

UB/TIB Hannover

R N 8 6 4

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO
10238

Первое издание
15.12.1999

**Углеродсодержащие материалы, используемые
для производства алюминия – Вар для электродов – Определение содержания серы инструментальным методом.**

Produit carbonés utilisés pour la production de l'aluminium – Brai pour electrodes – Dosage du soufre par une méthode instrumentale

[Французский]



Номер ссылки
ISO 10238:1999(E)

© ISO 1999

Оговорка в отношении формата PDF.

Этот файл PDF может содержать внедрённые шрифты. В соответствии с политикой лицензирования компании Adobe, этот файл может быть напечатан или рассмотрен, но не может быть отредактирован, до тех пор, пока внедрённые шрифты не будут лицензированы и установлены в компьютерную программу редактирования. При загрузке этого файла, стороны принимают ответственность не нарушать политику лицензирования компании Adobe. Центральный Секретариат ISO не берёт на себя ответственности в этой области.

Adobe является торговой маркой Adobe Systems Incorporated.

Детали по программному обеспечению этих программ для создания этого файла PDF можно найти в основной информации (General Info), относящейся к этому формату файлов. Параметры для создания PDF были оптимизированы для печати. Убедитесь, что этот файл подходит для пользования представителям ISO. В случае возникших проблем, пожалуйста, проинформируйте центральный секретариат по адресу, указанному ниже.

© ISO 1999

Все авторские права защищены. Если не указано, эта публикация не может быть воспроизведена или использована в любой форме или любыми средствами, электронными или механическими, включая фотокопирование и микроплёнку, без письменного разрешения ISO (адрес указан ниже) или представителя ISO в стране заказчика.

Офис по авторским правам ISO
Почтовый ящик 56 CH 1211 Женева 20
Тел. + 41 22 749 01 11
Факс + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Веб www.iso.ch

Напечатано в Швейцарии

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, связанные с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты проектируются в соответствии с директивами ISO/IEC, раздела 3.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, передаются в представительские организации для голосования. Для опубликования в качестве национального стандарта требуется, по крайней мере, 75 % голосов представителей, принимающих участие в голосовании.

Обратите внимание на то, что некоторые из элементов этого международного стандарта могут содержать патентованные права. ISO не может нести ответственность за опознание всех или никаких патентованных прав.

Международный стандарт ISO 10238 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 47, Химия. Подкомиссия SC 7, Окись алюминия, криолит, фтористый алюминий, фтористый натрий, карбонатные изделия для алюминиевой промышленности.

Углесодержащие материалы, используемые для производства алюминия – Вар для электродов – Определение содержания серы инструментальным методом

1 Возможности

Это Международный Стандарт описывает метод определения содержания серы в варе, используемом в производстве алюминия. Этот метод применим к варам угольных смол и веществам с нефтяной основой с условием, что они содержат от 0,1% до 4,0% массы серы.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы содержат условия, на которые есть ссылки в этом тексте, составляющие условия этого международного стандарта. Это не относится к датированным ссылкам, последовательным поправкам или пересмотрам любой из этих публикаций. Тем не менее, согласно этому международному стандарту необходимо применять самые последние редакции нормативных документов, указанные ниже. Для недатированных ссылок используйте последнюю редакцию нормативных документов. Члены ISO и IEC хранят список действующих в настоящее время международных стандартов.

ISO 565, *Лабораторные сита – Металлическая проволочная ткань, перфорированная металлическая тарелка и электрообразующий лист – Номинальные размеры отверстий.*

ISO 3696, *Вода для аналитического лабораторного использования – Спецификация и методы испытания.*

ISO 4793, *Лабораторные пористые фильтры – Градуирование пористости, классификация и обозначение.*

ISO 6257, *Углесодержащие материалы для производства алюминия – Вар для электродов – Забор образцов.*

3 Принцип

Определенная масса образца сжигается потоком кислорода при температуре 1350 °С. Образуются оксиды серы, которые вместе с присутствующим хлором впитываются нейтральным водородным пероксидом и определяются волюметрическим методом. Исправление выполняется с учётом содержания серы в образце. Оксид алюминия добавляется в образец, чтобы предотвратить задержание серы в золе.

