

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
ИСО 15379-1—  
2015

---

**МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ  
ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ.  
МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КАТОДНЫХ БЛОКОВ**

Часть 1

**Определение показателя относительного удлинения  
в результате проникновения натрия с приложением  
давления**

(ISO 15379-1:2004, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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 8 июня 2015 г. № 578-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 15379-1:2004 «Материалы углеродные для производства алюминия. Материалы для катодных блоков. Часть 1. Определение показателя относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления» (ISO 15379-1:2004 «Carbonaceous materials for the production of aluminium — Cathode block materials — Part 1: Determination of the expansion due to sodium penetration with application of pressure», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ИСО/ТС 47 «Химия», подкомитетом SC 7 «Оксид алюминия, криолит, фторид алюминия, фторид натрия, углеродные материалы для производства алюминия».

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 ежемесячного 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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© ISO, 2004 — Все права сохраняются  
© Стандартиформ, оформление, 2015, 2019

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

## Содержание

|  |   |
|--|---|
| 1 Область применения . . . . .   | 1 |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .   | 1 |
| 3 Сущность метода . . . . .  | 1 |
| 4 Аппаратура . . . . .   | 1 |
| 5 Реактивы . . . . .   | 3 |
| 6 Отбор образцов . . . . .   | 3 |
| 7 Проведение анализа . . . . .   | 3 |
| 8 Результаты . . . . .   | 4 |
| 9 Протокол испытаний . . . . .   | 4 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов<br>национальным стандартам . . . . . | 5 |

**МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ.  
МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КАТОДНЫХ БЛОКОВ****Часть 1****Определение показателя относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления**

Carbonaceous materials for the production of aluminium. Cathode block materials. Part 1. Determination of the expansion due to sodium penetration with application of pressure

Дата введения — 2016—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на материалы для катодных блоков, используемых при производстве алюминия, и устанавливает метод определения относительного удлинения в результате проникновения натрия с приложением давления. Значение удлинения зависит от направления отбора образцов вследствие анизотропии свойств катодных блоков.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов измерений и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

ISO 8007-1, Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Sampling plans and sampling from individual units — Part 1: Cathode blocks (Материалы углеродные для производства алюминия. Отбор проб. Общие требования. Часть 1. Блоки катодные)

ASTM E 220, Standard Test Method for Calibration of Thermocouples by Comparison Techniques (Стандартный метод испытания для калибровки термопар методом сравнения)

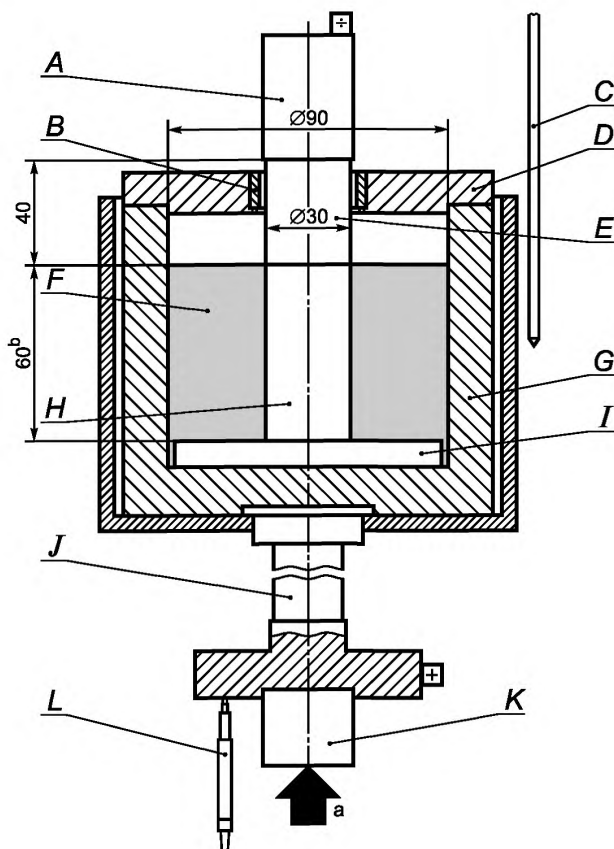
**3 Сущность метода**

Образец помещают в лабораторную электролизную ячейку с криолитом с исходным криолитовым отношением 4,0 и с катодным углеродным образцом, помещенным в тигель, как показано на рисунке 1. Образец находится между неподвижным упором и силовым гидроцилиндром, обеспечивающим давление 5 МПа. Печь нагревают до  $(980 \pm 5)$  °С и проводят электролиз в течение 2 ч при плотности тока 0,7 А/см<sup>2</sup>. Удлинение измеряют экстензометром (измерителем перемещения), который устанавливают относительно базы держателя тигля.

