

ICS 71.100.10
Q 52



中华人民共和国国家标准

GB/T 26930.9—2014/ISO 9055:1988

GB/T 26930.9—2014/ISO 9055:1988

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第9部分:氧弹燃烧法测定硫含量

Carbonaceous materials used in the production of aluminium—
Pitch for electrodes—Part 9: Determination of sulfur content by the bomb method
(ISO 9055:1988, Carbonaceous materials for the production of aluminium—
Pitch for electrodes—Determination of sulfur content
by the bomb method, IDT)

中华人民共和国
国家标准
原铝生产用炭素材料 煤沥青
第9部分:氧弹燃烧法测定硫含量
GB/T 26930.9—2014/ISO 9055:1988

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 9千字
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-49565 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)68510107



GB/T 26930.9-2014

2014-07-24 发布

2015-04-01 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 26930《原铝生产用炭素材料 煤沥青》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：水分含量的测定 共沸蒸馏法；
- 第 2 部分：软化点的测定 环球法；
- 第 3 部分：密度的测定 比重瓶法；
- 第 4 部分：喹啉不溶物含量的测定；
- 第 5 部分：甲苯不溶物含量的测定；
- 第 6 部分：灰分的测定；
- 第 7 部分：软化点的测定 Mettler 法；
- 第 8 部分：结焦值的测定；
- 第 9 部分：氧弹燃烧法测定硫含量；
- 第 10 部分：仪器法测定硫含量；
- 第 11 部分：动态粘度的测定；
- 第 12 部分：挥发物含量的测定；
- 第 13 部分：喹啉不溶物中 C/H 原子比的测定。

本部分为 GB/T 26930 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 9055:1988《原铝生产用炭素材料 煤沥青 氧弹燃烧法测定硫含量》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 26297.5—2010 铝用炭素材料取样方法 第 5 部分：煤沥青(ISO 6257:2002,MOD)。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、济南万方炭素有限责任公司、郑州浩宇炭素材料有限公司、索通发展股份有限公司。

本部分主要起草人：黄华、张玲仙、张元克、张炜华、高守磊、王金合、席兆阳、于易如。

7.5 测定

在电炉或其他加热器上将混合洗液蒸发至 200 mL。调节加热使溶液保持微沸,然后以细流或逐滴的方式加入 10 mL 氯化钡溶液(4.3),在添加过程中搅拌溶液并在加完后继续搅拌 2 min。在烧杯上盖上一个带凹槽的表面皿,继续保持微沸直到溶液蒸发至体积接近 75 mL。

将烧杯从电炉(或其他加热器)中移开,并在过滤前冷却 1 h。

用无灰的定量滤纸对溶液进行过滤(见注 1)。

用水洗涤沉淀,开始时用移注方式洗,然后在过滤器上洗涤,直到洗液不含氯化物为止。将滤纸和沉淀转移至已称量精确至 0.1 mg 的坩埚内,在低温加热条件下干燥(见注 2)直至水分蒸发完。

在不着火的情况下完全使滤纸碳化,最后在明亮的火焰下加热至颜色发白。彻底燃烧后,将坩埚冷却至室温,称量精确到 0.1 mg。

注 1: 可用已称量过的陶瓷过滤坩埚来代替过滤纸,此时沉淀清洗至无氯化物,然后在 500 °C ± 25 °C 下干燥至恒重。

注 2: 一个满意的滤纸和沉淀干燥、碳化和燃烧的办法是:把装有沉淀和湿滤纸的坩埚放在凉的马弗炉中,送上电流,以合适的速度完成滤纸和沉淀干燥、碳化和燃烧。

7.6 空白

当使用新试剂、白油或其他低硫易燃物质时,都需进行空白试验。当对白油进行空白试验时,按照正常的步骤使用 0.3 g~0.4 g 白油进行。

8 测定结果的表述

8.1 计算方法

试样中硫的含量(w)以质量分数表示,按式(1)计算。

$$w = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1373}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 —— 试样的质量,单位为克(g);

m_1 —— 试样测定时的硫酸钡质量,单位为克(g);

m_2 —— 空白实验测得的硫酸钡质量,单位为克(g);

0.1373 —— 硫酸钡换算为硫的系数。

8.2 精密度

两个测定结果之间的差值不超过表 4 给出的值。

表 4

$w/\%$	重复性 $r/\%$	再现性 $R/\%$
0.10~0.50	0.04	0.05
>0.50~1.0	0.05	0.09
>1.0~1.5	0.08	0.15
>1.5~2.0	0.12	0.25
>2.0~5.0	0.18	0.27

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 9 部分:氧弹燃烧法测定硫含量

1 范围

GB/T 26930 的本部分规定了原铝生产用煤沥青中硫含量的测定方法。

本部分适用于煤沥青中硫含量的测定。测定范围:≥0.1%。

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。

ISO 6257 铝用炭素材料取样方法 煤沥青(Carbonaceous materials used in the production of aluminium—Pitch for electrodes—Sampling)

3 方法原理

试样在含有加压氧气的钢弹中燃烧,清洗氧弹,收集各种硫的氧化物,转换成硫酸钡,采用重量法进行测定。

4 试剂

分析过程中,只能使用分析纯的试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 盐酸:密度约 1.19 g/mL,浓度约为 37%(质量分数)的溶液。

4.2 饱和溴水。

4.3 氯化钡溶液:85 g/L。溶解 100 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于水中,稀释到 1 000 mL。

4.4 碳酸钠溶液:50 g/L。将 135 g 十水合碳酸钠($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)或等效质量的碳酸钠溶于水中,稀释到 1 000 mL。

4.5 氧气:不含极易燃烧的物质和硫化物,可在 4.053 MPa 压力下使用。

4.6 白油:液态石蜡 B.P.或等效的其他物质。

5 仪器设备

5.1 氧弹:容积不少于 300 mL,在测定过程中保证不泄漏,能保证在罐中可以定量地转移溶液。

氧弹的内表面由不锈钢或其他任何不受燃烧过程或产物影响的材料制作。用于和氧弹组装的材料,如头部的垫圈和铅封,应能耐热和化学反应,若不能经受住这些反应,将会影响到氧弹中液体里的硫含量。

5.2 铂金样品杯:底部外径 24 mm,顶部外径 27 mm,高 12 mm,重 10 g~11 g。

5.3 铂金加热丝:直径约 0.4 mm。

5.4 点火电路:能提供足够的电流,在不融化加热丝的情况下,点燃棉质灯芯或尼龙线。