



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.5—202X

代替YS/T 63.5—2006

铝用炭素材料检测方法

第5部分 有压下底部炭块钠膨胀率的测定

Carbonaceous materials used for the production of aluminium Part 5:
Cathode blocks —Determination of expansion due to sodium penetration
with application of pressure

(ISO 15379-1:2019, Carbonaceous materials for the
production of aluminium — Cathode block materials — Part 1:
Determination of the expansion due to sodium penetration with
application of pressure, 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5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CO₂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 63.5-2006《铝用炭素材料检测方法 第5部分：有压下底部炭块 钠膨胀率的测定》，与YS/T 63.5-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a)增加了试验装置的烘箱和干燥器（见5.14、5.15）；
- b)增加了试剂氮气：纯度99%以上（见6.7）；
- c)增加取样试样预先在烘箱中110℃±5℃下烘干2h，取出冷却，贮存在干燥器中备用（见第7章）。

本文件修改采用ISO 15379-1:2019《铝生产用炭素材料-阴极炭块-有压下钠膨胀系数的测定》。

本文件与ISO 15379-1:2019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 15379-1:2019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 5 部分 有压下底部炭块钠膨胀率的测定》。

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：

——2006 年首次发布为 YS/T 63.5-2006《铝用炭素材料检测方法 第 5 部分 有压下底部炭块钠膨胀率的测定》；

——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。

钠膨胀率是铝用阴极材料的一项重要指标，底部炭块在电解槽使用过程中，电解质中的钠会渗透到底部碳块中引起膨胀，直接影响到电解槽的寿命，对铝电解企业的稳定生产和经济效益有很大的影响。

铝用炭素材料检测方法

第5部分 有压下底部炭块钠膨胀率的测定

1 范围

本文件规定了铝用底部炭块由于钠渗透引起的线性膨胀率（即钠膨胀率）的测定方法。本文件适用于测定铝用底部炭块由于钠渗透引起的钠膨胀率。

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 26297.1 铝用炭素材料取样方法 第1部分 底部炭块（GB/T 26297.1-2010，ISO8007-1:1999，MOD）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将底部炭块试样浸入含电解质的石墨坩埚中。给试样施加一个恒定的 5 MPa 压力，整个系统加热到 980 °C±5 °C，以石墨坩埚为阳极，以试样作为阴极，以 0.7 A/cm² 的电流密度电解 2 h。通过膨胀计测定位移变化，计算试样的膨胀率，膨胀率最大值为钠膨胀率。

5 仪器设备

- 5.1 高温炉：能加热到 980 °C，熔融电解质内的温度梯度小于 10 °C。
- 5.2 控温装置：能把温度控制在 980 °C±5 °C 范围内。
- 5.3 热电偶，如 K 型或 S 型，在 980 °C 时的测量误差为±5 °C。
- 5.4 坩埚：石墨材质，内径为 90 mm，内高为 90 mm，作为阳极使用。
- 5.5 坩埚盖：石墨材质，中心有孔，能使试样或石墨圆柱体（5.10）从孔中膨胀延伸。
- 5.6 绝缘环：陶瓷材质，耐高温，耐氟化盐腐蚀。该环装在坩埚盖（5.5）的孔里作为盖子和试样或石墨圆柱体之间的绝缘材料使用。该环应该足够大以便使试样或石墨圆柱体能在垂直方向自由移动。
- 5.7 坩埚底座：耐热钢材质，能使阳极电流由电源到达石墨坩埚（5.4）。
- 5.8 止动杆：耐热钢材质，能使阴极电流到达试样顶部。
- 5.9 刚玉圆片：能盖住坩埚的底部并作为坩埚和试样之间的电绝缘材料。该圆片应当有一个中心槽以便使样品能放在坩埚的中部。
- 5.10 石墨圆柱体：用作试样的延伸部分。直径为 30.0 mm±0.1 mm，长度为 40.0 mm±1 mm。
- 5.11 液压活塞：在整个试验过程中能提供 5.0 MPa±0.1 MPa 的压力，并且不受试样膨胀的影响。
- 5.12 膨胀计：量程为 10 mm，在量程范围内的精度为 1 μm，可连接至计算机或者电子自动记录仪。
- 5.13 电源：能提供 39.6 A 的直流电。阴极的电流密度为 0.7 A/cm²。

