准送审稿。

3.5

二、标准编制原则

1. 遵守国家各种关于石油焦、煅后石油焦的法律法规及相关国家标准。

2. 追求技术的先进性、合理性和前瞻性。不仅要符合国内市场的需要，同时还应满足出口到世界各国的需要。

3．完全按照GB/T 1.1-2020，和有色金属行业标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准主要内容的确定依据

引言

炭阳极用煅后石油焦是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，炭阳极用煅后石油焦检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证炭阳极用煅后石油焦质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于炭阳极用煅后石油焦生产、贸易结算、分析比对、预焙阳极等领域，为我国炭阳极用煅后石油焦工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》系列标准包含了水分、灰分、挥发分、硫含量、微量元素、粉末电阻率、空气反应性、CO2反应性、密度、Lc值（微晶尺寸）等指标的测定。

YS/T 587.13规定了炭阳极用煅后石油焦Lc值（微晶尺寸）的测定方法，该方法基于Scherrer公式。Scherrer公式是由[荷兰](https://wapbaike.baidu.com/item/%E8%8D%B7%E5%85%B0/190469)著名化学家Debye和他的研究生Scherrer首先提出的，是X-射线衍射分析晶粒尺寸的著名公式。可以表征石油焦的煅烧程度。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 晶面指数hkl (002)

石墨（002）晶面米勒指数，对应晶格间距(d)为0.335 nm。

3.2 微晶尺寸（Crystallite size）

相互平行的石墨碳片堆的尺寸。

3.3 Lc

样品在C轴方向上的平均厚度，它表示为线性尺寸，以nm为单位。

3.4 衍射角（θ）

平行的x射线照射晶体晶格时产生的入射角，由x射线测角仪测量。

注：一般用°2θ表示。

4 方法原理

将研磨成粉末的样品制成测试片，置于单色x射线束中，并旋转至特定位置产生衍射谱图。通过人工解析或计算机模拟hkl(002)（d=0.335 nm）所在衍射峰的位置和形状，计算Lc值。

6 试样

按照GB/T 26297.6的规定取样、制样，然后按四分法缩分得到约10g试样，用研钵将这10g试样研磨直至小于10μm，将研好的样品放入烘干箱中在110℃±5℃烘干2h，贮存在干燥器中备用。

X-射线衍射理论计算，为了衍射峰重现性需要，样品粒度应小于10μm。细粒度可改善强度再现性。表3给出了石英（113）晶面反射的典型强度重现性，光源CuK1。

表3 石英（113）晶面反射的典型强度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 颗粒度 | 15-50μm | 5-50μm | 5-15μm | <5μm |
| 强度波动 | 18.2% | 10.1% | 2.1% | 1.2% |

小于75μm样品、小于10μm样品分别测试了6遍，考察衍射图的重现性。测试结果见图1、图2。



图1 小于75μm样品衍射图



图2 小于10μm样品衍射图

可以看出。测试样品粒度小于10μm，衍射图重现性更好。因此将测试样品粒度从小于75μm改为小于10μm。

7 测定步骤

因实验室用衍射仪的X光有一定的发散度，会造成衍射峰的宽化，影响Lc值的测定结果。因此需要扣除，本次修订增加了标准样品的测试，就是为了得到衍射仪本身造成的衍射峰宽化。

实验室常用的X-光管为Cu，但也用实验室用Co。因不同靶材的波长不同，衍射角也存在差异。本次修订增加了Co的2θ扫描范围。

7.1 将样品（6）、标准样品（5.3）用合适的方法装到样品架中，保证样品（6）、标准样品（5.3）有足够的厚度，有水平、光滑的表面。

7.2 把制好的测试样放到测试台上，打开X射线源，在设定好的扫描程序（扫描范围：Cu靶， 2θ为14°～ 34°；Co靶2θ为16°～ 40°，若用其它靶材，需要调整2θ测试范围。Soller slit:0.04rad；divergence slit:0.5°；anti-scatter slit:1°），以每分钟1度的速度进行连续扫描，或者以每步0.2度的速度进行步进扫描，得到衍射图。

