

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 587.8—2006

炭阳极用煅后石油焦检测方法 第 8 部分：空气反应性的测定

Calcined coke for prebaked blocks—Testing methods—
Part 8: Determination of the reactivity to air

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》共有 13 部分：

- YS/T 587.1 第 1 部分：灰分含量的测定；
- YS/T 587.2 第 2 部分：水分含量的测定；
- YS/T 587.3 第 3 部分：挥发分含量的测定；
- YS/T 587.4 第 4 部分：硫含量的测定；
- YS/T 587.5 第 5 部分：微量元素的测定；
- YS/T 587.6 第 6 部分：粉末电阻率的测定；
- YS/T 587.7 第 7 部分：CO₂ 反应性的测定；
- YS/T 587.8 第 8 部分：空气反应性的测定；
- YS/T 587.9 第 9 部分：真密度的测定；
- YS/T 587.10 第 10 部分：体积密度的测定；
- YS/T 587.11 第 11 部分：颗粒稳定性的测定；
- YS/T 587.12 第 12 部分：粒度分布的测定；
- YS/T 587.13 第 13 部分：Lc 值(微晶尺寸)的测定。

本部分为第 8 部分。

本部参考 ISO 12982-1:2000《铝生产用炭素材料 煅后石油焦 空气反应性的测定 第 1 部分：点火温度法》起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由兰州连城铝业有限责任公司、山东晨阳炭素股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：郭永恒、张树朝、杨宏杰、刘扬军、于易如。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

炭阳极用煨后石油焦检测方法

第8部分:空气反应性的测定

1 范围

本部分规定了炭阳极用煨后石油焦空气反应性的测定方法。

本部分适用于炭阳极用煨后石油焦空气反应性的测定。

2 方法原理

将一定质量粒度为1 mm~1.4 mm炭阳极用煨后石油焦试样置于反应炉内,按照一定流量通入空气,并按照一定速率升温,当试样达到点火温度时就会与空气中的氧气发生反应,并且试样温度会突然增高。空气反应性即是由相关的热量测量法计算得到。