5.14 烘箱：温度可控制在 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.15 干燥器：内装干燥剂。

5.16 游标卡尺：

6 试剂

6.1 氩气：纯度 99.99%以上。

6.2 氮气：纯度 99.99%以上。

6.3 冰晶石 (Na_3AlF_6)：纯度不小于 99.7%的天然冰晶石，或纯度不小于 97%的合成冰晶石。

6.4 氟化钠 (NaF)：纯度不小于 99%。

6.5 氟化钙 (CaF_2)：纯度不小于 97%。

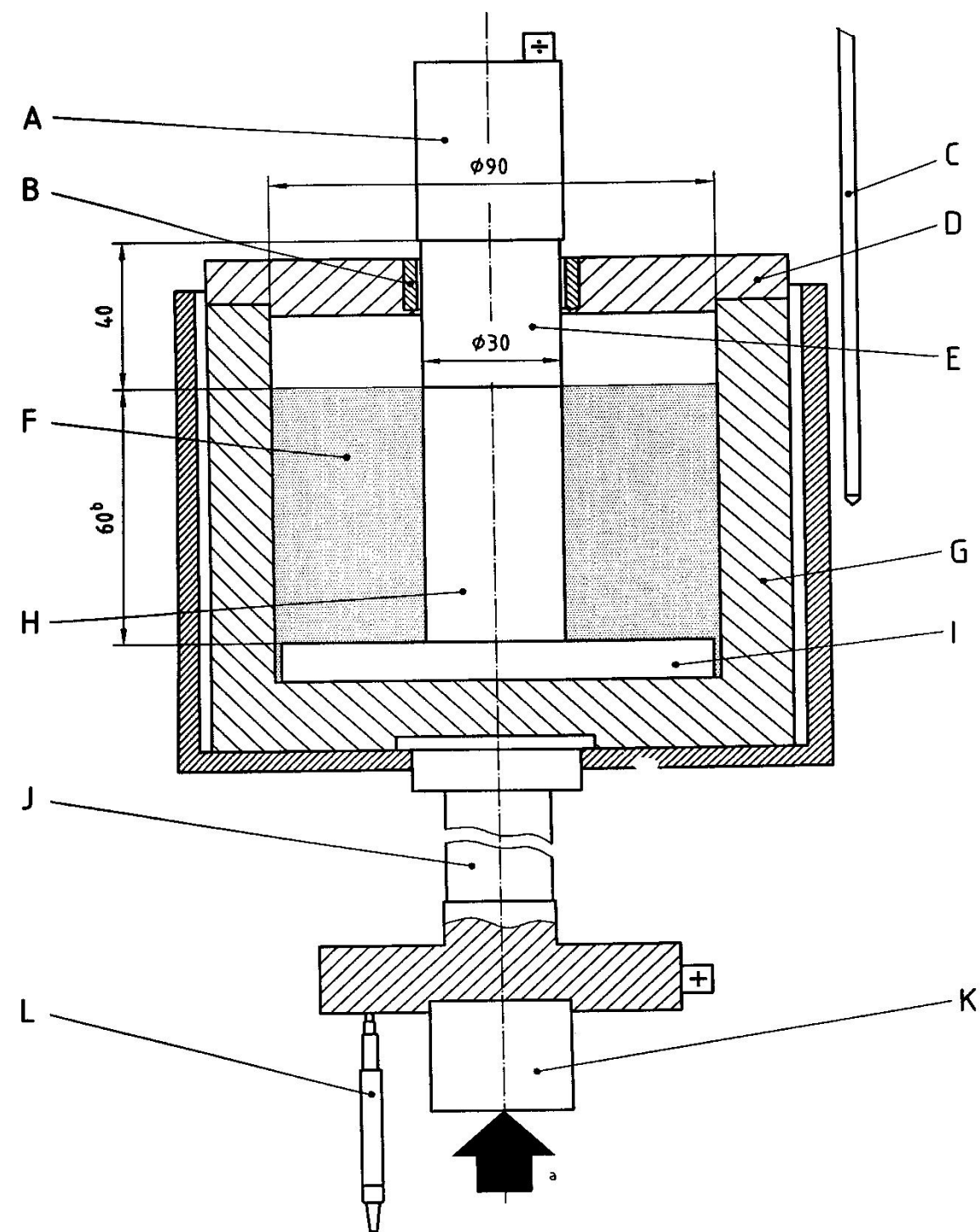
6.6 氧化铝 (Al_2O_3)：纯度不小于 98%

6.7 电解质：分子比为 4.0，质量为 765g，组成为：71.5%的 Na_3AlF_6 ，14.5%的 NaF ，5.0%的 CaF_2 ，9.0%的 Al_2O_3 。

