

中华人民共和国国家标准

GB/T 26930.1—2011 / ISO 5939:
1980

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

Carbonaceous materials for the production of aluminium—
primary
Pitch for electrodes—Part 1: Determination of water content—
mination
Azeotropic distillation (Dean and Stark) method

(ISO 5939:1980, IDT)

2011-09-29 发布

2012-05-01 实施

中国国家标准化管理委员会“ ”。

前 言

GB/T 26930《原铝生产用炭素材料煤沥青》共有5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^{第3部分：密度的测定 比重瓶法}环球法；

——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。

本部分为第1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 5939:1980《原铝生产用炭素材料煤沥青 水分含量的测定共沸蒸馏法》。本部分等同采用ISO 5939:1980时，删除了其前言和参考文献。

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

GB/T 26930.2 原铝生产用炭素材料煤沥青 第2部分：软化点的测定 环球法
（ISO 5940:1981, IDT）。

本部分负责起草单位：索通发展股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分参加起草单位：北京英斯派克科技有限公司。

本部分主要起草人：郎光辉、钱康行、王立明、尚金亮、张树朝、陈洪。

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

1 范围

GB/T 26930的本部分规定了原铝生产用煤沥青中水分含量的测定方法。

本部分适用于原铝生产用煤沥青中水分含量的测定。测定范围0.1%~2.0%（质量分数）。

注：当水含量大于2.0%（质量分数）时，可使用更大的接收器用该方法测试。

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。

GB/T 26930.2 原铝生产用炭素材料煤沥青软化点的测定环球法（GB/T 26930.2—2011，ISO 5940:1981，IDT）

ISO 383 实验室用玻璃器具标准圆锥玻璃磨口接头（Laboratory glassware—Interchangeable conical ground joints）

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

3 方法原理

在有二甲苯回流的条件下加热沥青。在接收器中收集二甲苯和水的冷凝物，在带刻度的接收器内测量蒸馏出的水体积，以计算水分的含量。

4 试剂

4.1 二甲苯（分析纯）或它的异构体，或以任意比例合成的这些异构体的混合物，确保在130℃~140℃之间能沸腾。

5 仪器

5.1 共沸蒸馏装置示意图见图1，由下列各部分组成。

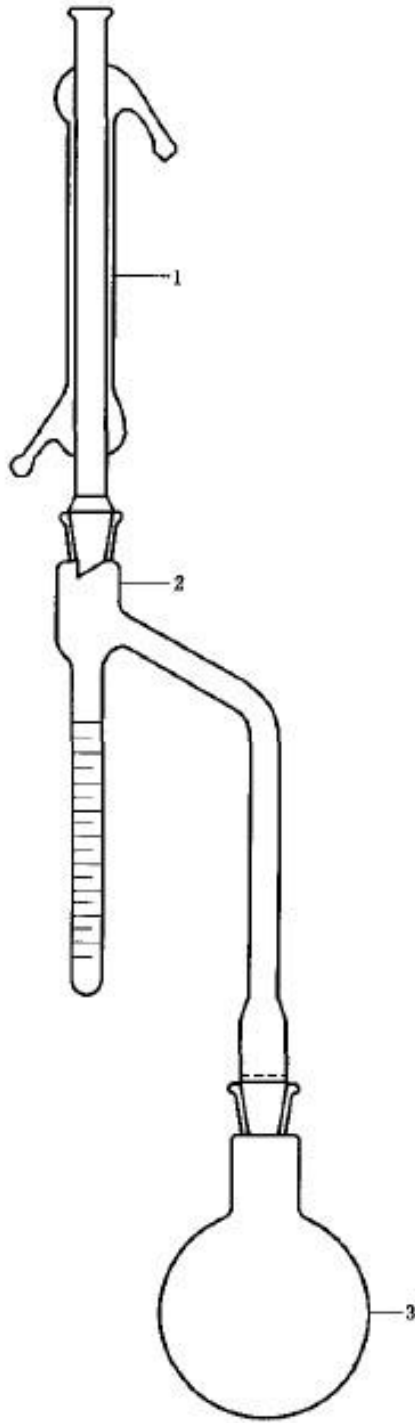
5.1.1 蒸馏烧瓶：玻璃制成，容积500 mL，有磨砂玻璃接口（如图1所示，符合ISO 383），固定在接收器（5.1.2）上。