**4 Аппаратура**

Схема установки для измерения удлинения образцов в результате проникновения натрия с приложением давления показана на рисунке 1. Установка включает следующее оборудование:

4.1 Печь, поддерживающая температуру 980 °С, с перепадом температур над расплавом менее 10 °С.



<sup>a</sup> Давление.

<sup>b</sup> Длина исходного образца  $l_0$ .

A — упор из жаростойкой стали; B — изоляционное кольцо; C — термопара (тип K или S); D — графитовая крышка; E — графитовый цилиндр; F — расплав криолита; G — графитовый тигель; H — образец; I — корундовый диск; J — опора из жаростойкой стали для тигля; K — силовой гидроцилиндр; L — экстензометр

Рисунок 1 — Установка для измерения удлинения образца в результате проникновения натрия с приложением давления

4.2 Устройство управления режимом печи, обеспечивающее поддержание температуры печи  $(980 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

4.3 Устройство для измерения температуры, включающее термопару, предпочтительно типа K или S, обеспечивающую измерение температуры с точностью  $\pm 5 ^\circ\text{C}$  при  $980 ^\circ\text{C}$ . Термопара калибруется в соответствии с ASTM E 220.

4.4 Графитовый тигель внутренним диаметром 90 мм, высотой 90 мм. В электролизной ячейке тигель является анодом.

4.5 Графитовая крышка с отверстием в центре, позволяющим графитовому цилиндру перемещаться.

4.6 Изоляционное кольцо из керамического материала, выдерживающего окружающую температуру и наличие фтора в окружающей среде, служит электрической изоляцией между крышкой и графитовым цилиндром. Кольцо размещают в отверстии графитовой крышки. Диаметр кольца должен обеспечивать свободное перемещение графитового цилиндра в вертикальном направлении.

4.7 Держатель тигля из жаропрочной стали, по которому подводится анодный ток от источника питания к тиглю.

4.8 Упор из жаростойкой стали. Упор выступает в качестве фиксированной точки для измерений удлинения. Также он служит проводником катодного тока от источника питания к образцу. Материал упора должен иметь минимальную деформацию при давлении 5 МПа.

Примечание — Рекомендуется для упора использовать стали марок Sanicro 31HT<sup>1)</sup>, X10NiCrAlTi32.20. Если используют стали других марок, следует убедиться, что при использовании в данных условиях они не деформируются.

4.9 Корундовый диск расположен на дне тигля для электрической изоляции между тиглем и образцом. Для установки образца в центре тигля на диске рекомендуется центровочный паз.

4.10 Графитовый цилиндр следующих размеров: диаметр —  $(30,0 \pm 0,1)$  мм, длина —  $(40 \pm 1)$  мм.

4.11 Силовой гидроцилиндр, обеспечивающий постоянное давление  $(5 \pm 0,1)$  МПа в течение всего анализа.

4.12 Экстензометр (измеритель перемещения) фиксирует удлинение в результате проникновения натрия. Диапазон измерения — 10 мм, точность измерения — 1 мкм по всему диапазону. Работает в комплекте с компьютером или регистратором данных.

4.13 Источник питания постоянного тока, обеспечивающий ток 39,6 А, плотность тока на катоде  $0,7 \text{ A/cm}^2$ .

## 5 Реактивы

5.1 Аргон сварочного уровня качества.

5.2 Криолит ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ), природный, с содержанием основного компонента 99,7 % масс. или синтетический, с содержанием основного компонента более 97 % масс.

5.3 Фтористый натрий ( $\text{NaF}$ ), чистый, с содержанием основного компонента более 99 % масс.

5.4 Фтористый кальций ( $\text{CaF}_2$ ), осажденный чистый, с содержанием основного компонента более 97 % масс.

5.5 Глинозем ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), особой чистоты, с содержанием основного компонента более 98 % масс.

5.6 Скорректированный криолит для электролизной ванны с криолитовым отношением 4,0 и состоящий из следующих компонентов:  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  — 71,5 %,  $\text{NaF}$  — 14,5 %,  $\text{CaF}_2$  — 5,0 %,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  — 9,0 %. Электролит дробят до размера частиц менее 2 мм, используя щековую дробилку. Масса криолита — 765 г.

## 6 Отбор образцов

Отбирают материал катодных блоков в соответствии с ISO 8007-1. Изготавливают образцы следующих размеров: диаметр —  $(30,0 \pm 0,1)$  мм; длина —  $(60,0 \pm 0,1)$  мм.

## 7 Проведение анализа

Собирают держатель тигля (4.7), тигель (4.4) и образец (см. рисунок 1).

Упор (4.8) выступает в качестве фиксированной точки при измерении удлинения. Помещают корундовый диск (4.9) на дно тигля (4.4).

