

中华人民共和国国家标准

GB /T 26930.8—201X/ISO 6998 : 1997

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 8 部分：结焦值的测定

Carbonaceous materials used in the production of aluminium —
Coal pitch —Part 8: Determination of coking value

(ISO 6998 : 1997, 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 8 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 6998：1997《铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 结焦值的测定》。本部分等同采用 ISO 6998：1997 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）。

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 8 部分：结焦值的测定

1 范围

本部分规定了原铝生产用煤沥青结焦值的测定方法。

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。

ISO 565 试验筛 — 金属丝编织，穿孔圆板或电成型薄板 — 孔径标称尺寸。

ISO 5725-1 测试方法和结果的精度（准确性和精密度）— 第 1 部分：通则和定义。

ISO 6257 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 取样。

3 方法原理

试样放在 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的炉子内加热，称量残渣。

4 材料

4.1 煅后石油焦：使用粒度 $212\ \mu\text{m} \sim 1\text{mm}$ （见 ISO 565）的部分。

5 仪器设备

一般实验室设备及以下：

5.1 瓷坩埚：容积 $25\text{mL} \sim 50\text{mL}$ ，高度与顶部的外径尺寸比例为 $0.7 \sim 0.9$ ，配有外嵌的盖子。

5.2 镍坩埚：容积约 130mL ，高度和直径都为 60mm ，配有盖子。

5.3 不锈钢线支撑架（见图 1）：将瓷坩埚正确地安置在镍坩埚内，使两坩埚底部之间隔开 $10\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 。

5.4 镍坩埚架（见图 2）：用 1mm 厚的不锈钢板制作，带有四个孔洞。镍坩埚架边缘朝下弯曲，角部焊接有四条腿，以确保当镍坩埚放置在其上的孔洞时，坩埚底部与炉子加热板面保持至少 7mm 的高度。

该坩埚架一次能提供四次测试（两个平行测试），但对标准测试，只需使用其中两个孔洞。

5.5 试验筛：标称尺寸分别为 1mm 、 $300\ \mu\text{m}$ 、 $212\ \mu\text{m}$ （见 ISO 565）。

5.6 电炉：能保持稳定在 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

6 取样和制样

6.1 取样

按照 ISO 6257 规定的程序进行取样。

6.2 制样

如果样品偏硬，可以用小型鄂式破碎机破碎并在研钵中磨碎到至少通过 $300\ \mu\text{m}$ 筛，若可能的话，则通过 $212\ \mu\text{m}$ 筛。当环境温度过高时，可对样品进行预冷处理使操作更为简便。

如果沥青太软而不能破碎，将样品熔化，并取足够量的熔融样品用于测定。熔融的温度不应超过 150°C 、时间不应超过 10min 。也有可能不经过预处理，而直接将需要测定的软沥青移入瓷坩埚内。

7 测定步骤

7.1 测定次数

进行 2 次平行测定，每次测定使用两个坩埚。

7.2 试料

将两个带盖瓷坩埚放入 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的电炉（5.6）加热约 2h。取出瓷坩埚，放在干燥器内冷却至室温，称量每个瓷坩埚，精确至 1mg (m_1)。称取 $1\text{g} \pm 0.05\text{g}$ (m_0) 试样到每个瓷坩埚内，精确至 1mg 。

7.3 测定

将不锈钢线支撑架（5.3）置于镍坩埚内，在坩埚底部铺上一层 $10\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 厚的煅后石油焦（4.1）。

将带有试样的瓷坩埚置于不锈钢线支撑架上，瓷坩埚底部接触到煅后石油焦层上。
盖上瓷坩埚盖，将两个坩埚之间的空隙处填满煅后石油焦，并保证瓷坩埚完全被煅后石油焦包埋，盖上镍坩埚的盖子。

用另外一个瓷坩埚和试样重复上述操作。

将准备好的坩埚置于镍坩埚架上，并以尽可能快地速度将其整体移入 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的电炉 (5.6) 内，以避免造成热量的损失。

放置镍坩埚架的电炉空间温度必须均匀，且满足规定的条件，如保持在 $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。应使用电位差计对炉子的初始温度进行校准，只有当满足此温度要求的电炉部分才可以用于放置镍坩埚及其和支架。