4 Реагенты

Если не указаны классы реагентов, то используйте класс чистого реагента и воду, соответствующую классу 3 в соответствии с ISO 3696.

4.1 Раствор тетраборнокислого двунатрия, $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,025$ моль/л.

4.2 Раствор серной кислоты, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025$ моль/л.

4.3 Раствор водородного пероксида, состоящий на 3% от объёма из H_2O_2 и на 97% от объёма из воды, нейтрализованный раствором тетраборнокислого двунатрия (4.1) до экранированного индикатора (4.4).

4.4 Экранированный индикатор, состоящий из равных объёмов а) и б), приготовленных, как указано ниже, и смешанных непосредственно перед использованием:

ISO 10238:1999(E)

- а) 0,125 г красного метила, растворённого в 100 мл раствора 95 % этилового спирта;
- б) 0,083 г голубого метилена, растворённого в 100 мл раствора 95 % этилового спирта.

Храните в тёмной стеклянной таре.

4.5 Раствор ртутного (II) оксицианида, состоящего приблизительно из 100 мл воды, насыщенной ртутным (II) оксицианидом ($3\text{Hg}(\text{CN})_2 \cdot \text{HgO}$).

Тщательно перемешайте, профильтруйте и нейтрализуйте фильтрат раствором серной кислоты (4.2) до экранированного индикатора. Храните в тёмной стеклянной таре не более 4 дней.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Этот компонент и его раствор токсичны, поэтому требуется большая осторожность при обращении с ним.

4.6 Оксид алюминия, мелкопомолотый с размером частиц около 0,1 мм.

4.7 Кислород.

4.8 Гидрооксид натрия на инертной основе, предпочтительно крупномолотый, например, размер частиц от 1,7 мм до 1,2 мм, предпочтительно с самоиндикатором.

5 Приборы

Обычные лабораторные приборы и ниже приведённые.

5.1 Печь для обжига и абсорбатор, как показано на рисунке 1, состоящие из следующих частей:

5.1.1 Печь, нагреваемая электрически. Печь сконструирована таким образом, чтобы удерживать трубу с внешним диаметром 28,5 мм и нагревать её по всей длине в 125 мм, а в центре жаркой зоны – до температуры 1350 °С. Кривая распределения температуры должна соответствовать кривой, показанной на рисунке 2.

5.1.2 Труба сгорания, с внутренним диаметром 22 мм, с внешним диаметром 28,5 мм и длиной 0,65 м, сделана из огнеупорного глиноземистого фарфора. Труба сгорания не пропускает газ при температуре 1400 °С.

5.1.3 Ванна сгорания из неполированного фарфора, не содержащего железа, длиной 70 мм, шириной 12,5 мм и глубиной 10 мм, которая не покрывается пузырями, не обесцвечивается и не изменяется в массе при нагревании в кислороде до 1350 °С в течении 3 часов.

5.1.4 Кремнистый толкатель, включающий в себя герметизированную трубу и кремнистый стержень, диаметром 6 мм и приблизительной длины 450 мм, сплюснутый на одном конце в диск диаметром 12 мм для толкания ванны сгорания в печь.

Толкатель свободно проходит через стеклянный или металлический тройник, один конец которого соответствует резиновой пробке, закрывающей входное отверстие трубы сгорания, а другой конец герметизирован резиновой муфтой, через которую скользит толкатель (смотри рисунок 1). Кислород поступает через колено тройника.

Для удобства измерения толкатель промаркирован миллиметровыми делениями начиная с диска, на столько глубоко, на сколько ванна сгорания может продвигаться в трубу сгорания.

5.1.5 Крючок, представляющий собой длинный жёсткий хромоникелевый провод с крючком на конце для извлечения ванны сгорания из печи на кусок огнеупорной плитки.

