



# 中华人民共和国国家标准

GB /T 26930.9—201X/ISO 9055 : 1988

---

## 原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 9 部分：氧弹法测定硫含量

Carbonaceous materials used in the production of aluminium —  
Coal pitch —Part 9: Determination of sulphur content by the bomb method

(ISO 9055 : 1988, 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 9 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 9055：1988《铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 氧弹燃烧法测定硫含量》。本部分等同采用 ISO 9055：1988 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 9 部分：氧弹燃烧法测定硫含量

### 1 范围

本部分规定了原铝生产用炭素材料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： $\geq 0.1\%$ 。

### 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 6257 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 取样。

### 3 原理

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

### 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  $1.19\text{g/mL}$ ，浓度约为  $37\%$  (m/m) 的溶液。

4.2 饱和溴水。

4.3 氯化钡溶液： $85\text{g/L}$ 。溶解  $100\text{g}$  氯化钡 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 于水中，稀释到  $1000\text{mL}$ 。

4.4 碳酸钠溶液： $50\text{g/L}$ 。将  $135\text{g}$  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于水中，稀释到  $1000\text{mL}$ 。

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

4.6 白油：液态石蜡 B.P 或等效的其它物质。

### 5 仪器设备

5.1 氧弹：容积不少于  $300\text{mL}$ ，在测定过程中保证不泄露，能实现能罐中定量地转移溶液。

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，如头部垫圈和铅封，必须能耐热和化学反应，若不能经受住反应，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  $24\text{mm}$ ，顶部外径  $27\text{mm}$ ，高  $12\text{mm}$ ，重  $10\text{g} \sim 11\text{g}$ 。

5.3 铂金加热丝：直径约  $0.4\text{mm}$ 。

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

电流不能直接从主回路引出，电压不得超过  $25\text{V}$ 。

警告：只有当操作者将其闭合时，一般点火回路的开关都应处在保持断开的状态。

5.5 棉质灯芯或尼龙线。

5.6 金刚砂抛光纸：No. 00 或等效物。

5.7 三氧化二铬膏，未研磨。

5.8 冷却水浴。

5.9 陶瓷过滤坩埚：P10 系列（孔径  $4\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ ）。

### 6 取样及制样

#### 6.1 取样

按照 ISO 6257 取沥青样。

#### 6.2 制样

在测定前进行试样的准备。

若试样偏硬，将整个试样在研钵内用槌磨至粒度小于  $200\ \mu\text{m}$ 。

若样品对研磨来说太软，则熔化并混合样品，确保熔化温度不超过  $150^\circ\text{C}$ ，熔化时间不超过  $10\text{min}$ 。可从熔化过的样品中取试料。

## 7 测定步骤

### 7.1 氧弹和试剂准备

截取一段100mm长的加热丝（5.3），将中间部分（约20mm）盘绕，再将自由端接入接线端。

将盘绕部分放在样品杯（5.2）上方且靠近一边。在此盘绕部分的两环之间插入一束棉质灯芯或尼龙线（5.5），其长度能伸入样品杯。在氧弹内盛入5mL碳酸钠溶液（4.4），然后旋转氧弹使其内表面被溶液湿润。

按照表1定量称取试样到样品杯，如果需要，也可以定量加入白油，精确至0.1mg。（当使用白油时，可用一根短的二氧化硅棒搅拌均匀，且在燃烧期间允许棉质灯芯或尼龙线棒留在样品杯中。）

**警告：**试样和白油或其它低硫易燃物的总质量不能超过0.8g。

表1

硫/%	称取试样量/g	加入白油量/g
≤5	0.6~0.8	0
>5	0.3~0.4	0.3~0.4

在多次使用氧弹测定硫后，可以观察到在内表面有一层薄膜。这种钝化物可以通过定期抛光氧弹来清除。对此有一种合适的方法是在车床内以300r/min旋转，用金刚砂抛光纸抛光内表面（5.6），涂上一层轻质机油以防止深度切削，然后涂上三氧化二铬膏（5.7）和水。此步骤可清除除了深度缺陷之外的所有钝化物，达到内表面的高度抛光。在使用氧弹前，应先用肥皂和水清洗除在抛光操作时遗留下的油污和膏料。

