



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
21687—  
2014

---

# МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Твердые материалы

Определение действительной  
плотности методом  
газовой пикнометрии (объемный анализ)  
с применением гелия в качестве  
газа для анализа

ISO 21687:2007

Carbonaceous materials for the production of aluminium —  
Determination of density by gas pycnometry (volumetric) using  
helium as the analysis gas — Solid materials  
(IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2014

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4.

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 03 марта 2014 г. № 67-ст.

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 21687:2007 «Материалы углеродные для производства алюминия. Твердые материалы. Определение действительной плотности методом газовой пикнометрии (объемный анализ) с применением гелия в качестве газа для анализа» (ISO 21687:2007 Carbonaceous materials for the production of aluminium – Determination of density by gas pycnometry (volumetric) using helium as the analysis gas — Solid materials)

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

## 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)*

© Стандартиформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Введение

Настоящий стандарт подготовлен на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта ИСО 21687:2007 «Материалы углеродные для производства алюминия. Твердые материалы. Определение действительной плотности методом газовой пикнометрии (объемный анализ) с применением гелия в качестве газа для анализа» (ISO 21687:2007 Carbonaceous materials for the production of aluminium — Determination of density by gas pycnometry (volumetric) using helium as the analysis gas — Solid materials), который был разработан Техническим комитетом ISO/TC 226 «Материалы для производства первичного алюминия».

Указанный международный стандарт основан на методе DIN 51913:2001 «Испытание углеродистых материалов. Определение плотности с помощью газового пикнометра (объемный метод) с использованием гелия. Твердые материалы», подготовленный комитетом NMP 281 «Методы испытаний угля и графита».

Действительная плотность прокаленного нефтяного кокса дает возможность оценить степень прокаленности (кальцинации) анализируемого материала.



## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ  
ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Твердые материалы.

Определение действительной плотности методом  
газовой пикнометрии (объемный анализ)  
с применением гелия в качестве газа для анализаCarbonaceous materials for the production of aluminium —  
Determination of density by gas pycnometry (volumetric) using  
helium as the analysis gas — Solid materials

Дата введения — 2015—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения действительной плотности сырого и прокаленного нефтяного кокса и аналогичных твердых материалов (например электродов). Данный стандарт может использоваться для углеводородов с высокотемпературным интервалом кипения и для других твердых материалов.

Данный метод неприменим для графитированного материала.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО 3310-1:2000 Сита лабораторные. Технические требования и испытания. Часть 1: Сита из металлической ткани (ISO 3310-1:2000, Test sieves of metal wire cloth. Specifications)

ИСО 6257:2002 Материалы углеродные для производства алюминия. Пек для электродов. Отбор проб (ISO 6257:2002, Carbonaceous materials used in the production of aluminium – Pitch for electrodes – Sampling)

ИСО 6375:1980 Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб (ISO 6375:1980, Carbonaceous materials for the production of aluminium – Cokes for electrodes – Sampling)

ИСО 8007-1:1999 Материалы углеродные, используемые в производстве алюминия. Отбор проб. Общие требования. Часть 1. Блоки подовые (ISO 8007-1:1999 Carbonaceous materials used in the production of aluminium – Sampling from cathodic blocks. General)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

**действительная плотность твердого материала** (density of a solid material): Масса материала на единицу объема за исключением объема пор.

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где  $\rho$  – плотность, г/см<sup>3</sup>;

$m$  – масса, г;

$V$  – объем твердого вещества за исключением объема пор, см<sup>3</sup>.

## 4 Сущность метода

Пробу измельчают и просеивают до получения размера частиц менее 0,063 мм. Плотность определяется методом газовой пикнометрии (объемный анализ) с применением гелия в качестве газа для анализа.

Издание официальное

1



Объем навески испытуемой пробы с известной массой определяют по объему газа, вытесненного навеской испытуемой пробой, определяемого выравниванием давления, изменение которого возникает из-за сжатия газа испытуемой пробой исследуемого материала.

## 5 Аппаратура и материалы

5.1 Дробилка, например щековая, облицованная твердым материалом, который не истирается и не загрязняет пробу.

5.2 Мельница, обеспечивающая измельчение пробы до размера частиц менее 0,063 мм, причем части мельницы, которые приходят в соприкосновение с пробой, изготавливаются из твердого материала, который не истирается и не загрязняет пробу.

5.3 Фарфоровая чашка диаметром от 50 мм до 60 мм и глубиной от 30 мм до 40 мм.

5.4 Медная пластинка.

5.5 Сито с размером ячейки 0,063 мм в соответствии с ИСО 3310-1.

5.6 Сушильный шкаф (предпочтительно с вакуумным устройством), обеспечивающий поддержание температуры  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

*Примечание* — Использование сушильной печи без вакуумного устройства может снизить прецизионность, приведенную в разделе 9.

