ICS 71.100.10

YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第8部分 硫酸根含量的测定

硫酸钡重量法

Determination of chemical contents and physical properties of aluminium fluoride Part 8: Determination of sulphate content—

Barium sulphate gravimetric method

（预审稿）

 YS/T 581.8—202X

代替YS/T 581.8-2006

中华人民共和国有色金属行业标准

CCS H30

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 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》的第8部分。YS/T 581已经发布了以下部分：

——第1部分 重量法测定湿存水含量

——第2部分 灼减量的测定

——第3部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量

——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 硫酸根含量测定 硫酸钡重量法

——第9部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量

——第10部分 X射线荧光光谱法测定硫含量

——第11部分 试样的制备和贮存

——第12部分 粒度分布的测定 筛分法

——第13部分 安息角的测定

——第14部分 松装密度的测定

——第15部分 游离氧化铝的测定

——第16部分 X射线荧光光谱分析法测定元素含量

——第17部分 流动性的测定

——第18部分 X射线荧光光谱分析（分析）法测定元素含量

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。

本文件是对YS/T 581.8-2006《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第8部分 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法》的修订，与YS/T 581.8-2006相比主要变化如下：

a)修改标准题目为《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第8部分 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法》（见题目，2006年版的题目）；

b)修改“1 范围”，测定范围由“0.10%~1.50%” 修改为“0.050%~1.50%”（见第1章，2006年版的第1章）；

c)增加“2 规范性引用文件”（见第2章）；

d)增加“3 术语和定义”（见第3章）；

e)增加“5 试剂或材料”中纯度要求与描述，修改氯化钡浓度为100g/L（见第5章，2006年版的第3章）；

f)增加“6仪器及设备”中 “6.4 分析天平”设备（见第6章，2006年版的第4章）；

g)增加“7 试样”中文字描述（见第7章，2006年版的第5章）；

h)修改“8.4.2”高氯酸加入量间，由“2.5 mL”修改为“25 mL”（见第8章，2006年版的第6章）；

i)增加“8.4.5”低温的范围规定为“200℃-300℃”，修改“几滴硫酸”为“3-4滴硫酸” （见第8章，2006年版的第6章）；

j) 修改“10.1 重复性”数据内容为表1，“10.2 再现性”数据内容为表2（见第10章，2006年版的第8章）；

k) 增加“11 质量保证与控制”中“内控标样”类别（见第11章）；

l) 增加“12检测报告”内容（见第12章）；

m) 同时增加“附录 A”氯离子检验操作（见附录A）。

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:中铝业股份有限公司郑州研究院、XXXX。

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况：

——2006年首次发布为YS/ T 581.8-2006；

——本次为第一次修订。

引 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》是氟化铝化学分析和物理性能测定方法的系列标准，该系列标准包含氟化铝样品制备、水分和灼减测定、元素含量的化学分析、粒度等物理分析的多种分析操作的技术规范，标准在氟化铝贸易结算、实验室分析比对、氟化铝和电解铝生产等多领域应用广泛。

氟化铝硫酸根含量是氟化铝常规测定的重要项目。本文件规定了氟化铝硫酸根测定的操作技术要求。现行检测方法YS/T 581.8-2006是2006年颁布实施，原标准中问题较多，硫酸根测定下限值过高，与当今氟化铝产品实际硫酸根状况不符；原版本中高氯酸加入量过低，仅为2.5mL，氟元素不能完全去除，影响后续测定；缺少氯离子检验方法描述，不利于实际操作；标准涉及的试剂纯度未标明、标准文本有编辑性漏洞。

鉴于此，对YS/T 581.8重新进行修订：测定范围修改为“0.050%~1.50%”使之更符合实际范围；修改高氯酸加入量为25mL；附录增加硝酸银检验氯离子方法的规范性操作；标注试剂纯度利于操作，同时增加器材和完善标准文本细节。

通过本次修订：与时俱进修订硫酸根含量下线范围，使低含量硫酸根测定有标准可依据，分析标准真正起到规范、引领的指导作用；在保证准确度情况下，氯化钡浓度由于原122g/L修改为100g/L，节约试剂避免浪费，同时也减少液体废液的污染；在附录中增加硝酸银检验氯离子方法的规范描述，利于实际操作；通过提高原标准的高氯酸加入量，确保样品溶解、氟元素全部去除，增强了标准的实用性和广泛适用性；编辑性修改更加完善标准、增加标准严谨度、利于本标准及氟化铝检测技术的宣传，提高本标准在铝行业的实际应用程度。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第8部分 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

1 范围

本文件规定了氟化铝中硫酸根的测定方法。

本文件适用于氟化铝中硫酸根含量的测定。测定范围：0.050%~1.50%。

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断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料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，以氯化钡沉淀硫酸根离子，将硫酸钡在850℃灼烧后，称量。

