

982103

铝用 炭素 材料 检测

路忠胜 编著

LÜYONG
TANSU
CAILIAO
JIANCE

冶金工业出版社

铝用炭素材料检测

路忠胜 编著

北京
冶金工业出版社
1994

(京)新登字 036 号

图书在版编目(CIP)数据

铝用炭素材料检测/路忠胜编著. —北京:冶金工业出版社, 1994. 7

ISBN 7-5024-1501-7

I. 铝… II. 路… III. 铝-原料-检测 IV. TF821

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 02605 号

出版人 卿启云(北京沙滩嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009)

灵山印刷厂印刷; 冶金工业出版社发行, 各地新华书店经销

1994 年 7 月第 1 版, 1994 年 7 月第 1 次印刷

787mm × 1092mm 1/32; 3.875 印张; 插页: 81 千字; 115 页; 1—1000 册 5.75 元

前 言

铝工业迫切需要高质量的铝用炭素材料,而其质量的优劣经检测方能判明。铝用炭素材料标准包括产品质量标准和检测方法标准,本书仅介绍后者,其中约 57%为国内外公布的标准取样或测定方法,其余的测定方法为作者若干年的科研成果,有待科研和生产的进一步检验,仅供读者阅读时参考。

本书共分 5 章,分别由东北大学路忠胜和青铜峡铝厂张清德编写:张清德编写第 3 章第 9 节的煅后焦孔隙分布的测定、第 5 章第 16 节的阳极糊膨胀收缩率的测定和第 5 章第 25 节至第 29 节;其余各章节由路忠胜编写,并担任本书主编。

本书在编写过程中,得到北京有色冶金设计研究总院杨万杰的热情支持和切实的建议,青海铝厂范建国也提出了宝贵意见,路洁对本书中的插图进行整理和绘制,在此一并表示感谢。

由于本书为国内较早正式出版铝用炭素材料检测技术用书,加之编者水平所限,书中不妥之处,敬请广大读者批评指正,以便再版时改正。

路忠胜

1993 年 6 月

4039/14

目 录

第 1 章 铝用炭素材料的取样.....	(1)
第 1 节 煤沥青的取样.....	(1)
第 2 节 焦炭的取样.....	(2)
第 3 节 商品糊(阳极糊)的取样 (GB1427—1988)	(2)
第 4 节 预焙阳极取样(GB1427—1988)	(3)
第 5 节 阴极炭块取样(GB1427—1988)	(3)
第 2 章 生石油焦理化性能的测定.....	(5)
第 1 节 生石油焦水分的测定 (SY2871—1977)	(5)
第 2 节 生石油焦灰分的测定 (SY2871—1977)	(6)
第 3 节 生石油焦挥发分的测定 (SY2871—1977)	(7)
第 4 节 生石油焦固定碳的测定.....	(9)
第 5 节 生石油焦粉焦量的测定 (SY2871—1977)	(9)
第 3 章 煅后焦理化性能的测定	(11)
第 1 节 煅后焦水分的测定 (GB2001—1980)	(11)
第 2 节 煅后焦灰分的测定 (GB2002—1980)	(12)
第 3 节 煅后焦挥发分的测定	

	(GB2003—1980)	(13)
第 4 节	煅后焦固定碳的测定 (GB2004—1980)	(14)
第 5 节	沥青焦真密度的测定 (GB3071—1982)	(15)
第 6 节	煅后焦气化率的测定	(16)
第 7 节	煅后焦氧化率的测定	(20)
第 8 节	煅后焦比电阻的测定	(22)
第 9 节	煅后焦总孔隙体积和孔隙分布的测定 ...	(25)
第 10 节	煅后焦氢含量的测定 (DIN51912—1985)	(26)
第 4 章	煤沥青理化性能的测定	(28)
第 1 节	煤沥青水分的测定	(28)
第 2 节	煤沥青软化点的测定 (GB2294—1980)	(28)
第 3 节	煤沥青灰分的测定 (GB2295—1980)	(31)
第 4 节	煤沥青结焦值的测定 (GB8727—1988)	(32)
第 5 节	煤沥青挥发分的测定	(33)
第 6 节	煤沥青总固定碳的测定	(34)
第 7 节	煤沥青游离碳的测定	(35)
第 8 节	煤沥青甲苯不溶物的测定 (GB2292—1980)	(37)
第 9 节	煤沥青喹啉不溶物的测定 (GB2293—1980)	(39)
第 10 节	煤沥青密度的测定	