Измеряют длину образца  $l_0$  при комнатной температуре с точностью до 0,1 мм. Устанавливают образец на корундовый диск в центре диска. Устанавливают графитовый цилиндр (4.10) на верхней части образца.

Готовят компоненты скорректированного криолита в соответствии с 5.6 и помещают их в графитовый тигель (4.4). Устанавливают графитовую крышку (4.5) с изоляционным кольцом (4.6).

Поднимают тигель силовым гидроцилиндром (4.11), пока графитовый цилиндр не коснется упора (4.8) внутри печи (4.1). Устанавливают давление 5 МПа. Устанавливают термопару вблизи тигля на уровне середины высоты расплава. Устанавливают экстензометр (4.12) относительно базы держателя тигля (см. рисунок 1).

Нагревают печь до  $(980 \pm 5)$  °С, продувая аргоном (5.1). Измеряют участок изменения длины образца и установки. Устанавливают начало теплового расширения пробы и установки. Положение опоры для тигля принимают за нулевой уровень для последующих измерений изменения длины  $\Delta l_{\text{meas}}(t)$ .

<sup>1)</sup> Sanicro 31HT — пример подходящей марки стали, выпускаемой серийно. Эта информация дается для удобства пользователей настоящего стандарта и не предполагает одобрения этого продукта со стороны ИСО.

Подсоединяют источник питания (4.13) к держателю тигля и упору. Проводят электролиз системы в течение 2 ч при постоянном токе 39,6 А. Обеспечивают регистрацию изменения длины  $\Delta l_{\text{meas}}(t)$  через минутные промежутки времени с использованием компьютера или регистратора данных. После прекращения электролиза ослабляют давление, но тигель держат внутри печи. Вынимают образец из ванны. Оставляют печь охладиться до комнатной температуры.

## 8 Результаты

### 8.1 Обработка результатов

Вычисляют относительное удлинение образца по формуле

$$\Delta L(t) = \frac{\Delta l_{\text{meas}}(t)}{l_0} 100, \quad (1)$$

где  $\Delta L(t)$  — относительное удлинение за время  $t$ , %;  
 $\Delta l_{\text{meas}}(t)$  — измеренное изменение длины за время  $t$ , мм;  
 $l_0$  — длина исходного образца, мм.

Вычерчивают график относительного расширения  $\Delta L(t)$  в зависимости от времени. Округляют результаты до второго десятичного знака.

### 8.2 Прецизионность

Прецизионность вычисляют в соответствии с ИСО 5725-2.

Повторяемость вычисляют по формуле

$$r = 0,20\Delta L_{\text{max}} + 0,02, \quad (2)$$

где  $\Delta L_{\text{max}}$  — максимальное относительное удлинение;  
 0,02 — в абсолютных %.

*Пример — Материал А имеет максимальное относительное удлинение, равное 0,56 %. Повторяемость равна*

$$0,20 \cdot 0,56 + 0,02 = 0,13, \text{ в абсолютных \%}.$$

Воспроизводимость вычисляют по формуле

$$R = 0,24\Delta L_{\text{max}} + 0,03, \quad (3)$$

где параметры такие же, что и для формулы (2).

Число степеней свободы, т. е. число лабораторий (например, 4), согласованное по времени с числом образцов (например, 3), равно 12.

## 9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- все реквизиты, необходимые для идентификации образца;
- направление образца относительно направления экструзии или вибрации;
- результаты испытания, включая максимальное удлинение в результате проникновения натрия

$\Delta L_{\text{max}}$  в процентах и график относительного удлинения в результате проникновения натрия  $\Delta L(t)$  в процентах в зависимости от времени  $t$ ;

- дату проведения испытания;
- любые особенности, отмеченные в ходе испытания;
- подробности любых действий, не включенных в настоящий стандарт или считающихся необязательными.

**Приложение ДА**  
**(справочное)**

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

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта  | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта  |
|--|----------------------|--|
| ISO 5725-2:1994  | IDT                  | ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений»  |
| ISO 8007-1:1999  | MOD                  | ГОСТ Р 54252—2010 (ИСО 8007-1:1999) «Материалы углеродные, используемые в производстве алюминия. Отбор проб. Общие требования. Часть 1. Блоки подовые» |
| ASTM E 220   | —                    | *  |
| <p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.</p> <p>П р и м е ч а н и е — 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> |                      |  |



Ключевые слова: углеродные материалы, производство алюминия, катодные блоки, удлинение образцов в результате проникновения натрия с приложением давления

---

Редактор *Н.Е. Рагузина*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.В. Бучная*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.04.2019. Подписано в печать 29.05.2019. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.  
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)