



中华人民共和国国家标准

GB/T 26930.10—2014/ISO 10238:1999

GB/T 26930.10—2014/ISO 10238:1999

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 10 部分:仪器法测定硫含量

Carbonaceous materials used in the production of aluminium—
Pitch for electrodes—Part 10: Determination of sulfur content
by an instrumental method

(ISO 10238:1999, Carbonaceous materials used in the production of
aluminium—Pitch for electrodes—Determination of sulfur content
by an instrumental 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 10 部分:仪器法测定硫含量

GB/T 26930.10—2014/ISO 10238:1999

*

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 10 千字
2014 年 8 月第一版 2014 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49566 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 26930.10-2014

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 10 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 10238:1999《原铝生产用炭素材料 煤沥青 仪器法测定硫含量》。

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、济南万方炭素有限责任公司、郑州浩宇炭素材料有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、索通发展股份有限公司。

本部分主要起草人：张树朝、张爱芬、李波、李建平、高守磊、侯振华、席兆阳、闫桂林、刘春龙。

间不超过 10 min。

从熔化好的试样中取试料。

8 测定步骤

将炉子(5.1.1)升温至 1 350 °C,往燃烧管(5.1.2)中通氧气(4.7)。称量约 0.5 g 试样(7.2),精确至 0.1 mg,将试样均匀地铺在燃烧舟(5.1.3)中,在试样上覆盖 0.5 g 氧化铝(4.6)。量取 100 mL 过氧化氢溶液(4.3),精确至 1 mL,放入吸收容器(5.1.11)中,装配好仪器。通过真空泵(5.1.13)和稳压装置(5.1.12)中的液封深度来调节气流速度,获得对燃烧管中氧气的轻微抽吸力,至流量计(5.1.6)显示氧气入口的流量为 300 mL/min。

移走带推杆的橡胶塞,将装载样品的燃烧舟推到燃烧管中离温度最高的区域 240 mm 的位置。完全退出推杆,装上橡胶塞,继续通流量为 300 mL/min 的氧气。在接下来的 12 min,每隔 1 min,将燃烧舟向前推进 20 mm,为防止推杆变形,每次推完结束就退出推杆。最后让燃烧舟在最高温度区域再停留 4 min。另一种方法是,按照设定的计划,用机械连续地将燃烧舟推进。断开吸收容器,移走石英适配管,用钩子(5.1.5)将燃烧舟转移到耐热垫上。

注 1: 如果样品燃烧过快,洗瓶中气体吸收不完全,则燃烧舟应在 24 min 的每个 1 min 后向前推进 10 mm。

洗涤石英适配管,收集洗液到 250 mL 烧瓶中。将吸收装置的溶液倒入烧瓶中,洗涤该装置,收集洗液也放入该烧瓶中。

注 2: 液体的总量应不超过 150 mL。

滴入 2 滴~3 滴绿光指示剂(4.4),用硼酸钠溶液(4.1)滴定至溶液成灰色。加入 10 mL 氧氧化汞(Ⅱ)溶液(4.5)(对沥青中氯含量高至 0.5%都是足量的)。然后用硫酸溶液(4.2)滴定至溶液呈灰色。

注 3: 强烈建议用白色作为滴定背景。

9 空白试验

不加样品,在相同的条件下进行空白测定。

10 测定结果的计算

硫含量(w_s)以质量分数表示,按照式(1)计算:

$$w_s = \frac{0.0401}{m} [V_1 - V_2 - (V_3 - V_4)] \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——测试消耗的硼酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白测试时消耗的硼酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——测试中消耗的硫酸溶液体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白测试时消耗的硫酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.0401——硫与硼酸钠溶液的换算系数。

结果以质量分数表示,保留 2 位有效数字。

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 10 部分:仪器法测定硫含量

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%~4.0%。

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 565 试验筛 金属丝编织网、金属穿孔圆板或电成型薄板 筛孔公称尺寸(Test sieves—Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet—Nominal sizes of openings)

ISO 3696 分析实验室用水 分级和检测方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

ISO 4793 实验室用烧结过滤器 孔型等级、分类和设计[Laboratory sintered (fritted) filters—Porosity grading, classification and designation]

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

已知质量的试样在 1 350 °C 的氧气气氛下燃烧,硫的氧化物和氯化物一起被中性的过氧化氢溶液吸收,用容量法测定。需要考虑试样中的氯含量引起的误差,加入氧化铝以防止硫在灰分中的残留。

4 试剂

除非另有说明,否则均使用分析纯试剂及符合 ISO 3696 规定的 3 级水。

4.1 硼酸钠溶液: $c(1/2Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) = 0.025 \text{ mol/L}$ 。

4.2 硫酸溶液: $c(1/2H_2SO_4) = 0.025 \text{ mol/L}$ 。

4.3 过氧化氢溶液:3%的过氧化氢和 97%的水(体积分数),以绿光做指示剂,用硼酸钠溶液调至中性。

4.4 绿光指示剂:由等体积的 a) 和 b) 两种溶液组成,使用前再将两种溶液混合,a) 和 b) 溶液按如下方案配制。

a) 0.125 g 甲基红溶于 100 mL 95%(体积分数)的乙醇溶液中;

b) 0.083 g 甲基蓝溶于 100 mL 95%(体积分数)的乙醇溶液中。

贮存在深色的玻璃瓶中。

4.5 氧氧化汞(Ⅱ)溶液:约 100 mL 饱和氧氧化汞(Ⅱ)[$3Hg(CN)_2 \cdot HgO$]水溶液。

搅拌均匀,过滤,然后以绿光做指示剂,用硫酸溶液(4.2)将滤液调至中性。溶液贮存在深色玻璃瓶中,保留时间不超过 4 天。