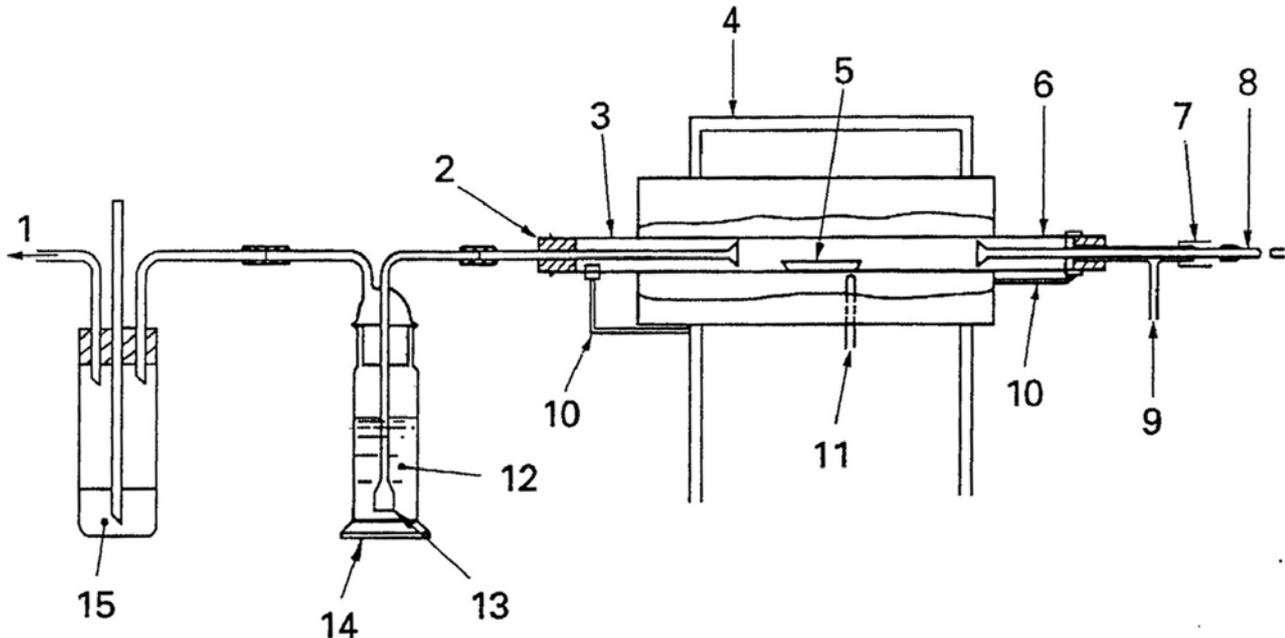
5.1.6 Расходомер для измерения скорости потока кислорода до 300 мл/мин.

5.1.7 Манометр для измерения обратного давления системы, в норме от 0,5 кПа до 0,7 кПа.

5.1.8 Теплостойкая пробка, сделанная из акрилонитриловой или хлоропреновой резины, для присоединения абсорбатора к трубе сгорания.

5.1.9 Кремнистое переходное устройство, включающее прозрачную кремнистую трубу с внешним диаметром 10 мм, приблизительно длины 250 мм и заканчивающуюся на одном конце трубой с внешним диаметром 20 мм.

5.1.10 Очиститель, включающий опору с гидроксидом натрия на инертной основе (смотри пункт 4.8) для удаления любых оксидов серы из кислородного питания.



Код

- | | | |
|-------------------------------------|-------------------------------------|---|
| 1. К вакуумному насосу | 6. Труба сгорания | 11. Термопара |
| 2. Теплостойкая пробка | 7. Резиновая муфта | 12. Раствор водородного пероксида |
| 3. Кремнистое переходное устройство | 8. Кремнистый толкатель | 13. Пористый диск с пористостью Р 40 и размером отверстий 15-40 мкм |
| 4. Печь | 9. Входное устройство для кислорода | 14. Бутылка промывки газом |
| 5. Ванна сгорания | 10. Держатель трубы | 15. Ртуть |

Рисунок 1 – Абсорбатор и печь.