所用试样含氯超过20mg时可能会引起氧弹的腐蚀。为避免发生腐蚀，对含氯超过2%（m/m）的试样，建议按表2的规定来称取试样量和加入的白油量。

表2

氯化物含量/%	称取试样量/g	加入白油量/g
2~5	0.4	0
5~10	0.2	0.6
10~20	0.1	0.7
20~50	0.05	0.7

如果样品不容易与白油混合，可用一些低硫易燃稀释液的替代。然而，试样和不挥发性稀释液的总质量也不应超过0.8g。

### 7.2 充氧

将样品杯的放好，使纯棉灯芯或尼龙线的末端浸入试样中，组装好氧弹，拧紧盖子以确保安全。

**警告：**当氧弹有震动、下落或倾斜时不要充氧或点燃样品。

将氧气缓慢地充入氧弹（避免将油从杯中排出）直到压力达到表3中显示的数值。

表3

氧弹容积/mL	最小标准压/MPa	最大标准压/MPa
300~350	3.95	4.15
350~400	3.65	3.85
400~450	3.14	3.34
450~500	2.84	3.04

注：最小压力是为了提供保证完全燃烧所必须的氧气，最大压力是为了装置的安全。

### 7.3 燃烧

将氧弹浸入冷却水浴（5.8）中。连接到开启电路（5.4）的端线上，闭合电路，点燃样品。

**警告：**不要靠近燃烧罐直到点燃超过20s后。

在冷却水浴中进一步浸泡至少10min后，将氧弹从中取出。以缓慢、均匀的速度进行卸压，要求此操作时间不少于1min，打开氧弹并检查其内容物。

若看见有微量未燃烧完全的沥青或乌黑的沉淀，则终止该测定，在再次使用氧弹时应对其进行彻底清理。

### 7.4 含硫溶液的收集

用细水喷头淋洗氧弹内部、油杯和氧弹盖的内表面，收集淋洗液到一个有75mL容积标记的

600mL的烧杯中。

用橡皮擦将氧弹内的所有沉淀清理干净。清洗氧弹底部直到用合适的指示剂显示洗液为中性。（洗液的体积一般会超过300mL。），加入10mL的饱和溴水（4.2）到烧杯的洗液中。将样品杯放入一个50mL的烧杯中，加入5mL饱和溴水，2mL盐酸溶液（4.1）和足够的水至恰好浸没样品杯。加热烧杯至恰低于沸点3min~4min，然后将溶液转入盛有洗液的烧杯中加向烧杯中。用水彻底清洗样品杯和50mL烧杯，用橡皮擦将样品杯中的所有沉淀清理干净。

将50mL烧杯和样品杯的洗液及沉淀物转入600mL烧杯的洗液中，不要对洗液进行过滤，因为过滤可能会造成存在于不溶物中的硫的损失。

### 7.5 测定

在电炉或其它加热器上将混合洗液蒸发至200mL。调解加热使溶液保持微沸，然后以细流或逐滴的方式加入10mL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2min。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75ml（烧杯上有标记）。

将烧杯从电炉（或其它加热器）中移开，并在过滤前冷却1h。

用无灰的定量滤纸上对溶液进行过滤（见注释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0.1mg的坩埚内，在低温加热条件下干燥直至水分蒸发完。

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0.1mg。

注1：可以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℃±25℃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、白油或其它低硫易燃物质时，都需进行空白实验。当对白油进行空白实验时，按照正常的步骤使用0.3g~0.4g白油进行。

## 8 测定结果的表述

### 8.1 计算方法

试样中硫的含量以质量百分数表示，按下式计算。

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

式(1)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：硫酸钡换算为硫的转换因子。

### 8.2 精密度

两个测定结果之间的差异不超过表4给出的值。

表4

S/%	重复性/%	再现性/%
0.1~0.5	0.04	0.05
>0.5~1.0	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

## 9 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- 试样编号；
- 采用的标准；
- 测定结果和单位的表示；
- 测定过程中发现的异常情况；

---

e) 本标准未包括的任何操作或认为可选择的操作。

---