7.3 分别计算样品（6）、标准样品（5.3）衍射图衍射峰的半高宽β、βB，以及样品（6）衍射峰顶角度θ。

8 测定结果的计算

按公式（1）计算微晶尺寸（*L*c）值，计算结果修约到小数点后一位：

 ···········································（1）

式中：

*K* — 不定常数，但对于*L*c，其值为0.89；

*λ* — X光的波长，单位为埃（Å）；

*β* — 试样衍射峰的半高宽，以弧度表示；

*βB* — 标准样品衍射峰的半高宽，以弧度表示；

*θ* — 试样衍射峰的顶点对应的角度，单位为度。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的2.0%，以大于2.0%的情况不超过5%为前提。

9.2 允许差

在再现性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的4.0%，以大于4%的情况不超过5%为前提。

（二）主要试验

2.1 试验样品的准备

 本次试验选择一个石油焦，分成5份。分别在1000℃、1100℃、1200℃、1300℃、1350℃下煅烧2小时得到试验所用的5个样品。

2.2 试验情况

郑州轻金属研究院有限公司检测实验室、内蒙古锦联铝材有限公司、包头铝业（集团）有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司、云南铝业股份有限公司、济南澳海炭素有限公司6家单位按照标准规定参与复验。各家所用仪器型号见表4。

表4 复验所用仪器型号

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 复验单位 | 仪器型号 | 靶材 | 备注 |
| 1 | 郑州轻金属研究院有限公司检测实验室 | EMPYREAN | Co |  |
| 2 | 云南铝业股份有限公司 | EMPYREAN | Cu |  |
| 3 | 昆明冶金研究院有限公司 | EMPYREAN | Cu |  |
| 4 | 内蒙古锦联铝材有限公司 | Cubix3 | Cu |  |
| 5 | 包头铝业有限公司 | Cubix3 | Cu |  |
| 6 | 济南澳海炭素有限公司 |  D2 PHASER（台式机） | Cu | 宽焦斑 |

表5 郑州轻金属研究院有限公司检测实验室（1#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.2 | 24.2 | 31.0 | 38.1 | 41.1 |
| 2 | 19.1 | 24.3 | 31.1 | 38.2 | 41.1 |
| 3 | 19.1 | 24.3 | 31.2 | 38.3 | 41.2 |
| 4 | 19.1 | 24.4 | 31.2 | 38.4 | 41.2 |
| 5 | 19.3 | 24.4 | 31.3 | 38.5 | 41.2 |
| 6 | 19.3 | 24.4 | 31.3 | 38.5 | 41.3 |
| 7 | 19.3 | 24.4 | 31.4 | 38.6 | 41.3 |
| 8 | 19.3 | 24.5 | 31.4 | 38.6 | 41.4 |
| 9 | 19.4 | 24.5 | 31.4 | 38.6 | 41.4 |
| 平均值 | 19.2 | 24.4 | 31.3 | 38.4 | 41.2 |

表6 云南铝业股份有限公司（2#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.6 | 24.3 | 31.4 | 38.1 | 41.4 |
| 2 | 19.6 | 24.4 | 31.7 | 37.7 | 41.3 |
| 3 | 19.5 | 24.4 | 31.6 | 38.0 | 41.4 |
| 4 | 19.6 | 24.5 | 31.3 | 38.1 | 41.1 |
| 5 | 19.6 | 24.5 | 31.2 | 37.8 | 41.3 |
| 6 | 19.5 | 24.6 | 31.2 | 38.0 | 41.2 |
| 平均值 | 19.6 | 24.4 | 31.4 | 38.0 | 41.3 |