5.7 Эксикатор, содержащий силикагель.

5.8 Газовый пикнометр.

5.9 Стандартные образцы объема.

5.10 Чашка для пробы, тарированная.

5.11 Гелий минимальной чистоты 99,996 % (по объему).

5.12 Весы аналитические, точность взвешивания до 0,1 мг.

## 6 Отбор проб, их подготовка и сушка

### 6.1 Отбор и подготовка проб

#### 6.1.1 Пек

Отбирают пробу материала в соответствии с ИСО 6257.

Дробят пробу пека, помещают примерно 50 г в фарфоровую чашку (5.3), взвешивают и сушат в течение примерно 2 ч в печи (5.6) при температуре примерно на  $50 ^\circ\text{C}$  выше точки размягчения и не ниже  $110 ^\circ\text{C}$ . Во время процесса перемешивают пробу, чтобы избежать образования воздушных пузырьков. Повторяют взвешивание и сушку до постоянной массы.

Пересыпают пробу на медную пластинку (5.4), дают остыть и затем измельчают пробу до размера частиц менее 0,063 мм, используя мельницу (5.2), затем просеивают через сито (5.5).

Отбирают часть просеянной пробы с размером частиц менее 0,063 мм и помещают в тарированную чашку для пробы.

#### 6.1.2 Кокс

Отбирают пробу материала в соответствии с ИСО 6375.

Дробят, измельчают и просеивают пробу через сито до частиц размером менее 0,063 мм, используя мельницу (5.2), и затем просеивают через сито (5.5). Хранят пробу в герметичном воздухонепроницаемом контейнере, пока она не потребуется для определения.

*Примечание* — Чтобы установленные требования к размеру частиц каждой пробы были выполнены, рекомендуется определить такие условия измельчения, которые позволят получить требуемый размер частиц для каждой пробы с помощью мельницы. Это можно сделать на любом оборудовании, обеспечивающем определение размера таких частиц.

#### 6.1.3 Катодные блоки и обожженные аноды

Отбирают пробу материала в соответствии с ИСО 8007-1. Высверливают цилиндр или отрезают часть углеродного блока.

Дробят, измельчают и просеивают пробу через сито до частиц размером менее 0,063 мм, используя мельницу (5.2), и затем просеивают через сито (5.5). Хранят пробу в герметичном воздухонепроницаемом контейнере, пока она не потребуется для определения.

*Примечание* — Чтобы установленные требования к размеру частиц каждой пробы были выполнены, рекомендуется определить такие условия измельчения, которые позволят получить требуемый размер

частиц для каждой пробы с помощью мельницы. Это можно сделать на любом оборудовании, обеспечивающем определение размера таких частиц.

## 6.2 Сушка проб кокса, катодных блоков и анодов

Берут пробу для анализа от просеянного материала пробы с размером частиц менее 0,063 мм и заполняют тарированную чашку для пробы. Помещают пробу в чашке в сушильную печь при температуре 110 °С и остаточном давлении 1 кПа (10 мбар) в течение не менее 30 мин. Извлекают пробу из печи, дают остыть в эксикаторе (5.7), взвешивают и вводят чашку с пробой в газовый пикнометр.

## 7 Проведение испытания

Пикнометр готовят к работе и выполняют анализ в соответствии с инструкцией, поставляемой изготовителем оборудования.

## 8 Расчет

Рассчитывают плотность  $\rho$ , в граммах на кубический сантиметр ( $\text{г/см}^3$ ), по формуле

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (2)$$

где  $\rho$  – плотность пробы,  $\text{г/см}^3$ ;

$m$  – масса пробы, г;

$V$  – измеренный объем пробы,  $\text{см}^3$ .

Объем пробы обычно рассчитывают с помощью анализатора, но можно также вычислить плотность по данным анализа, по формуле

$$V = V_{\text{cell}} - \frac{V_{\text{exp}}}{\frac{P_1}{P_2} - 1}, \quad (3)$$

где  $V_{\text{cell}}$  – объем камеры,  $\text{см}^3$ ;

$V_{\text{exp}}$  – объем камеры с пробой,  $\text{см}^3$ ;

$P_1$  – давление в камере до расширения, в кПа;

$P_2$  – давление после расширения, в кПа.

## 9 Прецизионность

### 9.1 Определение

Прецизионность метода была определена в трех циклах межлабораторных испытаний:

а) зеленый кокс и прокаленный кокс;

б) пек;

с) обожженные аноды, катодные блоки и боковые блоки;

Вычисление производили по ASTM E 691:1999 в следующих условиях анализа:

- давление гелия приблизительно 150 кПа;

- продувка 20 мин;

- давление продувки/заполнения 135 кПа;

- равновесная скорость 0,034 5 кПа/мин.

