

中华人民共和国国家标准

GB /T 26930.6—201X/ISO 8006 : 1985

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第6部分：灰分的测定

Carbonaceous materials used in the production of aluminium —
Coal pitch —Part 6: Determination of ash

(ISO 8006 : 1985, IDT)

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××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/T26930《原铝生产用炭素材料 煤沥青》共有 13 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。

本部分为第 6 部分。

本部分按照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 8006：1985《铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 灰分的测定》。本部分等同采用 ISO 8006：1985 时，删除了其前言。

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/T26297.5 铝用炭素材料取样方法 第 5 部分：煤沥青（ISO 6257：2002, MOD）；

——GB/T26930.1 原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 1 部分：水分含量的测定 共沸蒸馏法（ISO 5939：1980, IDT）。

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（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分参加起草单位：XXX XXX XXX。

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

原铝生产用炭素材料 煤沥青

第 6 部分：灰分的测定

1 范围

本部分规定了原铝生产用煤沥青中灰分的测定方法。

本部分适用于原铝生产用煤沥青灰分的测定，测定范围 $\geq 0.05\%$ 。

如果需要用干基样品来表述结果，减去用 ISO 5939 共沸蒸馏法测定的水分，将测定的灰分结果换算过去就得到干基的结果。

注：试验得到的灰分可以用于元素含量的测定。

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，仅所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。

ISO5725 实验方法精密度 — 通过实验室间实验确定重复性和再现。

ISO5939 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 水含量的测定 — 共沸蒸馏法。

ISO6257 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 取样。

3 方法原理

在氧化气氛及特定条件下，将装有试样的铂金坩埚放置在 700°C 的炉子内灼烧至恒重。

4 仪器设备

一般实验室设备及：

4.1 铂金坩埚：低沿型，容积约为 50mL。

4.2 电炉：温度可以控制在 $700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，并能提供空气循环。

4.3 电烘箱：温度可以控制在 $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

5 取样

按照 ISO 6257 进行取样。

6 测定步骤

6.1 试料

将坩埚（4.1）放入 $700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的炉子（4.2）中灼烧 1h，取出在空气中放置冷却至 $100^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ，然后放入装有五氧化二磷干燥剂的干燥器中冷却至室温，取出，称量，精确至 0.0002g (m_1)。

称取约 5g 的试样 (m_0) 到坩埚中，精确至 0.0002g 。

6.2 测定

将装有试料（6.1）的坩埚放入设定温度 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的电炉（4.2）中。按照下列的规定进行升温。

每次升温过程应不少于 30min，但如果预先没有判断，有可能的话最好把升温过程定为约 60min。以相同的速度先升温至 $350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，然后到 $400^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 最后到 $450^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，持续的观测以确保不会由于过度挥发而导致样品的机械损失。如果发现有损失，应按照以下步骤重新测定另外的试样。

如果试样中的水分较高，应将带有试料（6.1）的坩埚放入 $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱（4.3）中，保温 2h。从烘箱中取出坩埚及试样直接放入 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的电炉（4.2）中，按照上述规定继续升温。

即使在这样的条件下还发现试料有损失（过度挥发），那么在 $300^{\circ}\text{C} \sim 450^{\circ}\text{C}$ 的升温周期内，适当地降低升温的速度。

然后将炉温升至 $700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，在此温度下灼烧坩埚及试样直至完全灰化（将试样灼烧过夜是适宜的）。

取出坩埚及试样，在空气中放置冷却至 $100^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ，然后放入装有五氧化二磷干燥剂的干燥器中冷却至室温，称取坩埚及试样的重量，精确至 0.0002g (m_2)。

将坩埚及试样再次放入700℃±10℃的电炉中灼烧30min，按照上述步骤冷却并称重。重新灼烧、冷却称重直至坩埚及试样的重量在2次连续称量中的差别不超过0.0002g。