表7 昆明冶金研究院有限公司（3#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.0 | 24.1 | 31.5 | 38.2 | 42.1 |
| 2 | 19.1 | 24.1 | 31.6 | 38.4 | 42.2 |
| 3 | 19.2 | 24.1 | 31.6 | 38.4 | 42.2 |
| 4 | 19.3 | 24.2 | 31.7 | 38.5 | 42.2 |
| 5 | 19.4 | 24.2 | 31.7 | 38.5 | 42.2 |
| 6 | 19.4 | 24.4 | 31.8 | 38.5 | 42.3 |
| 7 | 19.5 | 24.4 | 31.8 | 38.6 | 42.3 |
| 8 | 19.5 | 24.5 | 31.9 | 38.6 | 42.4 |
| 9 | 19.5 | 24.5 | 32.1 | 38.6 | 42.5 |
| 平均值 | 19.3 | 24.3 | 31.7 | 38.5 | 42.3 |

表8 内蒙古锦联铝材有限公司（4#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.4 | 24.5 | 31.4 | 38.1 | 41.3 |
| 2 | 19.3 | 24.6 | 31.5 | 38.2 | 41.7 |
| 3 | 19.3 | 24.7 | 31.5 | 38.3 | 42.0 |
| 4 | 19.3 | 24.7 | 31.6 | 38.4 | 42.0 |
| 5 | 19.4 | 24.7 | 31.6 | 38.5 | 42.0 |
| 6 | 19.5 | 24.7 | 31.6 | 38.5 | 42.1 |
| 7 | 19.5 | 24.8 | 31.7 | 38.6 | 42.2 |
| 8 | 19.5 | 24.9 | 31.8 | 38.6 | 42.2 |
| 9 | 19.6 | 24.9 | 31.9 | 38.6 | 42.2 |
| 平均值 | 19.4 | 24.7 | 31.6 | 38.4 | 42.0 |

表9 包头铝业有限公司（5#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.3 | 24.2 | 30.5 | 38.4 | 41.3 |
| 2 | 19.3 | 24.2 | 30.5 | 38.4 | 41.4 |
| 3 | 19.3 | 24.4 | 30.7 | 38.5 | 41.4 |
| 4 | 19.4 | 24.4 | 30.8 | 38.6 | 41.5 |
| 5 | 19.4 | 24.5 | 30.8 | 38.6 | 41.5 |
| 6 | 19.5 | 24.5 | 30.9 | 38.6 | 41.5 |
| 7 | 19.5 | 24.6 | 30.9 | 38.7 | 41.6 |
| 8 | 19.6 | 24.6 | 31.0 | 38.8 | 41.7 |
| 9 | 19.6 | 24.6 | 31.1 | 39.1 | 41.8 |
| 平均值 | 19.4 | 24.4 | 30.8 | 38.6 | 41.5 |

表10 济南澳海炭素有限公司（6#）测试结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 煅烧温度 | 1000℃ | 1100℃ | 1200℃ | 1300℃ | 1350℃ |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 18.7 | 23.3 | 29.1 | 34.6 | 37.6 |
| 2 | 18.9 | 23.3 | 29.1 | 34.8 | 37.7 |
| 3 | 18.9 | 23.3 | 29.2 | 35.0 | 37.8 |
| 4 | 18.9 | 23.4 | 29.4 | 35.0 | 37.9 |
| 5 | 18.9 | 23.4 | 29.5 | 35.1 | 38.1 |
| 6 | 19.1 | 23.5 | 29.7 | 35.1 | 38.2 |
| 7 | 19.1 | 23.7 | 29.8 | 35.3 | 38.2 |
| 8 | 19.1 | 23.8 | 30 | 35.4 | 38.2 |
| 9 | 19.4 | 24 | 30.4 | 35.4 | 38.3 |
| 平均值 | 19.0 | 23.5 | 29.6 | 35.1 | 38.0 |

