

---

Международный стандарт



---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANIZATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

UB/TIB Hannover

R N 8 6

**Углеродосодержащие материалы для производства алюминия – Вар для электродов – Измерение плотности – Пикнометрический метод.**

*Produit carbonés utilisés pour la production de l'aluminium – Brai pour electrodes – Détermination de la masse volumique – Méthode pycnométrique*

[Французский]

Первая редакция – 1983-12-15

---

**УДК 665.777 : 669.713 : 531.754.4**

**Номер ссылки ISO 6999 - 1983 (E)**

**Описание:** алюминий, производство, напряжение (материалы), электроды, испытания, измерение, плотность (масса/объем), пикнометрический анализ, испытания оборудования.

Цена основывается на 6 страницах.

## Предисловие

ISO (Международная Организация по Стандартизации) – это всемирно-известная федеральная организация по национальным стандартам (представители ISO). Работа по подготовке национальных стандартов выполняется через технические комитеты ISO. Каждый представитель, заинтересованный темой стандарта, имеет право быть представленным комитету, созданного для разработки этого стандарта. Международные организации, правительственные и не правительственные, также принимают участие в работе.

Проекты Международных Стандартов, принятые техническими комитетами, передаются в представительские организации на рассмотрение, перед принятием его в качестве Международных Стандартов Советом ISO.

Международный Стандарт ISO 6999 был разработан Техническим Комитетом ISO/TC 47, Химия и был передан представителям в июле 1982 года.

Он был одобрен представителями следующих стран:

Австралия	Венгрия	ЮАР
Австрия	Индия	Испания
Бельгия	Италия	Швеция
Канада	Корейская Республика	Швейцария
Китай	Нидерланды	Тайланд
Чехословакия	Новая Зеландия	США
Египет	Нигерия	СССР
Франция	Португалия	
ФРГ	Румыния	

Представитель следующей страны выразил несогласие по поводу технических оснований документа:

Соединённое Королевство

# Углеродосодержащие материалы для производства алюминия – Вар для электродов – Измерение плотности – Пикнометрический метод

## 0 Вступление

Плотность вара, применяемого для подготовки электродов при производстве алюминия, является свойством, дающим возможность оценить качество консистенции. Знание этого параметра важно для оптимального использования вара.

## 1 Возможности и область применения

Этот международный стандарт определяет пикнометрический метод определения плотности вара при подготовке электродов для использования в алюминиевой промышленности.

## 2 Ссылки

ISO 3507, Пикнометры.

ISO 5725, Точность методов испытания. Определение повторяемости и воспроизводимости межлабораторными испытаниями.

ISO 6257, Углеродсодержащие материалы, используемые в производстве алюминия – Вар для электродов – Забор образцов.

## 3 Принципы

Измерение пикнометрическим методом плотности вара при 25 °C после вакуумирования.

## 4 Реагенты и материалы

При измерении используйте реагенты только известного аналитического класса, дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Этиловый спирт, 95% (V/V).

4.2 Ацетон.

4.3 Неионное увлажняющее средство, 0,1% (m/m) водный раствор.

## 5 Приборы

Обычные лабораторные материалы и

5.1 Пикнометр Гей-Люсака, тип 3, объём 25 мл (смотри ISO 3507).

5.2 Вакуумный насос, с установленным безопасным клапаном и фильтром, мощностью 1 м<sup>2</sup>/час, способный откачивать до остаточного давления 33 микробара.

5.3 Воздухонепроницаемый колпак, для хранения пикнометра (5.1), способный поддерживать вакуум во время определения плотности и оснащённый соответствующей разделяющей трубой.

**Предупреждение – во время вакуума располагаться за экраном безопасности.**

Типовой собранный прибор показан на рисунке.

5.4 Электропечь, контролируемая при 120±2°C.

5.5 Ванна для воды, контролируемая при 25±0,05°C.

## 6 Забор образцов

Забор образцов должен выполняться согласно методу, установленному в ISO 6257.

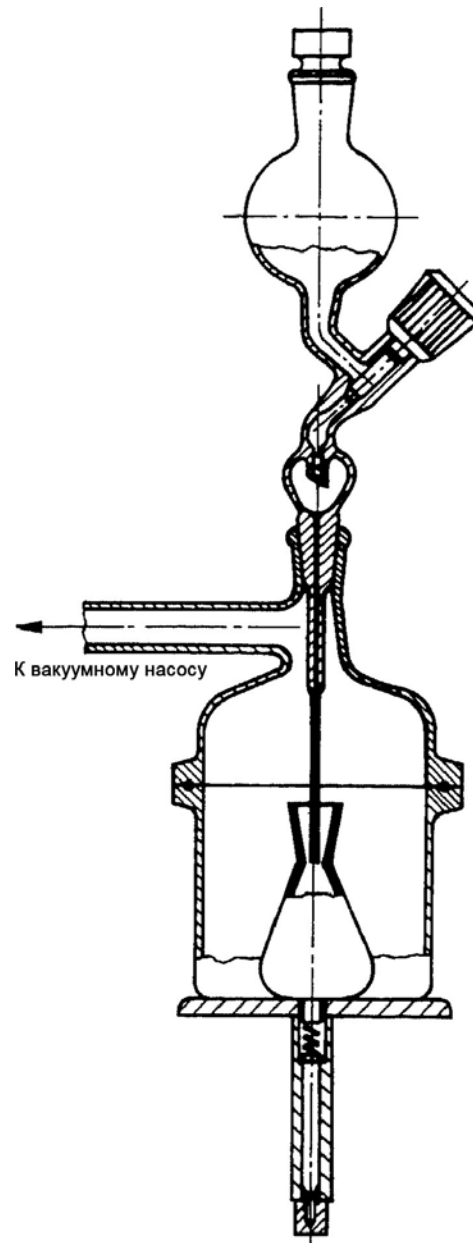


Рисунок. Типовой прибор для пикнометрического определения плотности

## 7 Технологический процесс

### 7.1 Калибровка пикнометра

Коммерческие пикнометры обычно калибруются при температуре 20 °С, а настоящее измерение выполняется при температуре 25 °С. Поэтому калибровать пикнометры нужно при температуре 25 °С.