7 样品

按照 GB/T 26297.1 的规定取样。试样的尺寸为：直径 $30.0\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ ，长度 $60.0\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$ 。试样预先在烘箱中 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h，取出冷却，贮存在干燥器中备用。

单位为毫米



A—止动杆 B—绝缘环 C—热电偶 D—盖子 E—石墨圆柱体 F—电解质
G—坩埚 H—试样 I—刚玉圆片 J—坩埚底座 K—液压活塞 L—膨胀计

图 1 钠膨胀率测定设备装配示意图

8 试验步骤

8.1 在室温下测量试样的长度 l_0 ，精确至 0.02 mm。将刚玉圆片（5.9）置于坩埚（5.4）的底部。然后将试样置于刚玉圆片（5.9）上，并使其刚好在坩埚（5.4）的中央。将石墨圆柱体（5.10）置于试样的顶部。

8.2 将电解质（5.6）置于坩埚（5.4）内。在坩埚（5.4）顶部将盖子（5.5）和绝缘环（5.6）

与石墨圆柱体（5.10）装配好。

8.3 用液压活塞（5.11）把坩埚（5.4）缓缓升起，直到石墨圆柱体（5.10）刚好接触止动杆（5.8），调节压力至 5 Mpa，保持压力恒定。将热电偶（5.3）温度探头置于靠近坩埚（5.4）中间高度的位置。将膨胀计（5.12）置于炉子（5.1）外坩埚底座（5.7）底板的下面。

8.4 在有惰性气体的保护下将高温炉（5.1）加热到 $980\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，测量试样和仪器的长度变化，直至试样和仪器保持长度恒定。测量坩埚底座（5.7）的位置将其作为 $\Delta l_{\text{测量}}(t)$ 的零点。

8.5 将电源（5.13）连接到坩埚底座（5.7）和止动杆（5.8）上。以 39.6 A 的恒定电流电解 2 h。每隔 1 min 记录长度的改变量 $\Delta l_{\text{测量}}(t)$ 。然后停止电解，卸去压力，让坩埚（5.4）在高温炉（5.1）内冷却至室温，取出。

9 试验数据处理

按公式（1）计算 t 时刻的膨胀率 $\Delta L(t)$ ，单位为百分数（%）。

$$\Delta L(t) = \frac{\Delta l_{\text{测量}}(t)}{l_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\Delta l_{\text{测量}}(t)$ — t 时刻试样的长度改变量，单位为毫米（mm）；

l_0 — 试样的原始长度，单位为毫米（mm）。

电解过程中膨胀率的最大值 ΔL_{max} 即该试样的钠膨胀率。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。

10 精密度

10.1 重复性

$$\text{重复性限 } r = 0.20 \times \overline{\Delta L_{\text{max}}} + 0.02\%。$$

10.2 再现性

$$\text{再现性限 } R = 0.24 \times \overline{\Delta L_{\text{max}}} + 0.03\%。$$

11 试验报告

本文件规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 本文件的编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本试验步骤的差异；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性)

表A. 1给出了本文件与ISO 15379-1:2019结构编号对照一览表。

表A.1 本文件章条编号与ISO 15379-1:2019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	-
4	3
5	4
6	5
7	6
8	7
9	8.1
10	8.2
11	9

附录B
(资料性)

本文件与 ISO 15379-1:2019 技术差异及其原因

表 B. 1 给出了本文件与 ISO 15379-1:2019 技术差异及其原因的一览表。

表B. 1 本文件与ISO 15379-1:2019技术差异及其原因

本文件结构编号	技术差异	原因
5.14、5.15	增加了烘箱和干燥器	样品在运输、制备过程中可能有水，需要烘干
6.2	增加了高纯氮气	高纯氮气价格便宜，也能达到相同的效果
7	增加了样品烘干	样品在运输、制备过程中可能有水，需要烘干