（三）实验数据分析

3.1 精密度计算

3.1.1 1000℃煅烧样品

表11 1000℃煅烧样品精密度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 19.2 | 19.6 | 19.0 | 19.4 | 19.3 | ~~18.7~~ |
| 2 | 19.1 | 19.6 | 19.1 | 19.3 | 19.3 | ~~18.9~~ |
| 3 | 19.1 | 19.5 | 19.2 | 19.3 | 19.3 | ~~18.9~~ |
| 4 | 19.1 | 19.6 | 19.3 | 19.3 | 19.4 | ~~18.9~~ |
| 5 | 19.3 | 19.6 | 19.4 | 19.4 | 19.4 | ~~18.9~~ |
| 6 | 19.3 | 19.5 | 19.4 | 19.5 | 19.5 | ~~19.1~~ |
| 7 | 19.3 | / | 19.5 | 19.5 | 19.5 | ~~19.1~~ |
| 8 | 19.3 | / | 19.5 | 19.5 | 19.6 | ~~19.1~~ |
| 9 | 19.4 | / | 19.5 | 19.6 | 19.6 | ~~19.4~~ |
| 平均值 | 19.2 | 19.6 | 19.3 | 19.4 | 19.4 | ~~19.0~~ |
| 重复性r（Å） | 0.35 |
| 允许差R（Å） | 0.47 |

3.1.2 1100℃煅烧样品

表12 1100℃煅烧样品精密度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 24.2 | 24.3 | 24.1 | 24.5 | 24.2 | ~~23.3~~ |
| 2 | 24.3 | 24.4 | 24.1 | 24.6 | 24.2 | ~~23.3~~ |
| 3 | 24.3 | 24.4 | 24.1 | 24.7 | 24.4 | ~~23.3~~ |
| 4 | 24.4 | 24.5 | 24.2 | 24.7 | 24.4 | ~~23.4~~ |
| 5 | 24.4 | 24.5 | 24.2 | 24.7 | 24.5 | ~~23.4~~ |
| 6 | 24.4 | 24.6 | 24.4 | 24.7 | 24.5 | ~~23.5~~ |
| 7 | 24.4 | / | 24.4 | 24.8 | 24.6 | ~~23.7~~ |
| 8 | 24.5 | / | 24.5 | 24.9 | 24.6 | ~~23.8~~ |
| 9 | 24.5 | / | 24.5 | 24.9 | 24.6 | ~~24~~ |
| 平均值 | 24.4 | 24.4 | 24.3 | 24.7 | 24.4 | ~~23.5~~ |
| 重复性r（Å） | 0.40 |
| 允许差R（Å） | 0.62 |

3.1.3 1200℃煅烧样品

表13 1200℃煅烧样品精密度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 31.0 | 31.4 | 31.5 | 31.4 | 30.5 | ~~29.1~~ |
| 2 | 31.1 | 31.7 | 31.6 | 31.5 | 30.5 | ~~29.1~~ |
| 3 | 31.2 | 31.6 | 31.6 | 31.5 | 30.7 | ~~29.2~~ |
| 4 | 31.2 | 31.3 | 31.7 | 31.6 | 30.8 | ~~29.4~~ |
| 5 | 31.3 | 31.2 | 31.7 | 31.6 | 30.8 | ~~29.5~~ |
| 6 | 31.3 | 31.2 | 31.8 | 31.6 | 30.9 | ~~29.7~~ |
| 7 | 31.4 | / | 31.8 | 31.7 | 30.9 | ~~29.8~~ |
| 8 | 31.4 | / | 31.9 | 31.8 | 31.0 | ~~30~~ |
| 9 | 31.4 | / | 32.1 | 31.9 | 31.1 | ~~30.4~~ |
| 平均值 | 31.3 | 31.4 | 31.7 | 31.6 | 30.8 | ~~29.6~~ |
| 重复性r（Å） | 0.49 |
| 允许差R（Å） | 1.14 |

