

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXXX. 1—XXXX

烧结烟气脱硫灰 硫酸根和亚硫酸根
含量的测定 硫酸钡重量法

Sintering flue gas desulphurization ash-Determination of sulfate and sulfite
Content-sarium sulfate gravimetric method

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：鞍钢股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：亢德华、黄磊、邓军华、仇金辉、王铁、于媛君、唐艳秀、李铁、徐永林、张若鹏、耿继双、王姜维、王伟、康宝军、张道光、陈剑、李东阳。

烧结烟气脱硫灰 硫酸根和亚硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用硫酸钡重量法测定硫酸根和亚硫酸根含量的原理、试剂、取制样、分析步骤、分析结果的计算、精密度和试验报告等。

本文件适用于烧结烟气脱硫灰中硫酸根和亚硫酸根含量的测定。测定范围(质量分数)硫酸根5.0%~25.0%，亚硫酸根10.0%~35.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

硫酸根的测定：试料经盐酸溶解，同时分解亚硫酸盐，使其中的亚硫酸盐生成二氧化硫挥发除去。用氨水沉淀分离铁、铝等杂质，在弱酸性条件下加入氯化钡溶液使之与试样中的硫酸根反应生成硫酸钡沉淀。将硫酸钡沉淀过滤分离，经灰化、灼烧后称重，从而求得硫酸根的含量。

亚硫酸根的测定：先用过氧化氢将试料中的亚硫酸盐全部氧化为硫酸根，再用盐酸溶解，按硫酸根的测定方法测定，得到总硫酸根含量，用差减法求得亚硫酸根含量。

5 试剂

除非另有说明，分析中应使用分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中三级及以上的水。

- 5.1 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 5.2 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 5.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。
- 5.4 氨水, ρ 0.90 g/mL。
- 5.5 过氧化氢溶液, 30%。
- 5.6 盐酸, 1+1。
- 5.7 氯化钡溶液, 100 g/L。
- 5.8 甲基橙指示剂溶液, 1 g/L。
- 5.9 硝酸银溶液, 10 g/L。
- 5.10 EDTA 溶液, 50 g/L。

6 取制样

按GB/T 2007.1和GB/T 2007.2方法取制样, 试样应全部通过150 μm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取0.50 g试料, 精确至0.000 1 g。

7.2 测定次数

对同一试样, 至少独立测定2次。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 硫酸根测定试料的处理

7.4.1 将试料(见7.1)放入250 mL烧杯中, 置于通风橱后加入少许水润湿, 缓慢加入20 mL盐酸(见5.1), 盖上表皿, 在电热板上低温加热至试料溶解, 煮沸10 min, 取下稍冷后加入5 mL硝酸(见5.2), 10 mL高氯酸(见5.3), 升高温度继续加热至冒浓白烟10 min。

7.4.2 取下稍冷, 用水洗净表面皿, 试液加水体积调至约100 mL, 在搅拌下加入氨水(见5.4), 调至氢氧化铁沉淀不再生成, 并过量1 mL, 加热煮沸, 冷却, 待沉淀凝聚后, 用快速滤纸过滤, 用热水洗涤7次~8次, 洗涤液用500 mL烧杯盛接。

7.4.3 滤液(见7.4.2)加入4滴甲基橙指示剂(见5.8)和5 mL EDTA溶液(见5.10), 用盐酸(见5.6)调至恰呈红色并过量3 mL, 稀释体积至300 mL, 加热煮沸, 在搅拌下慢慢加入10 mL氯化钡溶液(见5.7), 在微沸状态下保持约2 h, 控制溶液最终体积约为200 mL。溶液冷却后陈化3 h以上用慢速滤纸过滤, 并用热水洗至无氯离子为止(用硝酸银溶液(见5.9)检查)。

7.5 亚硫酸根测定试料的处理

将试料(见7.1)放入250 mL干燥的烧杯中, 加入20 mL过氧化氢(见5.5), 轻轻摇匀, 放置30 min, 每隔5 min摇动一次。以下按7.4操作。