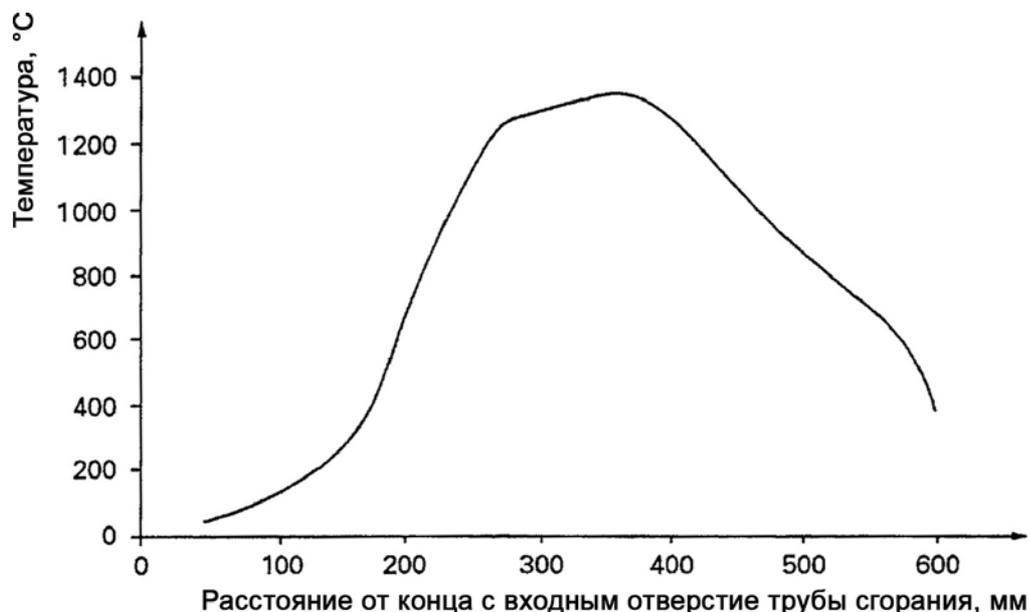


Рисунок 2 – Кривая распределения температуры.

5.1.11 Сосуд поглощения, состоящий из трубы или бутылки, промываемый газом, с пористым диском класса пористости Р 40, отвечающим требованиям ISO 4793, такого размера, чтобы 90 мм изолирующей жидкости получалось из 100 мл жидкости в сосуде.

5.1.12 Стабилизатор давления, состоящий из бутылки с ртутью, впускной и выпускной труб и третьей трубы передвигающейся вверх и вниз для регулирования отсоса системы.

5.1.13 Вакуумный насос, или другой подходящий насос.

6 Подготовка приборов

Вставьте трубу сгорания (5.1.2) в печь (5.1.1) таким образом, чтобы снаружи остался конец длиной 100 мм. Вставьте в этот конец теплостойкую пробку (5.1.8), держащую кремнистое переходное устройство (5.1.9) и отрегулируйте последнее так, чтобы открытый конец трубы приблизительно был на 150 мм в трубе сгорания. Вставьте резиновую трубку с кремнистым толкателем (5.1.4) во входное отверстие трубы сгорания и подсоедините кислородное питание через очиститель (5.1.10) к колену тройника.

7 Отбор и подготовка испытательного образца

7.1 Отбор образца

Сделайте забор образца в соответствии с ISO 6257.

7.2 Подготовка испытательного образца.

Подготовьте испытываемый образец непосредственно перед измерением.

Если вары твёрдые, размельчите образец так, чтобы он проходил через сито с отверстиями размером 212 мкм. Используйте сито, отвечающее требованиям ISO 565.

Если вар слишком мягкий для размалывания, растопите и смешайте образец в закрытом сосуде при температуре, не превышающей 150 °C и не более 10 минут.

Возьмите материал для испытываемой части из расплавленного образца.

