

ICS 71.100.10
Q 52



中华人民共和国国家标准

GB/T 26310.5—2010/ISO 10237:1997

GB/T 26310.5—2010/ISO 10237:1997

原铝生产用煅后石油焦检测方法 第5部分:残留氢含量的测定

Carbonaceous materials used in the production of
aluminium—Calcined coke—
Part 5: Determination of residual hydrogen content

(ISO 10237:1997, Carbonaceous materials for the production of aluminium—
Calcined coke—Determination of residual hydrogen content, IDT)

中华人民共和国
国家标准
原铝生产用煅后石油焦检测方法
第5部分:残留氢含量的测定
GB/T 26310.5—2010/ISO 10237:1997

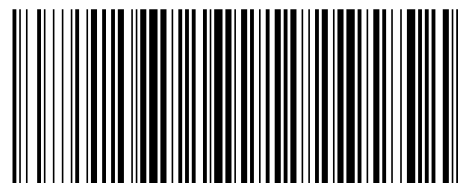
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-42910 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 26310.5—2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 26310《原铝生产用煅后石油焦检测方法》共有 5 部分：

- 第 1 部分：二甲苯中密度的测定 比重瓶法；
- 第 2 部分：微量元素含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：表观油含量的测定 加热法；
- 第 4 部分：油含量的测定 溶剂萃取法；
- 第 5 部分：残留氢含量的测定。

本部分为 GB/T 26310 的第 5 部分。

本部分等同采用 ISO 10237:1997《铝生产用煅后石油焦 残留氢含量的测定》。本部分等同采用 ISO 10237:1997 时，为了与我国标准体例一致，将其前言删除，并将精密度条款单独列章。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：索通发展有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：山东晨阳碳素股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司。

本部分主要起草人：钱康行、郎光辉、刘瑞、陈泓钧、于易如。

5.5.15 柔性密封管接头:由硅橡胶制成。

5.6 陶瓷燃烧舟:尺寸为160 mm×14 mm×20 mm。

6 取样和制样

6.1 取样

按 GB/T 26297.6 的规定取样。

6.2 制样

将试样研磨至其颗粒 ≤ 1 mm,置于加热箱(5.1)中,在 $220\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温2 h。将此试料置干燥器(5.3)中备用。每次分析通常使用10 g试料。氢浓度超过0.3%(质量分数)时使用5 g试料,并和相同量的人造石墨(4.5)混合稀释。若试料被油污染,可用二氯甲烷(CH_2Cl_2)去除。

7 测定步骤

7.1 通过流量计(5.5.3),将经过燃烧装置(5.5)的氧流量控制在 $8\text{ L/h}\pm 1\text{ L/h}$ 。随后加热气体净化炉(5.5.6)到 $425\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$,加热燃烧炉(5.5.12)到 $750\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 将吸收单元(5.5.14)连接到燃烧装置(5.5)20 min,再断开,关闭,降温到 $18\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$,再称量,精确至 $0.1\text{ mg}(m_1)$ 。

7.3 称取约10 g或5 g试料,精确至 $0.001\text{ g}(m_0)$,放到陶瓷燃烧舟(5.6)中。马上将陶瓷燃烧舟(5.6)放到燃烧炉(5.5.12)中的石英燃烧管(5.5.13)内。然后将石英燃烧管(5.5.13)连接到流量计(5.5.3)并检查氧流量依然为 $8\text{ L/h}\pm 1\text{ L/h}$ 。5 min后,将吸收单元(5.5.14)连接到石英燃烧管(5.5.13)。3.5 h后,断开和关闭吸收装置,允许降到 $18\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$ 再称量,精确至 $0.1\text{ mg}(m_2)$ 。

7.4 通过空白测定(不加试料)来检查仪器。空白试验应至少进行1 h,吸收单元的质量增加应 $\leq 1\text{ mg}$ 。

7.5 独立地进行两次测定,取其平均值。

8 测定结果的计算

按公式(1)计算氢含量(w_{H_2}),数值以质量分数表示:

$$w_{\text{H}_2} = \frac{(m_2 - m_1)f}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

m_1 ——测定前吸收单元的质量,单位为克(g);

m_2 ——测定后吸收单元的质量,单位为克(g);

f ——氢分子和水分子摩尔比(即2/18)。

检验结果为两次测定值的算术平均值,两次连续测量差值不大于0.01%。

9 精密度

9.1 重复性

重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值(即重复性限 r)不大于0.005%。

原铝生产用煅后石油焦检测方法 第5部分:残留氢含量的测定

1 范围

GB/T 26310 的本部分规定了用于测定原铝生产用煅后石油焦中的残留氢含量的方法。

本部分适用于测定原铝生产用煅后石油焦中的残留氢含量。测定范围:残留氢的质量分数 $\leq 1.0\%$ 。

注:在质量分数 $\leq 1.0\%$ 时,氢主要是芳香环,侧链较少。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 26297.6 铝用炭素材料取样方法 第6部分:煅后石油焦(GB/T 26297.6—2010, ISO 6375:1980, IDT)

3 方法原理

将已破碎和干燥的试料放在 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的氧气流中完全燃烧。产生的气体通过干燥剂氧化铜和铬酸铅。然后气体被干燥剂吸收产生了水,其中氢元素全部来自试料。测定干燥剂的增量来计算试料中残留氢含量。

4 溶剂

4.1 氧化铜(CuO):丝状。

4.2 铬酸铅(PbCrO_4):颗粒尺寸为 $1\text{ mm}\sim 3\text{ mm}$ 。

4.3 硫酸(H_2SO_4):浓度为 $94\%\sim 96\%$ (质量分数)。

4.4 高氯酸镁 $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$ 。

4.5 人造石墨:无氢,颗粒尺寸 $\leq 1\text{ mm}$,水含量 $\leq 0.001\%$ (质量分数)。

5 仪器及装置

5.1 加热箱:能保温在 $220\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 天平:感量为 0.1 mg 。

5.3 干燥器:带干燥剂。

5.4 金属丝筛:孔径 1 mm 。

5.5 燃烧装置:如图1所示,包括以下部件: