

ICS 71.100.10

CCS Q 52

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.20—202X

代替YS/T 63.20—2006

铝用炭素材料检测方法

第20部分：硫分的测定

Carbonaceous materials used for the production of aluminium —

Part 20: Determination of sulfur content

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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。

本文件是YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》的第20部分。YS/T 63已经发布了以下部分：

- 第1部分：阴极糊试样焙烧方法、焙烧失重的测定及生坯试样表观密度的测定；
- 第2部分：室温电阻率的测定；
- 第3部分：热导率的测定 比较法；
- 第4部分：热膨胀系数的测定；
- 第5部分：有压下底部炭块钠膨胀率的测定；
- 第6部分：开气孔率的测定；
- 第7部分：表观密度的测定 尺寸法；
- 第8部分：真密度的测定 比重瓶法；
- 第9部分：真密度的测定 氦比重计法；
- 第10部分：空气渗透率的测定；
- 第11部分：空气反应性的测定 质量损失法；
- 第12部分：预焙阳极CO₂反应性的测定 质量损失法；
- 第13部分：弹性模量的测定；
- 第14部分：抗折强度的测定 三点法；
- 第15部分：耐压强度的测定；
- 第16部分：微量元素的测定 X射线荧光光谱分析方法；
- 第17部分：挥发分的测定；
- 第18部分：水分含量的测定；
- 第19部分：灰分含量的测定；
- 第20部分：硫分的测定；
- 第21部分：阴极糊 焙烧膨胀/收缩性的测定；
- 第22部分：焙烧程度的测定 等效温度法；
- 第23部分：预焙阳极空气反应性的测定 热重法；
- 第24部分：预焙阳极CO₂反应性的测定 热重法；
- 第25部分：无压下底部炭块钠膨胀率的测定；
- 第26部分：耐火材料抗冰晶石渗透能力的测定；
- 第27部分：预焙阳极断裂能量的测定。

本文件代替YS/T 63.20-2006《铝用炭素材料检测方法 第20部分：硫分的测定》，与YS/T 63.20-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测量范围（见第1章，2006版的第1章）；
- b) 更改了底部炭块等通过的标准筛网的尺寸（见第4章，2006版的第5章）；
- c) 增加了燃烧-红外吸收法测定硫分的原理、设备、测定方法和精密度（见第6章）。

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专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、甘肃东兴铝业有限公司、贵州路兴碳素新材料有限公司、山东南山铝业股份有限公司、中铝山西新材料有限公司。

本文件主要起草人：仓向辉、张树朝、石磊、张伟南、王铁山、杨建伟、杨振华、刘建

英、张宁、隋保卫、赵亚斐、晏唯真、王锦。

本文件历次版本发布情况：

——2006年首次发布为YS/T 63.20-2006《铝用炭素材料检测方法 第20部分：硫分的测定》；

——本次为第一次修订。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

引言

铝用炭素材料是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，铝用炭素材料检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证铝用炭素材料质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于铝用炭素材料生产、贸易结算、分析比对、电解铝等领域，为我国铝用炭素材料工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》系列标准包含了室温电阻率、热膨胀系数、真密度、耐压强度、微量元素、挥发分、灰分等指标的测定。

YS/T 63.20 规定了铝用炭素材料硫分的测定方法，本次修订增加了燃烧-红外吸收法，增加了术语和定义。

铝用炭素材料检测方法 第 20 部分：硫分的测定

1 范围

本文件规定了铝用炭素材料硫分的测定方法。

本文件适用于测定铝用炭素材料中的硫分，测量范围： $\geq 0.10\%$ 。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 26297.1 铝用炭素材料取样方法 第 1 部分：底部炭块

GB/T 26297.2 铝用炭素材料取样方法 第 2 部分：侧部炭块

GB/T 26297.3 铝用炭素材料取样方法 第 3 部分：预焙阳极

GB/T 26297.4 铝用炭素材料取样方法 第 4 部分：阴极糊

3 术语和定义

本文件没有界定的术语和定义。

4 艾氏卡试剂法

4.1 原理

将试样与艾氏卡试剂混合，在一定的温度下灼烧，使试样中的硫被氧化成二氧化硫或三氧化硫，硫的氧化物再与碳酸钠及氧化镁作用生成硫酸盐，用水将硫酸盐浸出，调节PH值，加入氯化钡溶液使其生成硫酸钡沉淀，过滤，灼烧，根据硫酸钡沉淀的重量计算试样中的硫含量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 艾氏卡试剂：将无水碳酸钠和氧化镁按照1:2的质量比混合，研细至粒度小于0.2mm，贮于带磨口的试剂瓶中。

4.2.2 盐酸溶液（1+1）。

4.2.3 氯化钡溶液（100g/L）。

4.2.4 硝酸银溶液（10g/L）。

4.2.5 甲基红溶液（1g/L）。称取0.10g甲基红，溶于50mL无水乙醇中，用蒸馏水稀释至100mL。贮存在棕色磨口瓶中。

4.2.6 硫酸钾溶液（2g/L）：称取2g硫酸钾预先在110°C \pm 5°C干燥，然后用水稀释至1L。

4.2.7 定性滤纸：中速，直径90mm~110mm。

4.2.8 定量滤纸：中速，直径90mm~110mm，要求1张滤纸灰化后的质量小于0.1mg。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 烧杯：400mL。
 4.3.2 瓷坩埚：30mL，50mL两种。
 4.3.3 烘箱：温度控制在 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
 4.3.4 干燥器：内装干燥剂。
 4.3.5 分析天平：感量0.1mg。
 4.3.6 马弗炉：温度控制在 $825^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 样品

- 4.4.1 底部炭块、侧部炭块、预焙阳极、阴极糊分别按 GB/T 26297.1、GB/T 26297.2、GB/T 26297.3、GB/T 26297.4 的规定进行取样。
 4.4.2 对于底部炭块、预焙阳极、侧部炭块，取样后粉碎并研磨至试样全部通过 0.15mm 的标准筛网；对于阴极糊样品，取样后先破碎至 4mm 以下，充分混合，用四分法缩分至约 60g，再全部破碎至通过 0.2mm 标准筛网。
 4.4.3 样品(4.4.2)预先在烘箱（4.3.3）中于 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下至少烘干 2h，取出冷却，贮存在干燥器（4.3.4）内备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取1g样品 m_1 （4.4.3），精确至0.1mg。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 测定

- 4.5.3.1 将试样（4.5.1）置于已加入2.0g艾氏卡试剂（4.2.1）的50mL瓷坩埚（4.3.2）中，搅匀，再用1.0g艾氏卡试剂覆盖。
 4.5.3.2 将4.5.3.1中的瓷坩埚放入冷的马弗炉（4.3.6）中；在1h~1.5h内将温度升至 825°C ，并在 $825^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 保温2h；将瓷坩埚从马弗炉中取出，冷却至室温，用玻璃棒搅动灼烧物，若发现有未烧尽的黑色颗粒，应在 $825^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 继续灼烧0.5h，将灼烧物移入400mL烧杯中，用热蒸馏水仔细冲洗瓷坩埚内壁，将冲洗液倒入烧杯中，再加入100mL~150mL热蒸馏水，用玻璃棒仔细捣碎灼烧物（此时若发现尚有未烧尽的试样颗粒，则本次试验作废，应当重新测定）；捣碎后，用倾泻法以定性滤纸（4.2.7）过滤，并用热蒸馏水将灼烧物冲洗至滤纸上，继续以热蒸馏水仔细冲洗滤纸上的灼烧物，次数不少于10次。
 4.5.3.3 向滤液中加2~3滴甲基红溶液（4.2.5），然后，滴加盐酸溶液（4.2.2）直至滤液颜色变红，再多加1mL，烧杯盖上表面皿，煮沸，将溶液的体积控制在200mL左右；停止煮沸，取下表面皿，在玻璃棒的搅拌下，逐滴加入10mL氯化钡溶液（4.2.3），盖上表面皿，加热，继续煮沸5min，取下，陈化12h。
 4.5.3.4 用定量滤纸（4.2.8）过滤，并用蒸馏水洗涤沉淀至洗液中无氯离子为止，用硝酸银溶液（4.2.4）检验。
 4.5.3.5 将沉淀物和滤纸放入预先于 $825^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉（4.3.6）中灼烧至恒重的30mL瓷坩埚（4.3.2）中，先在电炉上低温灰化滤纸(注意别燃烧着火)，然后移入 $825^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 的马弗