炉底、炉壁、炉顶与镍坩埚之间，都应有不小于 7mm 的空间，任一镍坩埚与电炉前壁（包括炉门）、电炉后壁之间的空间不应小于 50mm。

2.5h 后，将镍坩埚移出电炉并冷却。从镍坩埚中将瓷坩埚取出，仔细清除附在其上的煅后石油焦粉末以避免污染样品。将瓷坩埚及其内的试样转入干燥器内，冷却至室温，称量每个坩埚，品精确至 1mg (m_2)。

注意：清理的瓷坩埚可以再次使用，将瓷坩埚加热至 $700^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$ 进行灼烧，以除去煅后石油焦和任何碳质残留物。

重复上述操作步骤进行第 2 次次测量。

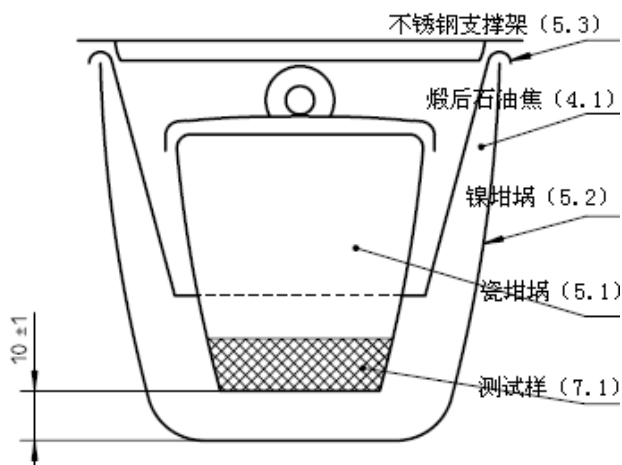


图 1、镍坩埚与瓷坩埚组套

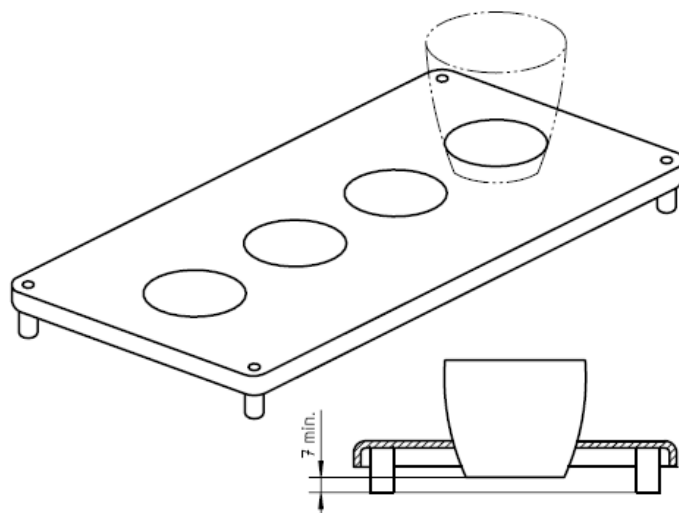


图 2、镍坩埚架

8 测定结果的表述

8.1 测定结果的计算

结焦值以质量百分数表示，按以下公式计算。

$$\text{结焦值 (\%)} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

式中：

m_0 — 试样的质量，单位为克 (g)；

m_1 — 空瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

m_2 — 带有残渣的瓷坩埚的质量，单位为克 (g)。

计算用四个瓷坩埚测定的每个结果。

将有疑问的结果舍弃（见 8.2.1 和 8.2.2）。必须按 7.3 重新测定以获得四个有效的结果。

将四个有效的结果平均，以质量百分数报出，精确至 0.1% (m/m)。

8.2 精密度（见 ISO5725-1:1994，条款 3）

8.2.1 一次测定中 2 个瓷坩埚测定结果的重现性

一次测定中同时放入电炉内的 2 个瓷坩埚测定结果的差值如果大于此方法重现性的 $\sqrt{2}$ 倍，这两个测定结果应被视为可疑。

8.2.2 方法的重复性

同一操作人员采用同一仪器对同一试样进行测试的结果（每个结果应为一次测定中 2 个瓷坩埚测定结果的平均值）的差值超过 1.0% (m/m) 时，视为可疑。

8.2.3 方法的再现性

不同实验室间对同一试样进行测试的结果（每个结果应为一次测定中 2 个瓷坩埚测定结果的平均值）的差值超过 2.0% (m/m) 时，视为可疑。

9 检测报告

检测报告应包括以下内容：

a) 所有必要的区分试样的详细情况；

b) 采用的标准；

c) 测定结果和单位；

d) 测定过程中注意到的任何异常情况；

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；

f) 测定日期。