8 Технологический процесс

Поднимите температуру печи (5.1.1) до 1350 °C и впустите кислород (4.7) через трубу сгорания (5.1.2). Взвесьте примерно 0,5 г испытываемого образца (7.2) с точностью до 0,1 мг, распределите равномерно в ванне сгорания (5.1.3) и покройте сверху 0,5 г оксидом алюминия (4.6). Взвесьте 100 мл раствора водородного пероксида (4.3) с точностью до 1мл, вылейте его в сосуд поглощения (5.1.11) и соберите аппарат. Отрегулируйте скорость потока газа с помощью вакуумного насоса (5.1.13) и глубину изоляции в стабилизаторе давления (5.1.12) для поддержания лёгкого отсоса в трубе сгорания с поступлением кислорода со скоростью 300 мл/мин, как показано на расходомере (5.1.6).

Достаньте резиновую пробку с кремнистым толкателем и поставьте нагруженную ванну сгорания в трубу сгорания таким образом, чтобы её центр был в 240 мм от центра самой горячей зоны. Снова вставьте резиновую пробку, но без кремнистого толкателя, и продолжайте пропускать кислород со скоростью 300 мм/мин. В конце каждого из 12-ти одноминутных периодов, толкайте ванну сгорания вперёд на 20 мм, и, если необходимо, удаляйте каждый раз кремнистый толкатель для предотвращения перекоса. Оставьте ванну сгорания в самой горячей зоне на 4 минуты. В качестве другого варианта, можно продолжительно механически толкать ванну сгорания, обеспечив, таким образом, поддержание установленного тепла. Отсоедините сосуд поглощения и удалите кремнистое переходное устройство. Достаньте и поставьте ванну сгорания на огнеупорную плитку с помощью крюка (5.1.5).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если образец сгорает слишком быстро для газов, поглощающихся промывочной бутылкой, то ванну сгорания нужно продвигать вперёд на 10 мм в конце каждого из 24-х одноминутных периодов.

Промойте кремнистое переходное устройство водой, собрав её в 250 мл колбу. Перенесите содержимое сосуда поглощения в эту колбу, промойте его водой, собрав её в эту же колбу.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Всё количество жидкости не должно превышать 150 мл.

Добавьте две или три капли экранированного индикатора (4.4) и титруйте раствором тетраборнокислого двуназрия (4.1), используя соответствующую бюретку, до нейтрального стального цвета.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Рекомендуется титрование на белом фоне.

9 Пустое измерение

Проведите пустое измерение при тех же условиях, что и фактическое измерение, но без образца.

10 Вычисление результатов

Вычислите содержание серы w_s , выраженное в процентах от массы, с помощью уравнения:

$$w_s = \frac{0,0401}{m} [v_1 - v_2 - (v_3 - v_4)]$$

где

m – это масса взятого образца, в граммах.

V_1 – это объём раствора тетраборнокислого двуназрия (4.1) в миллилитрах, используемого для измерения.

V_2 – это объём раствора тетраборнокислого двуназрия (4.1) в миллилитрах, используемого для пустого измерения.

V_3 – это объём раствора серной кислоты (4.2), в миллилитрах, используемого для измерения.

V_4 – это объём раствора серной кислоты (4.2), в миллилитрах, используемого для пустого измерения.

Запишите величину w_S в процентах от массы с точностью до двух значащих цифр.

11 Точность

11.1 Повторяемость

Результаты повторяющихся измерений, выполненных в одной лаборатории, тем же оператором, на тех же приборах, но в разное время на представленных испытываемых порциях, взятых из испытываемого образца, не будут отличаться более чем на 0,066 % от массы.

11.2 Воспроизводимость

Средние величины результатов повторяющихся измерений, выполненных в каждой из двух лабораторий на представленных испытываемых порциях, взятых из испытываемого образца, после последней стадии подготовки образца, не будут отличаться более чем на 0,09 % от массы.

12 Отчёт об испытании

Отчёт об испытании должен содержать следующую информацию:

- a) полную идентификацию испытываемого образца;
- b) ссылку на этот международный стандарт, то есть ISO 10238:1999(E);
- c) содержание серы в испытываемом образце, вычисленное и выраженное в соответствии с пунктом 10;
- d) любые необычные особенности, замеченные во время измерения;
- e) любая операция, не включённая в этот международный стандарт, или считающаяся как дополнительная.