ICS 71.100.10

D59

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.8—201X

代替YS/T 273.8-2006

冰晶石化学分析方法和

物理性能测定方法

第8部分：硫酸钡重量法测定

硫酸根含量

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—

Part 8：Determination of sulphate content by barium sulphate gravimetric method

(预审稿）

201X—XX—XX发布 201X—XX—XX实施



YS/T 273.8—201X

1. 前 言
2. YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为18部分：

——第1部分 重量法测定湿存水含量；

——第2部分 灼烧减量的测定；

——第3部分 氟含量的测定；

——第4部分 EDTA容量法测定铝含量；

——第5部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量；

——第6部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量；

——第7部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量；

——第8部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量；

——第9部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；

——第10部分 重量法测定游离氧化铝含量；

——第11部分 X射线荧光光谱分析法测定硫含量；

——第12部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；

——第13部分 试样的制备和贮存；

——第14部分 X射线荧光光谱分析法测定元素含量；

——第15部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量；

——第16部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量；

——第17部分 ICP-AES法测定元素含量；

——第18部分 物相定性分析 X-射线衍射法。

1. 本部分为第8部分。

本部分是对YS/T 273.8-2006的修订，除了进行编辑整理外，还将原标准中“3.6氯化钡溶液浓度（122g/L）：称取122g结晶氯化钡（BaCl2﹒2H2O）”修订为“氯化钡溶液（61g/L）：称取61g结晶氯化钡（BaCl2﹒2H2O）”，“6.4.3缓慢加入20ml沸热的氯化钡溶液” 修订为“6.4.4慢慢加入30mL沸热的氯化钡溶液”，补充了操作细节的描述，修订了精密度章节，其它内容基本没有变化。

1. 本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

YS/T 273.8—201X

 本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

1. 本标准负责起草单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、广东省工业分析检测中心、山东南山铝业股份有限公司、中金岭南、长沙矿冶研究院有限责任公司分析检测中心、云南云铝润鑫铝业有限公司、贵州省分析测试研究院。
2. 本标准主要起草人： XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

 本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

1. 本标准所代替标准的历次版本发布情况为：
2. ——YS/T 273.8-2006；

——YS/T 273.8-1994

YS/T 273.8—201X

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第8部分：硫酸钡重量法测定硫酸根含量

**1 范围**

本标准规定了冰晶石中硫酸根含量的测定方法。

本标准适用于冰晶石中硫酸根含量得测定。测定范围（质量分数）：0.10-1.50%。

**2 方法提要**

 试样用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融，熔融物用高氯酸溶解，在酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，将硫酸钡沉淀在850℃灼烧，后称量计算硫酸根含量。

**3 试剂**

3.1无水碳酸钠（优级纯）

3.2硼酸（优级纯）

3.3高氯酸（ρ1.67g/mL）

3.4硫酸（ρ1.84g/mL）

3.5盐酸（6mol/L）

3.6 氯化钡溶液（61g/L）

 称取61g结晶氯化钡（BaCl2﹒2H2O），用水溶解后稀释至1L。

3.7硝酸银-硝酸溶液（5g/L）

 溶解0.5g硝酸银于少量水中，加10ml硝酸（ρ1.40g/mL）用水稀释至100ml，混匀。

**4 仪器**

4.1铂皿

 平底，直径75mm，高30mm，带铂盖。

4.2铂坩埚

 直径30mm，高30mm。

4.3烘箱

 能满足温度控制在110±2℃的要求。

4.4高温炉

 能满足温度控制在825±20℃和850±20℃的要求。

**5 试样**

试样应符合YS/T 273.13要求。

YS/T 273.8—201X

**6 分析步骤**

1. 安全措施：进行高氯酸的蒸发必须在无氨、无硝酸蒸气的通风橱内进行。
2. **6.1试料**

 称取1g干燥试样，精确至0.0001g。

1. **6.2测定次数**

 独立进行两次测定，取其平均值。

1. **6.3空白试验**

 随同试料做空白试验。

1. **6.4 测定**

6.4.1 称取3.75g无水碳酸钠（3.1）和1.25g硼酸（3.2）置于铂皿（4.1）中，加入试料1.0g（6.1），小心用铂勺混匀，盖上皿盖。放入825±20℃的高温炉（4.4）中，用支架将铂皿与炉底面隔开。熔融30min后取出铂皿于空气中冷却至室温。