Прецизионность определяется при 95 %-м доверительном интервале.

### 9.2 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя результатами, полученными на одной и той же пробе одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях анализа, будет только в одном случае из 20 превышать указанное значение, если описанный метод используется в обычных и корректных условиях.

Пек – в диапазоне от 1,28  $\text{г/см}^3$  до 1,32  $\text{г/см}^3$ , получена следующая прецизионность: повторяемость (сходимость)  $r = 0,003 \text{ г/см}^3$ .

Кокс – в диапазоне от 2,06  $\text{г/см}^3$  до 2,09  $\text{г/см}^3$ , получена следующая прецизионность: повторяемость (сходимость)  $r = 0,004 \text{ г/см}^3$ .

Аноды – в диапазоне от 2,06 г/см<sup>3</sup> до 2,12 г/см<sup>3</sup>, получена следующая прецизионность: повторяемость (сходимость)  $r = 0,002$  г/см<sup>3</sup>

### 9.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными на идентичных пробах разными операторами в разных лабораториях, будет только в одном случае из 20 превышать указанное значение, если описанный метод используется в обычных и корректных условиях.

Пек – в диапазоне от 1,28 г/см<sup>3</sup> до 1,32 г/см<sup>3</sup>, получена следующая прецизионность: воспроизводимость  $R = 0,015$  г/см<sup>3</sup>.

Кокс – в диапазоне от 2,06 г/см<sup>3</sup> до 2,09 г/см<sup>3</sup>, получена следующая прецизионность: воспроизводимость  $R = 0,014$  г/см<sup>3</sup>.

Аноды – в диапазоне от 2,06 г/см<sup>3</sup> до 2,12 г/см<sup>3</sup>, получена следующая прецизионность: воспроизводимость  $R = 0,006$  г/см<sup>3</sup>.

### 9.4 Примеры использования

#### 9.4.1 Повторяемость (сходимость)

Дан пек с реальной плотностью в интервале от 1,28 г/см<sup>3</sup> до 1,32 г/см<sup>3</sup>, если две пробы пека для анализа измеряются одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории, то измерения будут приемлемы, если отличаются меньше чем на 0,003 г/см<sup>3</sup>.

#### 9.4.2 Воспроизводимость

Дан кокс с реальной плотностью в интервале от 2,06 г/см<sup>3</sup> до 2,09 г/см<sup>3</sup>, если две пробы кокса для анализа измеряются разными операторами в разных лабораториях, то измерения будут приемлемы, если отличаются меньше чем на 0,014 г/см<sup>3</sup>.

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- а) ссылку на данный стандарт;
- б) детали, необходимые для полной идентификации пробы анализируемого материала;
- в) тип пикнометра и его изготовитель;
- г) плотность пробы, в граммах на кубический сантиметр (г/см<sup>3</sup>), округленная до 0,001 г/см<sup>3</sup>;
- д) все согласованные отклонения от данного стандарта;
- е) дату выполнения испытания.



**Приложение ДА**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
национальным стандартам Российской Федерации**

Таблица ДА.1

| Обозначение<br>Ссылочного<br>международного<br>стандарта                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Степень<br>соответствия | Обозначение и наименование соответствующего<br>национального стандарта                                                                                          |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ИСО 8007-1:1999                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | MOD                     | ГОСТ Р 54252–2010 (ISO 8007-1:1999)<br>«Материалы углеродные, используемые в<br>производстве алюминия. Отбор проб. Общие<br>требования. Часть 1. Блоки подовые» |
| ИСО 3310-1:2000                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | IDT                     | ГОСТ ИСО 3310-1–2002 «Сита контрольные.<br>Часть 1. Сита контрольные из металлической<br>проволочной ткани. Технические требования и<br>испытания»              |
| ИСО 6257:2002                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | —                       | *                                                                                                                                                               |
| ИСО 6375:1980                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | —                       | *                                                                                                                                                               |
| <p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p><b>П р и м е ч а н и е</b> — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- IDT — идентичные стандарты;</li> <li>- MOD — модифицированные стандарты.</li> </ul> |                         |                                                                                                                                                                 |

## Библиография

ASTM E 691:1999

Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method  
(ASTM E 691:1999 Стандартная практика проведения межлабораторных испытаний определения  
прецизионности метода испытаний)

УДК 621.3.035:006.354

ОКС 71.100.10

ОКП 19 1000

Ключевые слова: материалы углеродные, производство алюминия, твердые материалы, действительная плотность, метод газовой пикнометрии, объемный анализ, гелий

Подписано в печать 05.11.2014. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 4623.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru)

[info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

