

ICS 71.100.10

CCS Q 52

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.8—202X

代替YS/T 63.8—2006

## 铝用炭素材料检测方法

### 第8部分：真密度的测定 比重瓶法

Carbonaceous materials used for the production of aluminium —

Part 8: Determination of truth density —

Pyknometric method

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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8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 氦比重计法；
- 第10部分：空气渗透率的测定；
- 第11部分：空气反应性的测定 质量损失法；
- 第12部分：预焙阳极 CO<sub>2</sub> 反应性的测定 质量损失法；
- 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：微量元素的测定 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23部分：预焙阳极空气反应性的测定 热重法；
- 第24部分：预焙阳极 CO<sub>2</sub> 反应性的测定 热重法；
- 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。

本文件代替 YS/T 63.8-2006《铝用炭素材料检测方法 第8部分：二甲苯中密度的测定 比重瓶法》，与 YS/T 63.8-2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了取样要求和样品制备要求（见第4章，2006年版的第6章和7.2）；
- b) 更改了脱气装置的说明（见5.3.2，2006年版的5.2）；
- c) 删除了磨样机器、颚式破碎机（见2006年版的5.5、5.6）；
- d) 更改了二甲苯法的精密度要求（见5.6，2006年版的第9章）；
- e) 增加了水煮法测定真密度的原理、测定方法和计算（见第6章）。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、洛阳万基炭素有限公司、昆明冶

金研究院有限公司、中铝山西新材料有限公司、三晋碳素股份有限公司、北京中仪励朗科技有限公司、北京英斯派克科技有限公司、甘肃东兴铝业公司。

本文件主要起草人：寇帆、张树朝、夏百元、仓向辉、宋政鉴、李新华、邓涛子、赵晖、金自钦、辛丽霞、陈晓军、陈红娟、李红宇、朱君罡、杨建伟。

本文件历次版本发布情况：

- 2006年首次发布为YS/T 63.8-2006《铝用炭素材料检测方法 第8部分：三甲苯中密度的测定 比重瓶法》；
- 本次为第一次修订。

## 引言

铝用炭素材料是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，铝用炭素材料检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证铝用炭素材料质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于铝用炭素材料生产、贸易结算、分析比对、电解铝等领域，为我国铝用炭素材料工业高质量发展提供技术支撑。

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。

YS/T 63.8 规定了比重瓶法测定铝用炭素材料真密度的检测方法。本次修订增加了比重瓶水煮法。

# 铝用炭素材料检测方法

## 第 8 部分：真密度的测定 比重瓶法

### 1 范围

本文件规定了比重瓶法测定铝用炭素材料的真密度。

本文件适用于测定铝用炭素材料的真密度，其他固体材料真密度的测定可参照执行。

### 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 26297.2 铝用炭素材料取样方法 第 2 部分：侧部炭块

GB/T 26297.3 铝用炭素材料取样方法 第 3 部分：预焙阳极

GB/T 26297.4 铝用炭素材料取样方法 第 4 部分：阴极糊

YS/T 63.1 铝用炭素材料检测方法 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

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 样品

底部炭块、侧部炭块和预焙阳极分别按照 GB/T 26297.1、GB/T 26297.2 和 GB/T 26297.3 取样。

阴极糊按照 GB/T 26297.4 取样，再按照 YS/T 63.1 焙烧后取得样品。

将 15g 样品用研钵研磨（研钵需用硬质材料如玛瑙、碳化钨、碳化硅），直至全部通过 0.15mm 的筛子，将研好的样品放入烘箱中在  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  烘干 2h，贮存在干燥器中备用。