6.4.2 将装有试样的铂皿（带盖）放入500mL烧杯中，加入25mL高氯酸（3.3）的15mL去离子水，略微加热溶液使铂皿（带盖）中的试样完全溶解在溶液中，再用煮沸的去离子水充分冲洗铂皿和铂盖，使铂皿和铂盖上残留的试样完全进入烧杯中。

6.4.3 在电炉上低温加热烧杯，烧杯上放有表面皿（注意，表面皿斜插入烧杯中，用玻璃棒固定），使溶液蒸发至近干。蒸发时电炉温度不能太高，防止蒸发过程太剧烈，蒸发时间控制在40分钟左右为宜，此时，用玻璃棒按压烧杯底部样品，样品呈粉末状或结块即停止加热（此时烧杯中应还会有大量白烟冒出），如果再延长蒸发时间直至没白烟，则固体样品中会生成少量氧化铝，不易溶于下一步的稀盐酸溶液中，从而引起检测结果偏高。

6.4.4烧杯冷却后加入10mL盐酸（3.5），用煮沸的去离子水洗涤烧杯壁并充分搅拌，使试样完全溶解，再加入热水至溶液体积约为300mL。将溶液加热至沸，在搅拌下，慢慢加入30mL沸热的氯化钡溶液（3.6）并煮沸5min，用表皿盖上烧杯，在室温下静置16h。

6.4.5 用慢速定量滤纸过滤溶液，先用倾泻法将沉淀过滤到滤纸上，再用热水反复洗涤沉淀至滤液中检测不出氯离子（用硝酸银溶液检查）。

6.4.6 将滤纸和沉淀置于预先在850±20℃加热并于干燥器中冷却称量的铂坩埚（4.2）中，在110±2℃的烘箱（4.3）中干燥1h，然后移入高温炉（4.4）中于低温处灰化5min，然后在850℃±20℃灼烧30min，取出铂坩埚置于干燥器中冷却至室温，如果灼烧后的沉淀是白色的，即可称量。若沉淀是灰色则表示有石墨碳存在，滴加几滴硫酸（3.4）润湿，再置于高温炉（4.4）中在850±20℃灼烧15分钟，取出置于干燥器中冷却至室温，称量。

YS/T 273.8—201X

**7 分析结果的计算**

 按公式（1）计算硫酸根的质量分数（%）：

 ω(SO42-)=$\frac{0.4116×（m\_{2}-m\_{1}）}{m\_{0}}×100$………………………………（1）

式中：

 0.4116——硫酸钡换算成硫酸根的系数；

$ m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）；

 $m\_{1}$——空白测定时硫酸钡的含量，单位为克（g）；

 $m\_{2}$——试料测定时硫酸钡的含量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。

**8 精密度**

**8.1重复性**

重复性是表明同一操作人员在同一实验室使用同一台仪器，按照方法规定的步骤，在连续的时间内对样品进行重复测定，其两个单个结果所允许的差异，用重复性限r表示。在以下给出的平均值范围内，两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限r

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸根的质量分数（%） | 0.201 | 0.435 | 0.687 | 1.048 |
| 重复性限（r） | 0.028 | 0.041 | 0.062 | 0.077 |

**8.2再现性**

再现性是表示不同操作人员在不同实验室使用不同的仪器，按照方法规定的步骤，在连续时间内对样品进行重复测定，其两个独立结果所允许的差异，用再现性限R表示。在以下给出的平均值范围内，两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限R

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸根的质量分数（%） | 0.201 | 0.435 | 0.687 | 1.048 |
| 再现性限（R） | 0.048 | 0.085 | 0.110 | 0.164 |

**9 质量保证与控制**

应用国家标准样品或行业级标准样品，每6个月效核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误，重新进行效核。