	(ISO6993—1983)	(40)
第 11 节	煤沥青动力粘度的测定	
	(ISO8003—1985)	(43)
第 5 章	铝用阳极和阴极制品理化性能的测定	(46)
第 1 节	阳极和阴极炭块灰分的测定	
	(GB1429—1985)	(46)
第 2 节	阳极和阴极炭块真密度的测定	
	(GB6155—1985)	(47)
第 3 节	阳极和阴极炭块体积密度的测定	
	(GB6154—1985)	(51)
第 4 节	阳极和阴极炭块总气孔率的测定	
	(GB6156—1985)	(53)
第 5 节	阳极和阴极炭块表观密度的测定	(53)
第 6 节	阳极和阴极炭块开口气孔率的测定	
	(YB908—1978)	(54)
第 7 节	阳极和阴极炭块闭口气孔率的测定	(57)
第 8 节	阳极和阴极炭块气孔率与密度之间的关系	
		(57)
第 9 节	阳极和阴极炭块抗压强度的测定	
	(GB1431—1978)	(58)
第 10 节	阳极和阴极炭块抗折强度的测定	(59)
第 11 节	阳极和阴极炭块抗拉强度的测定	
	(DIN51914—1985)	(61)
第 12 节	阳极和阴极炭块杨氏弹性模量的测定	
		(63)
第 13 节	阳极和阴极炭块比电阻的测定	
	(GB6717—1986)	

		(67)
第 14 节	阳极和侧部炭块空气氧化率的测定.....	(74)
第 15 节	阳极气化率的测定.....	(79)
第 16 节	阳极和阴极炭块热膨胀率和阳极糊膨胀收缩率的测定	(81)
第 17 节	阳极和阴极炭块导热率的测定	(85)
第 18 节	阳极和阴极炭块抗热震性的测定.....	(91)
第 19 节	阳极和阴极炭块室温下透气度的测定 (GB9973—1988)	(92)
第 20 节	铝电解阳极消耗的测定.....	(95)
第 21 节	阴极炭块抗钠侵蚀性的测定.....	(99)
第 22 节	阴极炭块破损系数的测定 (GB6716—1986)	(101)
第 23 节	铝用炭素材料硫含量的测定 (GB1430—1978)	(105)
第 24 节	铝用炭素材料钒含量的比色测定 (YB917—1978)	(107)
第 25 节	铝用炭素材料氧化铁含量的测定	(109)
第 26 节	铝用炭素材料氧化硅含量的测定	(111)
第 27 节	铝用炭素材料氧化镁和氧化钙含量的测定	(112)
第 28 节	铝用炭素材料氧化钠含量的测定	(113)
第 29 节	铝用炭素材料钛和锰含量的测定	(114)
参考文献		(116)

第 1 章 铝用炭素材料的取样

第 1 节 煤沥青的取样

一. 仪器和设备

1. 小型颚式破碎机。
2. 振动混合器。
3. 小型对辊破碎机。
4. 小型振动筛。
5. 烘箱:能使温度控制在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。
6. 乳钵。
7. 铝盘。

二. 取样步骤

1. 在每节火车箱五处取总量 $10\sim 15\text{kg}$ 煤沥青试样,混合均匀后经小型颚式破碎机破碎至 $10\sim 15\text{mm}$,再用小型对辊破碎机破碎至 3mm 以下,用四分法取 0.5kg 送化验室。

2. 首先取试样测定其中的水分。大部分试样平铺在铝盘内,放入 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘干 2h ,移入干燥器冷却至室温后,测定试样的软化点、粘度等。

3. 干燥后的煤沥青试样用乳钵研磨,经小型振动筛筛分至 $0.25\sim 2\text{mm}$,测定试样的密度、结焦值、喹啉不溶物含量等。

4. 试样经小型成型机成型后,用 X 射线荧光分析仪测定试样的金属元素和非金属元素含量。

第2节 焦炭的取样

一. 仪器和设备

1. 小型颚式破碎机。
2. 小型振动筛。
3. 烘箱:能控制温度在 120°C 。
4. 乳钵。

二. 取样步骤

1. 从每节火车箱五处取总量 5kg 试样,其中 2kg 经 120°C 干燥 12h 后,经振动筛筛分至 $8\sim 0.25\text{mm}$,测定试样的纯度和堆积密度。

2. 其余试样经颚式破碎机破碎后,分析其中的水分。再将试样经 120°C 干燥 12h 后,筛分,测定粉末比电阻、反应率等。

3. 干燥试样经乳钵研磨后,测定真密度。研磨后的试样经小型成型机压成试片,供 X 射线荧光衍射仪分析试样中的金属元素与非金属元素。

第3节 商品糊(阳极糊)的取样(GB1427—1988)