#### 7.1.1 Определение массы пикнометра

**Внимание.** Сульфо-хромовая смесь вызывает сильные ожоги, является канцерогеном и в контакте с горючими веществами может воспламениться. Избегайте попадания в глаза, на кожу и одежду. Не дышите парами. Работайте с этим материалом в защитной одежде и очках.

Вымойте пикнометр (5.1) тёплой сульфо-хромовой смесью, соблюдая все необходимые предосторожности. Сначала вымойте водопроводной водой, затем дистиллированной, затем этиловым спиртом (4.1) и в конце ацетоном (4.2). Просушите пикнометр потоком воздуха и взвесьте с точностью до 0,0001 г ( $m_0$ ).

#### 7.1.2 Определение объёма пикнометра

Наполните пикнометр дистиллированной водой нагретой до температуры 23-24 °С, вставьте пробку и убедитесь, что вода вытекает из отверстия в пробке, затем протрите пикнометр фильтрующей бумагой.

Поместите заполненный пикнометр в ванну с водой (5.5), контролируя температуру  $25 \pm 0,05$  °С, и пусть он достигнет термического равновесия при этой температуре. Выровняйте уровень воды до верха пробки.

Достаньте пикнометр из ванны для воды, охладите слегка ацетоном (4.2), и осторожно протрите фильтрующей бумагой.

Взвесьте заполненный пикнометр с точностью до 0,0001 г ( $m_1$ ).

Объём ( $V$ ) пикнометра, выраженный в миллилитрах, задан следующей формулой:

$$\frac{m_1 - m_0}{0,99705}$$

где

$m_0$  – это масса сухого, пустого пикнометра, в граммах.

$m_1$  – это масса пикнометра, заполненного водой, в граммах.

0,99705 – это плотность воды при температуре 25 °С, в граммах на миллилитр.

#### ПРИМЕЧАНИЕ.

1 Объём  $V$  пикнометра округляется с точностью до 0,0001 мл. Калибровка должна повторяться каждые 3 месяца, масса  $m_0$  должна оставаться с постоянной точностью 0,001г.

2 Важно, чтобы объём пикнометра определялся несколько раз в разные дни, для устранения влияния внешних воздействий, а также небольших различий в регулировании ванны для воды. Объём  $V$  должен представлять среднее число 8-10 измерений.

## 7.2 Определение плотности

### 7.2.1 Испытательная часть

Взвесьте  $5 \pm 0,1$  г образца с точностью до 0,0001 г (см. пункт 6) с размерами частиц от 1 до 2 мм ( $m_2$ ), и поместите его в сухой, пустой пикнометр, подготовленный в соответствии с пунктом 7.1.1.

### 7.2.2 Определение

Наполните отделяющую трубу, прикреплённую к воздухонепроницаемому контейнеру (5.3) увлажняющим раствором (4.3). Поместите незакрытый пикнометр, содержащий испытываемый состав (7.2.1) под воздухонепроницаемый колпак, и, с закрытым запорным краном отделяющей трубы, включите вакуумный насос (5.2) примерно на 5 минут до тех пор, пока остаточное давление не будет от 33 до 35 мбар.

Медленно открывайте запорный кран отделяющей трубы и позвольте увлажняющему средству, капля за каплей, заполнить пикнометр на 20 мл. Закройте запорный кран. Поддерживайте вакуум до тех пор, пока в пикнометре не исчезнут воздушные пузырьки. Восстановите давление в контейнере до уровня окружающей среды, откройте колпак, достаньте пикнометр и полностью заполните его увлажняющим средством. Закройте пикнометр и продолжайте определение в соответствии с условиями, установленными в пункте 7.1.2, начиная с па-

раграфа: «Поместите заполненный пикнометр в ванну для воды...».

Взвесьте заполненный пикнометр с точностью до 0,0001 г ( $m_3$ ).

## 8 Выражение результатов

### 8.1 Вычисление

Плотность вара, выраженная в граммах на миллилитр, задана следующей формулой:

$$V = \frac{m_2 - (m_3 + m_0)}{0,99705}$$

где

$m_0$  – это масса сухого, пустого пикнометра, в граммах.

$m_2$  – это масса испытываемый состав (7.2.1.), в граммах.

$m_3$  – это масса пикнометра, содержащего испытываемый состав и воду, в граммах.

0,99705 – это плотность увлажняющего средства (4.3), практически равного воде.

### 8.2 Точность (смотри ISO 5725, подпункт 3.1.).

Стандартное отклонение повторяемости: 0,004 г/мл.

Стандартное отклонение воспроизводимости: 0,006 г/мл.

Результаты, округляются до третьего значащего знака.

### 8.3 Проверка определения

Систематические ошибки могут быть проверены, выполняя время от времени определение плотности на эталонном материале.

## 9 Отчёт об испытании

Отчёт об испытании должен включать следующие подробные сведения:

- идентификация образца;
- ссылка на применяемый метод;
- результаты и выражения применяемого метода;
- любые необычные особенности, замеченные во время определения;
- любые операции, не включённые в этот Международный Стандарт или в Международный Стандарт, на который сделана ссылка, или считающийся как дополнительный.