炉（4.3.6）中，灼烧1h，取出，置于干燥器（4.3.4）中，冷却30min，称量并记录 m_2 ，精确至0.1mg；重复灼烧，称量至恒重。

4.5.4 空白试验

随同试样作空白试验，按照4.5.3进行空白值的测定，不加试样最终称量沉淀记录 m_3 ；在步骤4.5.3.3中使用同一标记的移液管，在滴加甲基红指示剂（4.2.5）之前加入25.0mL的硫酸钾溶液（4.2.6）到滤液中。

4.6 试验数据处理

按公式（1）计算硫分的含量 w_s ，单位为百分含量（%）：

$$w_s = \frac{13.74(m_2 - m_3 + 0.03348\rho_{K_2SO_4})}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 —— 试样的重量，单位为克（g）；

m_2 —— 测定过程中硫酸钡的重量，单位为克（g）；

m_3 —— 空白试验硫酸钡的重量，单位为克（g）；

$\rho_{K_2SO_4}$ —— 硫酸钾溶液的质量百分浓度，单位为克每升（g/L）。

0.03348 —— 25mL 的硫酸钾换算为硫酸钡的量的换算系数。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.08%，以大于 0.08% 的情况不超过 5% 为前提。

4.7.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.12%，以大于 0.12% 的情况不超过 5% 为前提。

5 燃烧—红外吸收法

5.1 原理

将试样置于红外吸收分析仪的电阻炉中，在氧气流下高温燃烧，硫被氧化成二氧化硫气体，利用红外分析仪的积分程序测定二氧化硫总的生成量，再计算炭素材料中硫的含量。

5.2 仪器和试剂

5.2.1 氧气：纯度优于 99.5%。

5.2.2 瓷坩埚：尺寸与 5.2.3 配套，预先在 1000℃±10℃ 马弗炉中烧至恒重。

5.2.3 红外吸收分析仪，满足测量精度要求，电阻炉炉温能保持在 1350℃ ± 10℃。

5.3 试验步骤

5.3.1 设备预热

按仪器使用说明书调节氧气压力或流量，并将红外吸收分析仪（5.2.3）在此条件下运行2h以上。

5.3.2 空白试验

将空坩埚放入红外吸收分析仪的电阻炉（5.2.3）中，按厂家提供的仪器操作方法在1350℃进行试验。试验空白值不得超过0.005%。

5.3.3 校正

用标准样品按检测方法进行测试，重复测试4次，结果稳定时，取其平均值对仪器进行参数校正。校准后取另一标准样品进行测试，测定结果在允许差范围内，可进行样品测试，否则重新校正。

5.4 测定

称取0.2g~0.3g样品（4.4.3），精确至0.1mg。将称有试料的坩埚放入红外吸收分析仪（5.2.3）的电阻炉中，按厂家提供的仪器操作方法在1350℃进行试验，并记录测试结果。计算结果表示到小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

5.5 精密度

5.5.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.10%，以大于0.10%的情况不超过5%为前提。

5.5.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.15%，以大于0.15%的情况不超过5%为前提。

6 试验报告

检验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
 - 本文件编号；
 - 所使用的方法；
 - 测量结果及其计量单位，结果保留至小数点后两位；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-