### 5 二甲苯法

#### 5.1 原理

试样经真空脱气处理后，使用比重瓶测定铝用炭素材料在二甲苯中的密度。

#### 5.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1 乙醇。

5.2.2 丙酮。

## 5.2.3 硫酸。

## 5.2.4 二甲苯。

警告：二甲苯可烧伤皮肤，而且还可能通过皮肤吸收。应当在通风橱内进行操作，以避免吸入挥发物。

## 5.3 仪器设备

## 5.3.1 比重瓶：容积 25mL。

## 5.3.2 脱气装置（见图 1），包含下列部件：

——盛比重瓶的容器（1）：由一个玻璃烧杯（2）、可移动的盖（3）、O 型环（4）组成，可盛下不带塞子的比重瓶。出口和真空泵（图中未标出）相连。

——注入装置（6）：通过磨口玻璃连接（7）。一根管子（8）伸至比重瓶内部。带有磨口塞（10）的贮液器（9），可容纳通过特氟龙阀（11）流进比重瓶的二甲苯。

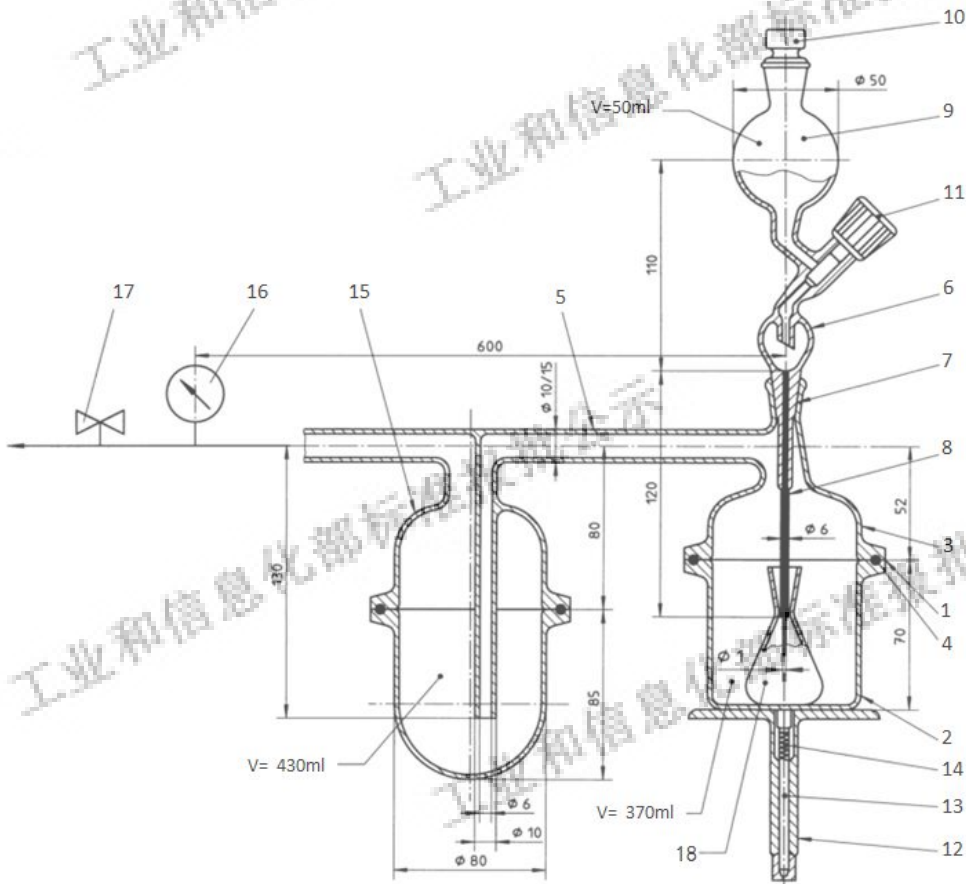
——支撑台（12）：当没有连接脱气装置脱气时，支撑整个玻璃烧杯（2）。

——玻璃烧杯（2）：放在一个带有弹簧（14）的导杆（13）上面，在脱气的过程中通过它的摇动来加速气泡的排出。

——循环泵和脱气装置：其出口通过一个油缓冲器（15）相连。在循环泵和油缓冲器的真空系统上连接有一个压力表（16）。真空装置需要调整使压力表显示为  $1.3\text{KPa} \pm 0.3\text{KPa}$ ，阀（17）是使空气能返回脱气装置。

5.3.3 烘箱：温度可以保持  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。5.3.4 恒温水浴锅：温度可以保持  $25.0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

单位为毫米



标引序号说明：

1——容器； 2——玻璃烧杯； 3——盖子； 4——O 型环； 5——出口；

- 6——注入装置； 7——磨口连接； 8——管子； 9——贮液器； 10——磨口塞；  
 11——特弗龙阀； 12——支撑台； 13——导杆； 14——弹簧； 15——油缓冲器；  
 16——压力表； 17——阀； 18——比重瓶。

图1 脱气装置示意图

## 5.4 试验步骤

### 5.4.1 通则

称量均精确至 0.1mg。称量充有液体的比重瓶之前，使其在恒温水浴锅(5.3.4)中稳定在  $25.0^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.4.2 比重瓶的校准