7.6 测定

将带有沉淀的滤纸移入预先恒重的瓷坩埚中，低温灰化滤纸后，于温度 $830\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧40 min，取出冷却至室温称重，再继续灼烧15 min，冷却称重，如此反复直至质量恒定。

8 分析结果的计算

8.1 硫酸根含量的计算

硫酸根的含量以 $w(\text{SO}_4^{2-})$ 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \times 0.4114}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——测定硫酸盐时试样与坩埚的总质量，单位为克（g）；
- m_2 ——测定硫酸盐时盛装试样用空坩埚质量，单位为克（g）；
- m_3 ——测定硫酸盐时空白与坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_4 ——测定硫酸盐时盛装空白用空坩埚质量，单位为克（g）；
- m_0 ——测定硫酸盐时试料量，单位为克（g）；
- 0.4114——硫酸钡对 SO_4^{2-} 的换算系数。

8.2 亚硫酸根含量的计算

亚硫酸根的含量以 $w(\text{SO}_3^{2-})$ 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w(\text{SO}_3^{2-}) = \left[\frac{(m_5 - m_6) - (m_7 - m_8) \times 0.4114}{m_0} \times 100 - w(\text{SO}_4^{2-}) \right] \times 0.8333 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- m_5 ——测定亚硫酸盐时试样与坩埚的总质量，单位为克（g）；
- m_6 ——测定亚硫酸盐时盛装试样的空坩埚质量，单位为克（g）；
- m_7 ——测定亚硫酸盐时空白与坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_8 ——测定亚硫酸盐时盛装空白用空坩埚质量，单位为克（g）；
- 0.8333—— SO_4^{2-} 对 SO_3^{2-} 的换算系数。

9 精密度

本文件测试结果的精密度于2020年由6个实验室，对5个水平的样品进行精密度试验，每个实验室对每个水平独立测试3次，按GB/T 6379.2统计确定方法的精密度见表1。

表1 精密度

%

组分	含量范围（质量分数）	重复性限 r	再现性限 R
SO_4^{2-}	5.0~25.0	$1gr=0.53071gm-1.0371$	$1gR=0.29861gm-0.7104$

SO_3^{2-}	10.0~35.0	$r=0.01241m+0.1572$	$1gR=0.59881gm-1.0795$
-------------	-----------	---------------------	------------------------

当两次独立分析结果差值的绝对值不大于 r 时，则取其算术平均值 μ 作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 时，按附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170的规定修约，原始结果见附录B。