3 试剂

3.1 空气:钢瓶或压缩气体,含水率小于100 mg/kg。

3.2 校准标样:点火温度大约为620℃,升温速率10℃/min。

4 仪器设备

4.1 反应炉:温度能在1 h之内从20℃升到1 000℃,有一个竖直的炉腔,能确保温度竖直均匀分布,如图1所示。

4.2 反应管:由两根石英管和一个盖子,用磨砂玻璃连接(见图1、图2)。

4.2.1 外管

4.2.1.1 进气口:位置接近外管的顶部。气体可以通过它到管子的底部,并且可以在通过样品前被预热。

4.2.1.2 保护管:用来保护热电偶,它的顶部距试样台的底部5 mm。进气管和保护管都延伸到反应炉外面。

4.2.2 反应管:位于外管的内部并与之相匹配。

4.2.3 样品台:有直径为250 μm~500 μm的微孔,与反应管的内部相匹配,它的位置是确保样品位于炉子的正中间。

4.2.4 盖子:有一个出气口,位于反应管的顶部。

4.3 热电偶:K型镍铬热电偶,精度优于±0.375%,直径2 mm,长度至少200 mm。

4.4 程序温度控制器:由一个两点的PID控温元件,一点调整升温速率,另一点显示温度。

4.5 记录表:记录样品温度随时间的变化。另有一个自动检测样品点火温度的微处理器。

4.6 气流装置:由用空气校准过的气体流量计(60 L/h,精度达到±2%)和压力表($P=0.1$ MPa)组成。

4.7 压力控制器:有一个调压阀和范围到1.0 MPa的压力表。

单位为毫米

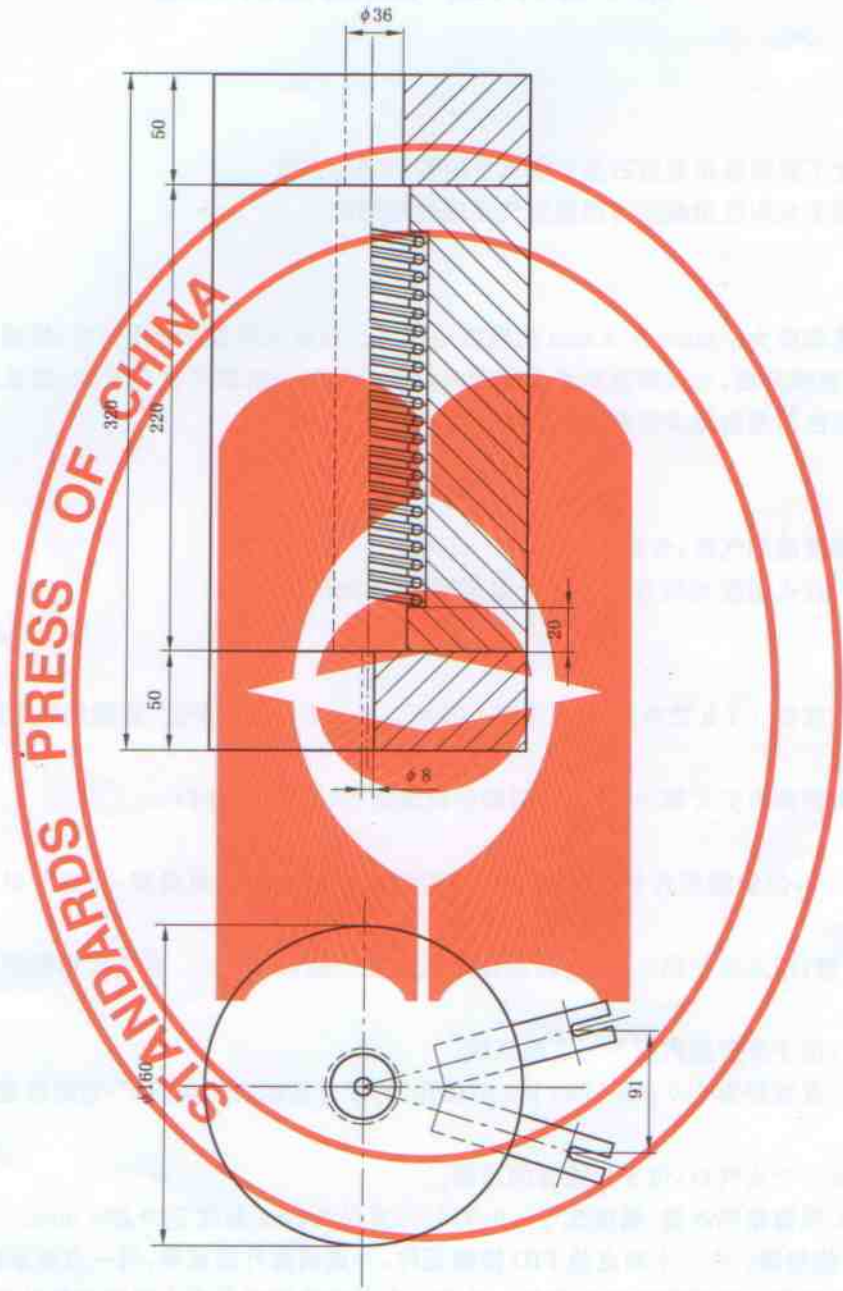


图 1 反应炉的形状和尺寸

单位为毫米



图2 样品反应管

- 1—空气进气口
2—空气出气口
3—试样。

5 试样

将试样筛分成三部分：

第Ⅰ部分： >1.4 mm；第Ⅱa部分： 1 mm~ 1.4 mm；第Ⅲ部分： <1 mm。

将第Ⅰ部分试样压碎，尽可能使其粒度为 1 mm~ 1.4 mm，过筛得到：

第Ⅱb部分： 1 mm~ 1.4 mm。

将第Ⅱa和第Ⅱb两部分彻底混匀，于 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h，贮存在干燥器中备用。

6 步骤

6.1 试样

称取 5.0 g 试样(5)，精确至 0.001 g。

6.2 校准

测定两次某个校准标样的点火温度 T_R ，求出它们的算术平均值 T_M 。用这个结果来校正测量试样温度的热电偶。校准程序每周进行一次，设备维护(如更换热电偶或反应管等)以后也要进行校准。定

期对记录表进行校准。

测量试样的温度应减去校准温度与标准样品实际温度的差值。

6.3 测定

控温程序要按照表 1 的要求。

表 1 控温程序

应用程序	快速法	慢速法
额定温度/℃	300	450
升温速率/(℃/min)	10	0.5

接通反应炉,插入未装样的石英管并用夹钳固定好,把反应炉加热到额定温度。打开空气阀,调整压力为 0.2 MPa、流量为 50 L/h。当炉温稳定在额定温度时,把称量好的试样插入反应管中开始升温,表 1 中显示试样的温度。当试样温度急剧增加时,关闭反应炉和气阀。

7 测定结果的计算

在时间-温度曲线图中,通过对温度发生急剧增加那一点弯曲部分(点火前和点火后)两端的直线部分延伸,得到焓后焦的点火温度 T_1' ,精确到 0.1℃。

升温速率为 0.5℃/min 时,按公式(1)计算 525℃下的空气反应性 w_{525} ,以每分钟质量损失的百分数(%/min)表示:

$$w_{525} = 10 \left[-9.519 - \left(\frac{4.158 \times 10^6}{T_1} \right) + \left(\frac{8.158 \times 10^6}{T_1^2} \right) \right] \dots\dots\dots (1)$$

升温速率为 10℃/min 时,按公式(2)计算 600℃下的空气反应性 w_{600} ,以每分钟质量损失的百分数(%/min)表示:

$$w_{600} = 10 \left[-50.064 + \left(\frac{16.364}{T_1} \right) - \left(\frac{2.798 \times 10^2}{T_1^2} \right) \right] \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T_1 ——点火温度($T_1 = T_1' + 273.16$),单位为开(尔文)(K)。

空气反应性的测定结果精确到 0.01%/min。

8 精密度

两种方法的精密度分别见表 2 和表 3。

表 2 快速法精密度(10℃/min)

参数	重复性	再现性
点火温度	两次测定结果的绝对差值不大于 3℃	两次测定结果的绝对差值不大于 6℃
在 600℃空气反应性/(%/min)	两次测定结果的绝对差值不大于其平均值的 10%	两次测定结果的绝对差值不大于其平均值的 20%

表 3 慢速法精密度(0.5℃/min)

参数	重复性	再现性
点火温度	两次测定结果的绝对差值不大于 3℃	两次测定结果的绝对差值不大于 6℃
在 525℃空气反应性/(%/min)	两次测定结果的绝对差值不大于其平均值的 20%	两次测定结果的绝对差值不大于其平均值的 40%

9 检测报告

检测报告应包括下列内容：

- a) 试样标识；
 - b) 本部分编号；
 - c) 检验结果；
 - d) 检验过程中观察到的异常现象；
 - e) 本部分没有涉及的操作或者是可以选择的操作；
 - f) 测试日期。
-