5 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。

5.1 无水碳酸钠，优级纯。

5.2 硼酸，优级纯。

5.3 高氯酸（*ρ=*1.67 g/mL），优级纯。

5.4硫酸（*ρ=*1.84 g/mL），优级纯。

5.5盐酸（6 mol/L），优级纯。

5.6氯化钡（100 g/L）：称取100 g结晶氯化钡（BaCl2·2H2O），用水溶解后稀释至1 L。

5.7硝酸银（优级纯）（5 g/L）：溶解0.5 g硝酸银于少量水中，加10 mL硝酸（优级纯配制，*ρ=*1.40 g/mL），用水稀释至100 m L混匀。

6 仪器及设备

6.1 铂皿及铂盖：平底，直径75 mm，高30 mm。

6.2 铂坩埚：直径30 mm，高40 mm。

6.3 烘箱：能控制温度在110℃±5℃。

6.4高温炉：能控制温度在850℃±20℃。

6.5 分析天平：精度能达到±0.1 mg。

7 试样

试样粒度应小于63 μm并在110℃±5℃电烘箱（5.3）中干燥不少于2 h。

8 分析步骤

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。

8.1 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.2 试料

称取1.0 g试样（7），准确记录试料称量质量。试料质量记为*mo*。

1. 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 称取3.75 g无水碳酸钠（5.1）和1.25 g硼酸（5.2）置于铂皿（6.1）中，加入试料（8.2），小心地用铂勺混匀。盖上皿盖。放入高温炉（6.4）中，用支架将铂皿和炉底面隔开。控制在850℃±20℃熔融30 min（空白试验熔融5min），取出铂皿，于空气中冷却。

8.4.2 向铂皿中加入25.0 mL高氯酸（5.3），15 mL水，盖上铂盖，加热至皿内熔融物完全溶解，用热水小心将皿盖上的残渣洗入皿中，在电热板上蒸发至近干，冷却，加入10 mL盐酸（5.5），加热至残渣完全溶解。将溶液移入500 mL烧杯中，用热水洗涤溶液至体积约300 mL。

8.4.3 将溶液加热至沸，在搅拌下，慢慢加入20 mL沸腾的氯化钡（5.6），用表面皿盖上烧杯，在室温将沉淀静置16h。

8.4.4 用致密滤纸过滤沉淀，先用倾泻法洗涤，然后将沉淀转移到滤纸上，用热水洗涤至无氯离子反应，用硝酸银检验（操作见附录A）。

8.4.5 将盛有沉淀的滤纸置于预先在850℃±20℃加热并于干燥器中冷却称量的铂坩埚（6.2）中，再将铂坩埚置于110℃±5℃的烘箱（6.3）中，干燥1 h，然后移入高温炉（6.4）中，先在低温（200℃-300℃之间）处灰化滤纸，然后在850℃±20℃灼烧30 min。取出置于干燥器中冷却至室温，如果灼烧后沉淀是白色的，即可称量。若沉淀是灰色的则表示有石墨状碳存在，用3-4滴硫酸（5.4）湿润，再置于高温炉（6.4）中于850℃±20℃灼烧15 min，取出置于干燥器中冷却至室温，称量。

9 分析结果的计算

 硫酸根的含量以硫酸根质量分数*ω硫酸根*计，按公式（1）计算：

$ω\_{硫酸根}=\frac{0.4116×（m\_{2}-m\_{1}）}{m\_{0}}×100\%………………（1）$$ω\_{灼减量}=\frac{m\_{1}-m\_{2}}{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）；

*m1*——空白测定时硫酸钡的质量，单位为克（g）；

*m*2——试料测定时硫酸钡的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过表1给定的重复性限（*r*），超过重复性限(*r*)的情况不超过5%。重复性限（*r*）按表1数据采用线性内差法或外延法求得。

表1 实验室内重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 硫酸根的质量分数% | *R*% |
| 0.084 | 0.020 |
| 0.26 | 0.040 |
| 0.74 | 0.060 |

10.2 再现性

实验室间分析结果的差值不大于表2所列再现性限（*R*）。

表2 实验室间再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 硫酸根的质量分数% | *R* % |
| 0.05-0.80 | 0.07 |
| >0.80-1.50 | 0.10 |

11 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业标准样品或内控标准样品，每月或每二月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

12 检测报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试样；

—— 使用的标准；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 观察到的异常现象；

—— 试验日期。

附录A

硝酸银检验氯离子操作程序如下：

a）取约1mL待测溶液，用滴管滴加已硝酸酸化的硝酸银溶液（5.7）；

b）如滴加5滴后有白色沉淀，且震荡摇晃后白色沉淀仍然存在，则证明溶液中有氯离子存在；

c）如滴加5滴后没有白色沉淀，且震荡摇晃后继续滴加5滴待测溶液仍没有白色沉淀，则证明溶液中没有氯离子存在。