3.1.4 1300℃煅烧样品

表14 1300℃煅烧样品精密度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 38.1 | 38.1 | 38.2 | 38.4 | 37.6 | ~~34.6~~ |
| 2 | 38.2 | 37.7 | 38.4 | 38.4 | 37.6 | ~~34.8~~ |
| 3 | 38.3 | 38.0 | 38.4 | 38.5 | 37.7 | ~~35.0~~ |
| 4 | 38.4 | 38.1 | 38.5 | 38.6 | 37.7 | ~~35.0~~ |
| 5 | 38.5 | 37.8 | 38.5 | 38.6 | 37.8 | ~~35.1~~ |
| 6 | 38.5 | 38.0 | 38.5 | 38.6 | 38.1 | ~~35.1~~ |
| 7 | 38.6 | / | 38.6 | 38.7 | 38.2 | ~~35.3~~ |
| 8 | 38.6 | / | 38.6 | 38.8 | 38.2 | ~~35.4~~ |
| 9 | 38.6 | / | 38.6 | 39.1 | 38.2 | ~~35.4~~ |
| 平均值 | 38.4 | 38.0 | 38.5 | 38.6 | 37.9 | ~~35.1~~ |
| 重复性r（Å） | 0.55 |
| 允许差R（Å） | 1.06 |

3.1.5 1350℃煅烧样品

表15 1350℃煅烧样品精密度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 序号 | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） | Lc值（Å） |
| 1 | 41.1 | 41.4 | 42.1 | 41.3 | 41.3 | ~~37.6~~ |
| 2 | 41.1 | 41.3 | 42.2 | 41.7 | 41.4 | ~~37.7~~ |
| 3 | 41.2 | 41.4 | 42.2 | 42.0 | 41.4 | ~~37.8~~ |
| 4 | 41.2 | 41.1 | 42.2 | 42.0 | 41.5 | ~~37.9~~ |
| 5 | 41.2 | 41.3 | 42.2 | 42.0 | 41.5 | ~~38.1~~ |
| 6 | 41.3 | 41.2 | 42.3 | 42.1 | 41.5 | ~~38.2~~ |
| 7 | 41.3 | / | 42.3 | 42.2 | 41.6 | ~~38.2~~ |
| 8 | 41.4 | / | 42.4 | 42.2 | 41.7 | ~~38.2~~ |
| 9 | 41.4 | / | 42.5 | 42.2 | 41.8 | ~~38.3~~ |
| 平均值 | 41.2 | 41.3 | 42.3 | 42.0 | 41.5 | ~~38.0~~ |
| 重复性r（Å） | 0.49 |
| 允许差R（Å） | 1.34 |

3.2 精密度结果

表16

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1000℃样品 | 1100℃样品 | 1200℃样品 | 1300℃样品 | 1350℃样品 |
| 平均值（Å） | 19.4 | 24.4 | 31.4 | 38.3 | 41.7 |
| 重复性r（Å） | 0.35 | 0.40 | 0.49 | 0.55 | 0.49 |
| 重复性r（%） | 1.80 | 1.64 | 1.56 | 1.44 | 1.18 |
| 允许差R（Å） | 0.47 | 0.62 | 1.14 | 1.06 | 1.34 |
| 允许差R（%） | 2.42 | 2.54 | 3.63 | 2.77 | 3.21 |

3.3 6号数据删除原因

济南澳海炭素有限公司（6#）所用设备为台式衍射仪，为准求高强度，仪器配置的为宽焦斑光管，因此设备造成的衍射峰宽化太大，影响测试数据。

3.4 精密度

3.4.1 重复性

在重复性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的2.0%，以大于2.0%的情况不超过5%为前提。

3.4.2 允许差

在再现性条件下，两次独立测试结果的绝对差值不大于两次平均值的4.0%，以大于4.0%的情况不超过5%为前提。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

1. 预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

该标准修订符合国家标准化体系建设发展规划（2016-2020年）三、重点领域/专栏2工业标准化重点/材料：完善有色金属等原材料工业标准，加快标准制修订工作，充分发挥标准的上下游协同作用，加快传统材料升级换代步伐的要求。