一. 仪器和设备

1. 铝盘。
2. 焙烧炉。

二. 取样步骤

1. 每班内把每锅取的阳极糊子样集中在一起,总量为 2kg,冷却至室温后破碎至 20mm 以下,用四角对分法缩减至 1kg,供测定挥发分和灰分用。

2. 从每 100t 阳极糊中均匀地取不少于 5kg 子样,每批糊中的子样数量不少于 3 个,把子样集中在一起破碎至 20mm

以下,用四分法缩减至 4kg,装入铁皮桶,放入实验室焙烧炉内焙烧,焙烧阳极制样后,测定其各种理化性能(详见第 5 章)。

第 4 节 预焙阳极取样(GB1427—1988)

一. 仪器和设备

1. 空心钻头取样器: $\varnothing 60 \times 150\text{mm}$ 。
2. 车床。

二. 取样步骤

1. 每月每台焙烧炉每生产 20~50t 为一批,每批取样数量不少于 3 块。
2. 在沿制品纵向中心线、距端部 50~60mm 处,用空心钻头垂直钻取长度不小于 120mm 的圆柱体。
3. 用车床把上述圆柱体加工成 $40 \times 40 \times 40 \pm 0.1\text{mm}$ 或 $\varnothing 45 \times 40 \pm 0.1\text{mm}$ 的试样,每批不少于 6 个。标明加压面,使加压方向与挤压方向平行。

第 5 节 阴极炭块取样(GB1427—1988)

一. 仪器和设备

与预焙阳极取样所用仪器与设备相同。

二. 取样步骤

1. 以每台焙烧炉每月生产出 30~60t 阴极炭块为一批,每批取样量不少于 5 块,在每块上钻取 4 个圆柱体,每批不少于 20 个圆柱体。
2. 用空心钻头在炭块表面沿纵向中心线(距一端 200mm 以上,距另一端 50mm 以上)垂直钻取不少于 140mm 的圆柱体。

3. 把每块炭块中的 1 个圆柱体加工成 2 个试样,试样的尺寸为 $40 \times 40 \times 40 \pm 0.1\text{mm}$ 或 $\Phi 45 \times 40 \pm 0.1\text{mm}$,每批不少于 10 个试样。标明加压面,使加压方向平行挤压方向。

4. 把每块炭块中的 3 个圆柱体加成 6 个 $\Phi 35 \pm 0.1 \times 120 \pm 2\text{mm}$ 的试样,供测定炭块破损系数用。

第2章 生石油焦理化性能的测定

第1节 生石油焦水分的测定(SY2871—1977)

一. 仪器和设备

1. 烘箱:能在 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 下恒温。
2. 镀锌钢盘: $160 \times 120 \times 30\text{mm}$;也可用 $\varnothing 100\text{mm}$ 、容量 150ml 的瓷或玻璃蒸发皿。
3. 称量瓶: $\varnothing 50 \times 30\text{mm}$,带有磨口塞。
4. 干燥器:内装变色硅胶。
5. 水银温度计: $0 \sim 150^\circ\text{C}$,分度 1.0°C 。
6. 分析天平:感量 0.1mg 。
7. 坩埚钳。
8. 小勺。

二. 测定步骤

(一)总水分的测定

1. 称取石油焦 50g(称准至 0.5g),放在预先恒重的钢盘上,将其铺平后放在 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘干 1h,打开烘箱的自然通风孔。

2. 取出钢盘,在空气中冷却 30min 恒重,再进行干燥,每次 20min,直到两次称量间差数小于 0.5g 为止,取最后称量值供计算用。

(二)内含水的测定

把准备好的石油焦试样搅拌均匀,从其不同部位分 2 或 3 次取出约 2g,放在预先恒重的称量瓶内,把它们放入 $105 \pm$

3℃烘箱内干燥 1h,取出后放在干燥器内冷却 30min,称量。再进行干燥,每次 30min,直至两次称量差值小于 0.001g 为止,取最后称量值作为计算用(称准至 0.0002g)。

(注:在烘箱内干燥时,应把盛石油焦的称量瓶盖打开一半,而在干燥器内冷却及称量时,应将其盖盖严。)

三. 计算

1. 生石油焦总水分含量按下式计算:

$$W_1 = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100\% \quad (2.1)$$

式中 W_1 ——生石油焦试样总水分含量, %;

M_1 ——干燥前试样的质量, g;