#### 5.4.2.1 测定比重瓶的质量

采取必要的防护措施，用温热的浓硫酸溶液（5.2.3）洗涤比重瓶（5.3.1），再按以下顺序仔细漂洗干净：先用自来水，然后用蒸馏水，再用乙醇（5.2.1），最后用丙酮（5.2.2）漂洗。称量完全干燥的比重瓶的质量  $m_0$ ，精确至 0.1mg。

#### 5.4.2.2 比重瓶容积的测定

5.4.2.2.1 将比重瓶（5.4.2.1）注满蒸馏水，用磨口玻璃塞塞紧，并将溢出的水用滤纸擦净，在  $23^{\circ}\text{C}\sim 24^{\circ}\text{C}$  下脱气。

5.4.2.2.2 将充满水的比重瓶（5.4.2.2.1）放入恒温水浴锅中加热至  $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。在加热过程中，小心地将溢出毛细管的液体用滤纸擦掉，当不再有液体溢出时，说明比重瓶已达到水浴的温度。取出比重瓶仔细擦干。待比重瓶的外壁完全干燥后，称量比重瓶质量  $m_1$ ，精确至 0.1mg。

5.4.2.2.3 按公式（1）计算比重瓶的容积  $V$ ：

$$V = \frac{m_1 - m_0}{0.99705} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——比重瓶的容积，单位为立方厘米（ $\text{cm}^3$ ）；

$m_0$ ——空比重瓶的重量，单位为克（g）；

$m_1$ ——已经脱气的比重瓶和蒸馏水的总重量，单位为克（g）；

0.99705——环境温度为  $25^{\circ}\text{C}$  时水的密度，单位为克每立方厘米（ $\text{g}/\text{cm}^3$ ）。

5.4.2.2.4 重复测定 10 次，取其算术平均值。单个测量值与平均值之差应不大于  $\pm 0.0015 \text{ cm}^3$ 。计算结果表示到小数点后三位。

注：比重瓶的容积每周测定一次以消除外界因素的影响。

#### 5.4.2.3 校准周期和温度

每三个月重复校准比重瓶一次，质量  $m_0$  应恒定在  $\pm 1 \text{ mg}$ 。比重瓶在  $25^{\circ}\text{C}$  下进行校准。

### 5.4.3 二甲苯密度的测定

将充满二甲苯的比重瓶（5.4.2.2.1）放入恒温水浴锅中加热至  $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。在加热过程中，小心地将溢出毛细管的液体用滤纸擦掉，当不再有液体溢出时，说明比重瓶已达到水浴的温度。取出比重瓶仔细擦干。待比重瓶的外壁完全干燥后，称量比重瓶质量  $m_2$ ，精确至 0.1mg。按公式（2）计算二甲苯的密度  $\rho_x$ ：

$$\rho_x = \frac{m_2 - m_0}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho_x$ ——二甲苯的密度，单位为克每立方厘米（g/cm<sup>3</sup>）；

$m_2$ ——已经脱气的比重瓶和二甲苯的总重量，单位为克（g）。

#### 5.4.4 试样密度的测定

##### 5.4.4.1 试料

称取 5.0g±0.1g 样品（4），记为  $m_3$ ，精确至 0.1mg，置于清洁、干燥的比重瓶中。

##### 5.4.4.2 测定

注：如果室温超过 30℃，则停止以下测定。

5.4.4.2.1 将带有试料（5.4.4.1）的比重瓶（不带塞子）放入脱气装置的玻璃烧杯中。抽真空使剩余压力为 1.3KPa±0.3KPa。

5.4.4.2.2 逐滴向比重瓶中加入二甲苯，直至淹没试料至少 20mm，则停止加入，继续抽真空，间断摇动比重瓶和支架，直至不再排出气泡。

5.4.4.2.3 缓慢使空气进入脱气装置，取出比重瓶，填充二甲苯直至稍低于基线。

5.4.4.2.4 静置至少 30min，完全注满二甲苯，插入瓶塞。擦干溢出的液体。

5.4.4.2.5 按照 5.4.3 的操作，称量装有试样和二甲苯的比重瓶的质量  $m_4$ ，精确至 0.1mg。

#### 5.5 试验数据处理

按公式（3）和公式（4）计算试样在二甲苯中的密度  $\rho_d$ ，单位为克每立方厘米（g/cm<sup>3</sup>）：

$$V_x = \frac{m_4 - (m_0 + m_3)}{\rho_x} \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_d = \frac{m_3}{V - V_x} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_3$ ——试样的重量，单位为克（g）；