注1：电炉（4.2）应该置于有良好抽风的通风橱内。

注2：可以同时测定试样的数量取决于所用电炉的性能。特别注意在多次测定中电炉中坩埚在不同位置温度变化的趋势。

7 测定结果的表述

7.1 测定结果的计算

按下式计算灰分的含量，以质量百分数表示。

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\%$$

式中：

m_0 — 试料（6.1）的质量，单位为克（g）；

m_1 — 空坩埚的质量，单位为克（g）；

m_2 — 坩埚和灰分的质量，单位为克（g）。

结果精确至0.01%。

7.2 精密度

重复性和再现性按照ISO 5725进行计算。

从数据获得了重复性和再现性与测定结果的平均值的关系（见图）。

图中所示，横坐标为每次测定结果的平均值，纵坐标为对应的重复性和再现性值，都用百分数表示。

按照下列线性公式计算每一个含量水平下的重复性和再现性：

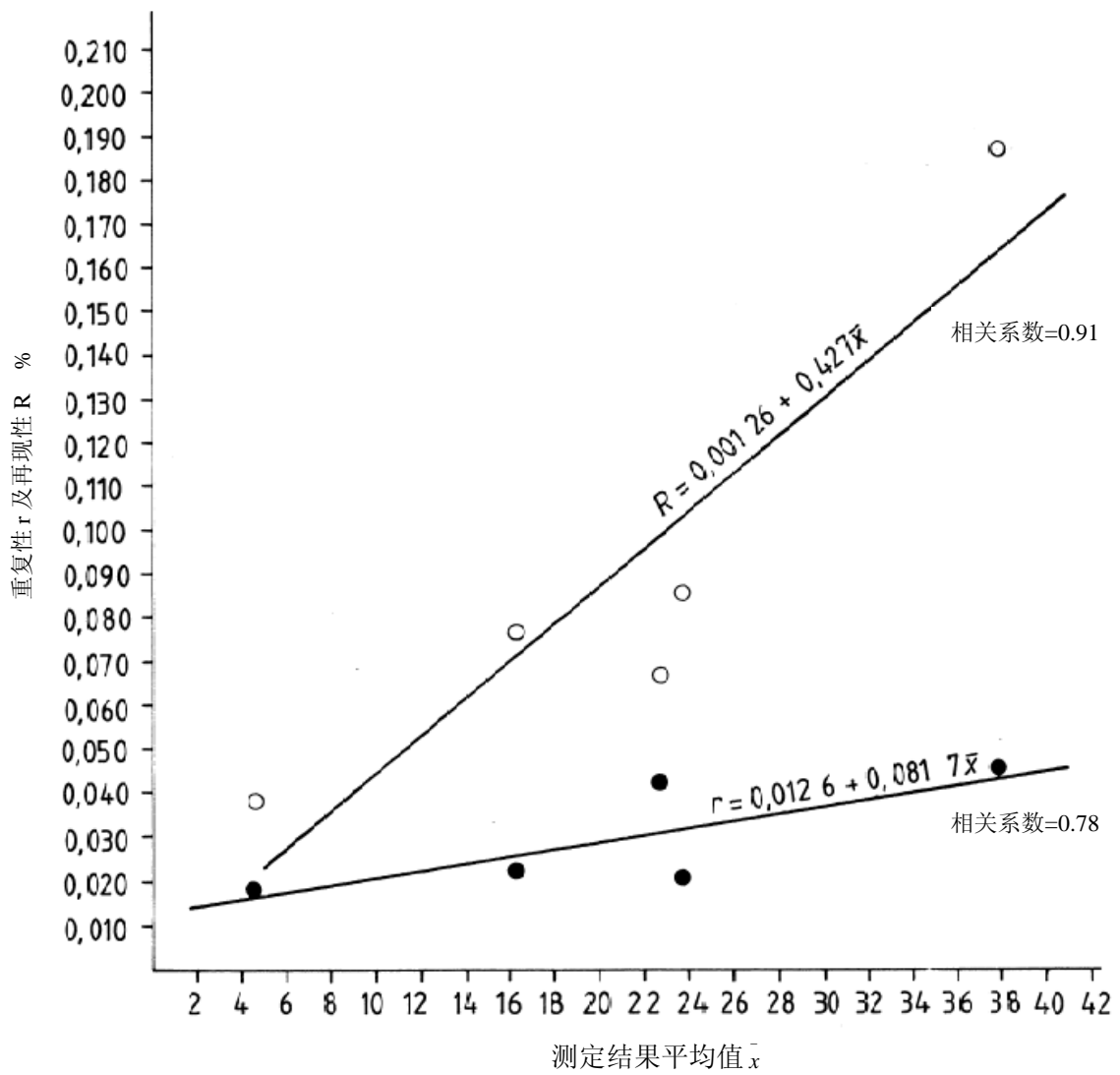
$$r = 0.0126 + 0.0817 \bar{x}$$

$$R = 0.00126 + 0.427 \bar{x}$$

8 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 样品的标识；
- b) 采用的标准；
- c) 检测结果及所采用的表达方式；
- d) 测定过程中的任何异常现象；
- e) 本标准或者在本标准引用文件中没有涉及的操作或被认为可以选择的操作。



重复性r和再现性R与测定结果平均值 \bar{x} 的关系图