（二）项目的可行性简述

原标准在（3.3）中提到硅或石英，但在后面的文本中未提到其作用。依据X-射线衍射法测定纳米材料平均晶粒尺寸的原理以及X-射线衍射仪的结构。结晶完善的晶体衍射峰也会产生宽化，在计算纳米材料平均晶粒尺寸时需要扣除设备造成的衍射峰宽化。原标准中公式（1）在计算Lc值未扣除设备造成的衍射峰宽化。

所以在新修订的标准中，明确了需要测试标准样品（3.3）硅或石英，公式（1）在计算时，明确扣除了设备造成的衍射峰宽化。

原标准中试样粒度过0.075mm筛子，粒度太粗，应小于10μm。

对于X-射线衍射仪，不同的靶材，2θ角度是不同的，原标准中只规定了扫描的2θ角度范围，未明确靶材。若换了光管，该扫面范围就不适用，需要在标准中靶材。并给出不同靶材的扫描范围。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

修订后的标准比原标准操作性更强、测试结果也更加准确。

准确的测试结果有利于炭素企业控制产品质量，提高经济效益。

煅后石油焦的Lc值与其煅烧温度密切相关，准确测定煅后石油焦的Lc值，可以了解煅后石油焦的煅烧程度，经过充分煅烧的石油焦，导电性能更好，抗氧化性能更好。只有高质量的煅后焦才能生产出来高质量的预焙阳极，高质量的预焙阳极可以降低吨铝碳耗以及铝电解质中碳渣的量，具有显著的环保效益。《[中华人民共和国固体废物污染环境防治法](https://baike.baidu.com/item/%E4%B8%AD%E5%8D%8E%E4%BA%BA%E6%B0%91%E5%85%B1%E5%92%8C%E5%9B%BD%E5%9B%BA%E4%BD%93%E5%BA%9F%E7%89%A9%E6%B1%A1%E6%9F%93%E7%8E%AF%E5%A2%83%E9%98%B2%E6%B2%BB%E6%B3%95%22%20%5Ct%20%22_blank)》的规定，危险废物是指列入国家危险废物名录或者根据国家规定的危险废物鉴别标准和鉴别方法认定的具有危险特性的固体废物。最新版的《国家危险废物名录》（2021年版）已于2020年11月25日由生态环境部、国家发展和改革委员会、公安部、交通运输部、国家卫生健康委员会联合发布，自2021年1月1日起施行。名录中： HW48有色金属冶炼废物 常用有色金属冶炼 321-025-48 电解铝生产过程产生的炭渣。各电解铝企业需要严格控制，尽可能减少产生量。

1. 采用国际标准和国外先进标准的情况

国际上有一个标准ISO 20203-2006《铝生产用炭素材料 煅后石油焦 *L*c的测定 X-射线衍射法》。

国内有一个标准YS/T 587.13-2007《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 *L*c（微晶尺寸）值的测定》 就是本次要修订的标准。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序 号 | 项目 | 本文件 | ISO 20203-2006 | 水平对比  |
| 1 | 7 测试步骤 | 增加了Co | 无 | 先进 |
| 2 | 8 结果计算 | 扣除了标准样品的半高宽 | 无 | 先进 |
| 3 | 重复性r | 2.0% | 2.1% | 先进 |
| 4 | 允许差R | 4.0% | 11.0% | 先进 |

本标准达到国际先进水平。

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

本文件所引用的标准全部是现行有效的标准，是本文件的一部分，引用这些标准后，使本文件的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

本文件属于炭阳极用煅后石油焦分析方法标准，没有现行的法律、法规、规章制度等对其要求，本领域没有强制性标准。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无

九、标准性质的建议说明

建议本标准作为推荐性标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件发布后，各企业应加强本文件的宣传力度，要求煅后焦生产厂家、预焙阳极企业按新文件组织检验验收，以促进我国预焙阳极质量，提高我国预焙阳极在国际国内市场上的竞争力，有效地化解我国的预焙阳极产能过剩问题。

十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，废止YS/T 587.13-2007《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》。

十二、其他应予以说明的事项

无

《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第13部分 Lc（微晶尺寸）值的测定》编制组

2023-08-05