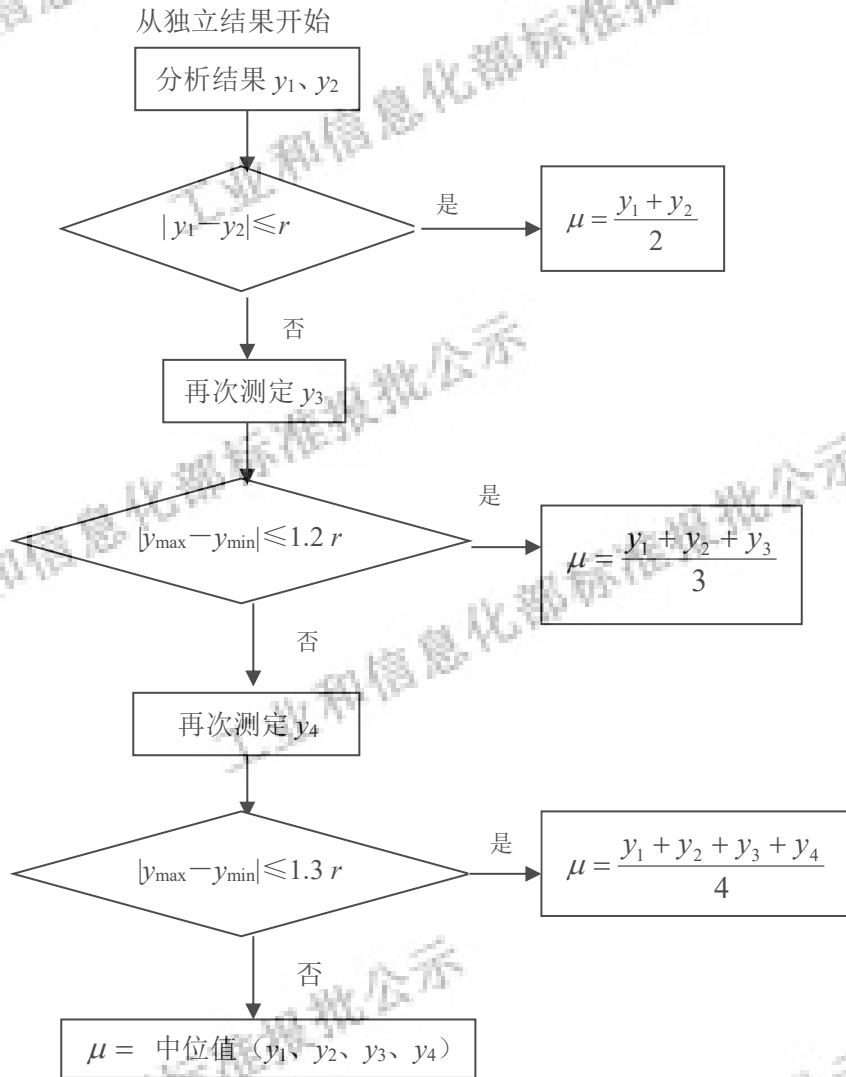
10 试验报告

试验报告应包括以下信息：

- 测试实验室名称和地址；
- 收样日期和试验报告签发日期；
- 执行的文件编号；
- 试样本身必要的详细说明；
- 试样的保留时间；
- 试验结果；
- 测定过程中存在的任何异常特性和在本文件中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作；
- 试样检测人员和报告签发人员。

附录 A
(规范性)

试样分析结果接受程序流程图



图A.1 试样分析结果接受程序流程图

附录 B

(资料性)

精密度实验原始数据

表B.1和B.2是2020年由6个实验室对5个水平样品进行精密度试验的原始数据。

表 B.1 硫酸根含量精密度试验原始数据

实验室	硫酸根含量(质量分数)/%				
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5
1	5.306	8.449	10.178	13.556	22.471
	5.238	8.375	10.346	13.407	22.152
	5.331	8.236	10.326	13.355	22.456
2	5.373	8.613	10.206	13.314	22.589
	5.443	8.754	10.118	13.129	22.228
	5.268	8.517	10.091	13.214	22.189
3	5.233	8.514	10.428	13.004	22.637
	5.364	8.713	10.315	13.106	22.396
	5.415	8.598	10.199	13.314	22.413
4	5.252	8.412	10.295	13.146	22.556
	5.308	8.586	10.443	13.489	22.385
	5.192	8.462	10.149	13.288	22.567
5	5.441	8.497	10.379	13.16	22.271
	5.569	8.396	10.225	13.458	22.546
	5.558	8.475	10.104	13.377	22.375
6	5.343	8.344	10.349	13.122	22.781
	5.324	8.575	10.469	13.384	22.458
	5.489	8.561	10.558	13.128	22.656

表B.2 亚硫酸根含量精密度试验原始数据

实验室	亚硫酸根含量（质量分数）/%				
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5
1	11.728	15.552	18.416	24.442	31.879
	11.826	15.504	18.701	24.456	31.619
	11.763	15.756	18.589	24.712	31.846
2	11.97	15.717	18.868	24.452	31.226
	12.011	15.504	18.947	24.978	31.426
	11.784	15.505	18.645	24.864	31.655
3	11.518	15.426	18.733	24.477	31.254
	11.785	15.456	18.641	24.823	31.336
	11.849	15.214	18.845	24.488	31.589
4	11.807	15.496	18.651	24.955	31.822
	11.814	15.353	18.439	24.787	31.436
	11.894	15.578	18.541	24.818	31.626
5	11.941	15.557	18.442	24.328	31.547
	11.823	15.698	18.569	24.641	31.856
	11.745	15.747	18.721	24.567	31.974
6	11.834	15.612	18.326	24.776	31.863
	11.567	15.756	18.546	24.603	31.641
	11.746	15.821	18.411	24.486	31.456