



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3593—2013

高品位石墨电极碎和增碳剂中 挥发分的测定

Determination of the volatile matter content in high-carbon
graphite electrode broken and carbon additive

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：魏红兵、刘敬、王晶、靳宏、王兆瑞、王向东、孙世明、刘青山。

高品位石墨电极碎和增碳剂中 挥发分的测定

1 范围

本标准规定了高品位石墨电极碎、增碳剂中挥发分测定方法。

本标准适用于高品位石墨电极碎、增碳剂中挥发分测定。

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 1427 炭素材料取样方法

GB/T 3521 石墨化学分析方法

3 方法提要

在隔绝空气的情况下,将一定量的试样在规定的温度、时间下进行加热,以减少的质量占试样总质量的质量分数,减去该试样的水分含量作为试样的挥发分。

4 试剂与材料

4.1 变色硅胶:工业用。

4.2 无水氯化钙:化学纯,粒状。

4.3 双盖瓷坩埚:坩埚盖子都要紧密结合,上口外径 30 mm,中口外径 26.3 mm,下底外径 20.5 mm,高 44 mm。

4.4 单盖瓷坩埚:坩埚盖与坩埚要紧密结合,上口外径 33 mm,下底外径 18 mm,高 40 mm。坩埚总质量为 15 g~20 g。

4.5 坩埚架:耐热金属丝制成,放在架上的坩埚底部应与炉底的距离 10 mm~20 mm。详细规格参见附录 A。

5 仪器设备

5.1 天平:感量 0.1 mg。

5.2 烘箱或其他同等性能的仪器:工作温度为 105 ℃~110 ℃。

5.3 高温炉:带自动控温装置。最高温度:1 000 ℃。

5.4 干燥器:内装干燥剂(变色硅胶)。规格能够容纳坩埚架。

5.5 秒表。

6 试样

按照 GB/T 1427 的规定抽样和制样。

7 测定步骤

7.1 高品位石墨电极碎[固定碳(FC)≥98%]挥发分的测定:

称取试样 $1.000\ 0\ \text{g} \pm 0.01\ \text{g}$, 精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。放入预先于 $900\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定并已称量过的双盖瓷坩埚内, 摊平试样, 盖上坩埚盖, 放在坩埚架上。迅速将装有坩埚的架子放入 $400\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$ 高温炉的恒温区内, 同时启动秒表计时, 迅速关好炉门, 在此温度下恒定 1 h 后立即从炉中取出, 在室温下放置大约 5 min, 然后移入干燥器中冷却至室温(约 30 min)后称量。

试验的同时按 GB/T 3521 的规定测定分析水分。

对同一试样, 平行测定两次。

7.2 非石墨化增碳剂(固定碳<98%)挥发分的测定:

称取试样 $1.000\ 0\ \text{g} \pm 0.01\ \text{g}$, 精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。放入预先于 $900\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定并已称量过的单盖瓷坩埚内, 摊平试样, 盖上坩埚盖, 放在坩埚架上。迅速将装有坩埚的架子放入预先加热至 $900\ ^\circ\text{C}$ 高温炉的恒温区内, 同时启动秒表计时, 迅速关好炉门, 准确加热 7 min。坩埚及坩埚架放入后, 要求炉温在 3 min 内恢复至 $900\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$, 否则此次试验作废。加热时间包括温度恢复时间在内。7 min 后取出坩埚架, 在室温下放置大约 5 min, 然后移入干燥器中冷却至室温(约 30 min)后称量。同时测定分析水分。

对同一试样, 平行测定两次。

7.3 石墨化增碳剂挥发分的测定方法: 按 GB/T 3521 中挥发分方法测定。

8 结果的计算

按式(1)计算被测试样空气干燥基挥发分, 以质量分数表示:

$$V_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{ad} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{ad} ——空气干燥基挥发分的质量分数, 以%表示;

m ——分析试样的质量, 单位为克(g);

m_1 ——试样加热后减少的质量, 单位为克(g);

M_{ad} ——分析试样水分的质量分数, 以%表示。

计算结果表示到小数点后两位。

9 方法精密度

9.1 高品位石墨电极碎挥发分测定方法的精密度结果见表 1。

表 1 方法精密度 %

重复性限 r	再现性临界限 R
$r=0.008\ 9+0.047\ 8m$	$R=0.011\ 3+0.048\ 7m$

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的差值的绝对值不大于重复性限 r ,否则重测。

9.2 非石墨化增碳剂挥发分测定方法的精密度结果见表 2。

表 2 方法精密度 %

重复性限 r	再现性临界限 R
$r=0.045\ 2-0.001\ 0m$	$R=0.050\ 0-0.001\ 1m$

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的差值的绝对值不大于重复性限 r ,否则重测。

SN/T 3593—2013

附 录 A
(资料性附录)
坩 埚 架 图

单位为毫米

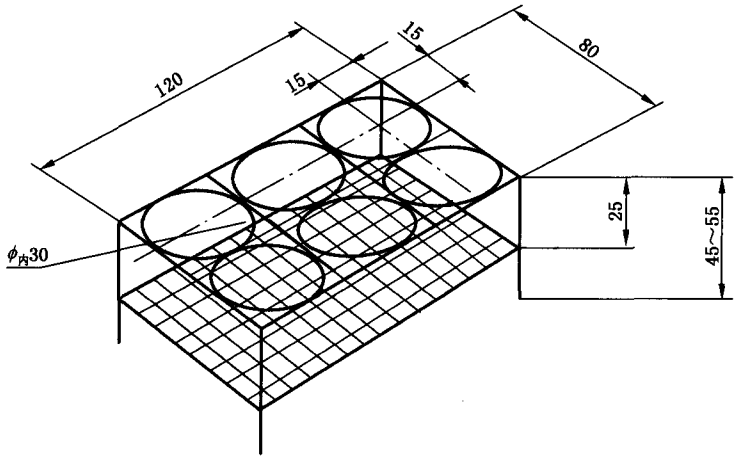


图 A.1 坩埚架图