$m_4$ ——装有试样和二甲苯的比重瓶的重量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

#### 5.6 精密度

##### 5.6.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.005g/cm<sup>3</sup>，大于 0.005g/cm<sup>3</sup> 的情况不超过 5%。

##### 5.6.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.01g/cm<sup>3</sup>，大于 0.01g/cm<sup>3</sup> 的情况不超过 5%。

## 6 水煮法



## 6.1 原理

试样置于蒸馏水中煮沸排气后，在一定温度下用比重瓶测定样品的密度。

## 6.2 试剂

6.2.1 乙醇：95%（体积百分数）。

6.2.2 丙酮，化学纯。

6.2.3 重铬酸钾洗液：将100g重铬酸钾粉末加入300mL蒸馏水中，使之自然溶解或水浴溶解，然后慢慢加入100mL浓硫酸，边加边搅拌，见发热过剧则稍停，冷却后再继续加。

## 6.3 仪器设备

6.3.1 比重瓶：25mL（或50mL），瓶颈内径3.5mm~4.5mm。

6.3.3 恒温水浴：温度控制在 $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.4 电子天平：感量0.1mg。

6.3.5 烘箱：温度控制在 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.6 干燥器：内装干燥剂。

## 6.4 试验步骤

### 6.4.1 试料

称取3.0g样品 $m_5$ ，精确至0.1mg。

### 6.4.2 平行试验

平行做两份试样，取其平均值。

### 6.4.3 测定

6.4.3.1 比重瓶的标定：与测定时一致的温度下进行。

将比重瓶浸泡在浓硫酸重铬酸钾饱和溶液中，浸泡2h取出，用水冲洗，再分别用乙醇、丙酮洗涤，置于烘箱(6.3.5)中干燥1h，取出，置于干燥器(6.3.6)中，冷却30min后称量，精确到0.1mg。

将无气泡蒸馏水加入到比重瓶中，将比重瓶和移液管同置于恒温水浴(6.3.3)中，水浴锅液面应稍高于比重瓶的刻度线。在恒定温度下恒温20min，在比重瓶不拿出水浴的情况下，用滤纸或滴瓶调整蒸馏水液面至刻线处，仔细擦干比重瓶的外部，迅速称其重量，精确至0.1mg。反复测定几次，至少有三次以上比重瓶水值称量误差不大于0.0020g，取其平均值，为比重瓶水值 $m_6$ （比重瓶水值每两个月标定一次）。

6.4.3.2 试样真密度的测定

将试料(6.4.1)置于清洁的已标定的比重瓶(6.3.1)中，注入无气泡的蒸馏水至瓶2/3处，在砂浴煮沸3min，取下比重瓶后，注入无气泡蒸馏水于刻线处，注入蒸馏水的滴瓶一同放入恒温水浴锅中，在与标定比重瓶水值一致的温度下保持30min，用滤纸或滴瓶调整蒸馏水液面至刻线处，(如用毛细管密度瓶，应立即盖好瓶塞)，取出后擦干瓶外部，迅速称其重量 $m_7$ ，精确至0.1mg。

## 6.5 试验数据处理

按公式(4)计算真密度 $\rho_d$ ，单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ )：

$$\rho_d = \frac{\rho_0 \cdot m_5}{m_5 + m_6 - m_7} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho_0$ ——标定比重瓶时水的密度，单位为克每立方厘米（ $\text{g}/\text{cm}^3$ ）；

$m_5$ ——试料的重量，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$m_6$ ——比重瓶的水值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$m_7$ ——装有试料和蒸馏水的比重瓶的总重量，单位为克（ $\text{g}$ ）。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

## 6.6 精密度

### 6.6.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立分析结果的绝对差值不大于  $0.01\text{g}/\text{cm}^3$ ，以大于  $0.01\text{g}/\text{cm}^3$  的情况不超过 5% 为前提。

### 6.6.2 重现性

在再现性条件下，不同的实验室之间分析结果的绝对差值不大于  $0.02\text{g}/\text{cm}^3$ ，以大于  $0.02\text{g}/\text{cm}^3$  的情况不超过 5% 为前提。

## 7 试验报告

检验报告应包括下列内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——所使用的方法；

——测量结果及其计量单位，结果表示到小数点后两位；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示