5.1.2 接收器：容积2 mL，带刻度，分度值为0.05 mL，最大误差为±0.02 mL，见图2。

注：如果沥青中水分含量大于2.0%（质量分数），使用容积为10 mL，最大误差为±0.06 mL，分度值为0.2 mL的接收器。

5.1.3 回流冷凝器：与接收器（5.1.2）连接，见图3。

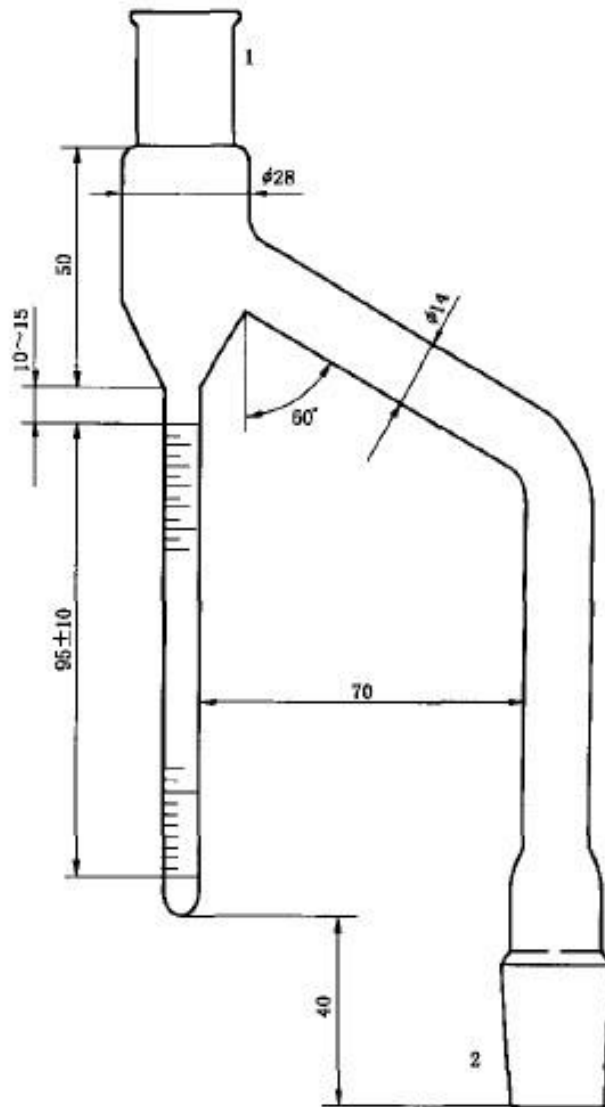
注：使用前，按次序用重铬酸洗液、蒸馏水、丙酮彻底洗净接收器和回流冷凝器，晾干，除去上面的所有污痕。



- 1——回流冷凝器；
- 2——接收器；
- 3——蒸馏烧瓶。

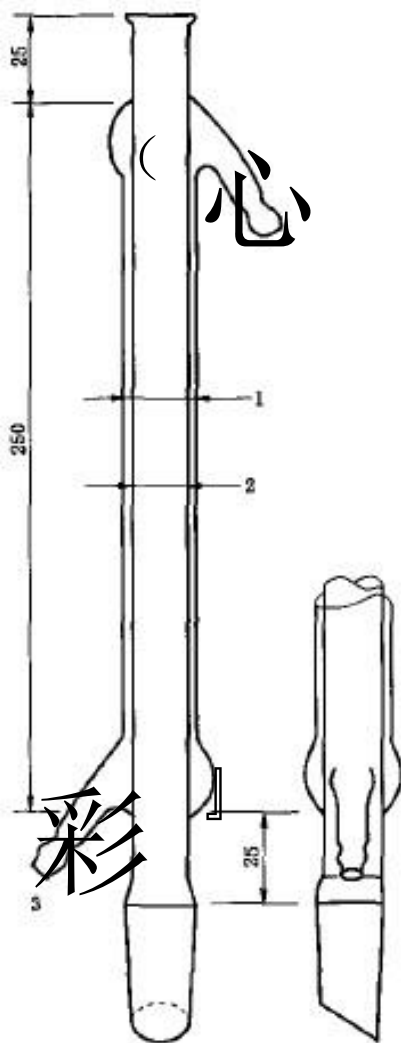
图1 共沸蒸馏装置示意图

单位为毫米



- 1—19/26 磨口玻璃接口;
2—24/29 磨口玻璃接口。

图2 2 mL 接收器



- 1——外直径23~25.5 壁厚1~1.5;5
- 2——外直径16~17.7 壁厚0.7~1+1
- 3——19.026 磨砂玻璃接口。

图3 回流冷凝器

6 步骤

警告 要在良好的通风橱中进行,以免操作员二甲苯中毒。

6.1 试样

按照 ISO 6257 取样,然后称取约 100 g 经破碎或熔化的样品 (m_0) 精确到 0.1 g,放入蒸馏瓶中 (5.1.1)。在准备试样过程中应防止水分损失。如果试样预计的软化点高于 50 °C (软化点的测定见 GB/T 26930.2), 通过冷却使之易碎,破碎后,称重,防止外部的湿气进入。对于软化点低于 50 °C 的沥青,缓慢加热使之软化。

6.2 测量

向装有试样 (6.1) 的蒸馏瓶中加入 100 mL 二甲苯 (4.1), 加入几颗玻璃珠以润湿沥青。然后把

烧瓶与蒸馏装置的其他部分连接，通过冷凝器夹层循环冷却水，逐渐加热烧瓶，直到试样溶解，再调整加热速率，直到冷凝物能以每秒钟 2 滴速度从回流冷凝器底部滴下。

继续蒸馏，直到除了接收器(5.1.2)底部外，其余任何装置上都看不见水，并且收集的水量在 5 min 之内保持稳定。如果在冷凝管中留有冷凝水环，则增加每秒水滴数，提高蒸馏速率，持续加热几分钟消除水环。当水分蒸馏完成后，将接收器和其他的水降到室温，读取水的体积，换算为质量(m_1)。

7 测定结果的计算

7.1 计算公式

按式(1)计算水分的质量分数 w_{H_2O} ，数值以(%)表示：

$$w_{H_2O} = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 ——试样(6.1)的质量，单位为克(g)；

m_1 ——接收器中水的质量，单位为克(g)。

7.2 精密度

重复性限： $r = \pm 0.1$ g；再现性限： $R = \pm 0.2$ g。

8 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 样品的标识；
- b) 本部分编号；
- c) 试验结果和使用的表示方法；
- d) 在测定过程中任何异常情况；
- e) 本部分未涉及的可供选择的任何操作。