M_2 ——干燥后试样的质量, g。

2. 生石油焦内含水含量按下式计算:

$$W_2 = W_1 \quad (2.2)$$

第 2 节 生石油焦炭灰分的测定(SY2871-1977)

一. 仪器和设备

1. 高温炉:能在 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ 下恒温。

2. 舟形瓷皿:上口尺寸为 $(55 \sim 60\text{mm}) \times (25 \sim 30\text{mm}) \times (14 \sim 16\text{mm})$,底部尺寸为 $(45 \sim 50\text{mm}) \times (20 \sim 22\text{mm})$ 。

3. 干燥器。

4. 坩埚钳。

5. 小勺。

6. 分析天平:感量 0.0002g。

二. 测定步骤

1. 把石油焦试样搅拌均匀,从试样表面以下称取 2~3g 石油焦,放入预先恒重的瓷皿内。

2. 把盛有石油焦试样的瓷皿,放在 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ 高温炉膛前的边缘上,在 3min 内逐渐把瓷皿移入高温炉恒温带。关上炉门(炉门上的小孔应打开),灼烧 2h。

3. 取出瓷皿,在空气中冷却 3min,在干燥器内冷却 30~40min,称量。称量后再进行灼烧,每次 30min,直至两次称量间的差数小于 0.001g 为止,取最后一次称量结果作计算用(称准至 0.0002g)。

三. 计算

石油焦灰分含量按下式计算:

$$A = \frac{M_1}{M} \times 100\% \quad (2.3)$$

式中 A ——石油焦灰分含量,%;

M_1 ——石油焦灰分残留物的质量,g;

M ——石油焦试样的质量,g。

第 3 节 生石油焦挥发分的测定(SY2871-1977)

一. 仪器和设备

1. 瓷坩埚:上口 $\varnothing 32 \pm 0.5\text{mm}$,高度 $43 \pm 0.5\text{mm}$,底口 $\varnothing 18 \pm 0.5\text{mm}$,坩埚盖的内表面为流槽状,无盖时质量为 13~14g,壁厚 1.3~1.4mm。

2. 高温炉:能在 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ 下恒温,炉门上应具有供挥发

物逸出的孔,炉的后壁应具有供插热电偶的孔。

3. 架子:耐热金属丝制成,供安放坩埚用,架子的高度能使安在架子上的坩埚底与炉底的距离保持 $20 \pm 2\text{mm}$ 。

4. 干燥器。

5. 坩埚钳。

6. 小勺。

7. 秒表。

二. 测定步骤

1. 把高温炉加热至 $850 \pm 20^\circ\text{C}$, 热电偶的位置应使接点位于距炉底 $20 \sim 30\text{mm}$ 的恒温带。

2. 坩埚预先在 850°C 高温炉内灼烧,经干燥器冷却后称量,放入干燥器内备用。

3. 用小勺均匀搅拌试样,由试样较下部取出 $1 \pm 0.05\text{g}$ 试样,放入坩埚内并使试样摊平。盖好坩埚盖,把坩埚放在坩埚架上。

4. 把盛有试样的坩埚连同架子迅速送到高温炉内的恒温区,同时启动秒表,关上炉门,加热。当加热时间刚到 3min ,使坩埚离开恒温区。坩埚在空气中冷却 3min 后,移入干燥器内冷却 $30 \sim 40\text{min}$ 后称量(称准至 0.0002g)。

三. 计算

石油焦挥发分含量按下式计算:

$$V = \left(\frac{M - M_1}{M} \right) \times 100\% - W_a \quad (2.4)$$

式中 V ——石油焦试样挥发分含量, %;

M ——石油焦试样的质量, g;

M_1 ——加热后石油焦试样残留物的质量, g;

W_a ——石油焦试样内含水量, %。

(注:石油焦试样内含水量应与其挥发分含量同时测定。)

第 4 节 生石油焦固定碳的测定

生石油焦固定碳不是直接测定的,而是按下式计算的:

$$C = 100\% - W_t - A - V \quad (2.5)$$

式中 C ——生石油焦固定碳含量, %;

W_t ——试样总水分含量, %;

A ——试样灰分含量, %;

V ——试样挥发分含量, %。

第 5 节 生石油焦粉焦量的测定

(SY2871—1977)

一. 仪器和设备

1. 金属筛子:孔眼为 25mm。

2. 铲子。

3. 磅秤。

二. 测定步骤

1. 称量石油焦试样 15kg。

2. 把试样均匀撒布在金属筛子的整个表面上,连续左右筛三次。

3. 称量通过筛子的粉焦量。