

YS/T 63.20-202X

铝用炭素材料检测方法
第 20 部分：硫分的测定
编制说明

(送审稿)

中铝郑州有色金属研究院有限公司

2022-3

一、工作简况

（一）任务来源

根据《工业和信息化部办公厅关于印发 2020 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》工信厅科函[2020]263 号和有色金属标委会[2021]32 号要求，在 2021 年 5 月在杭州召开有色金属标准工作会，会议要求由中铝郑州有色金属研究院有限公司牵头负责标准的修订工作，承担 YS/T 63.20-2006《铝用炭素材料检测方法 第 20 部分：硫分的测定》（计划号 2020-1534T-YS）的标准修订工作，完成年限为 2022 年。技术归口单位为全国有色金属标准技术委员会。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

中铝郑州有色金属研究院有限公司（原中国铝业郑州研究院）是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。主要研究领域包括铝土矿综合利用、氧化铝、电解铝、铝用炭素以及轻金属材料。建有世界上最大的氧化铝试验基地、具有世界先进水平的国家大型铝电解工业试验基地、世界上唯一的铝土矿综合利用试验基地，拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。建立了基础研究、技术开发、扩大试验、工业试验、工程化和产业化完整的铝工业科技创新体系。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括 TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC 等在内的大型仪器设备 80 余套。2004 年通过了中国质量认证中心(CQC)质量、健康安全、环境三大体系认证。依托研究院设立的国家轻金属质量监督检验中心（郑州轻金属研究院检测实验室）主要负责我国铝镁及其合金 12 类 77 种产品的质量监督检查、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织 ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是 ISO/TC79/SC12 主席单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组组长单位。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
寇帆	主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调。
仓向辉、匡玉云	参编人员，负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。

（三）主要工作过程

1、预研阶段：标准主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）长期从事铝用碳素的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验，也发现了现行标准中存在的一些不足之处。在此基础上，主编单位有关技术人员，深入一线企业进行调研，了解铝用碳素硫分测量方法的应用情况，先后与多家企业技术人员深入讨论标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，形成标准草案。

2、立项阶段

2019年10月有色金属标委会在山东泰安召开年会，中铝郑州有色金属研究院有限公司向全体委员会提交了YS/T 63.20《铝用炭素材料检测方法 第20部分：硫分的测定》的项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意行业标准立项。由秘书处组织委员网上投票。投票通过后转报工信部，并挂网向社会公开征求意见。

3、起草阶段

2021年5月27日，于浙江杭州市举办了轻金属标准工作会议，来自全国二十多家单位三十余名代表参加了会议。会议针对《铝用炭素材料检测方法 第8部分真密度的测定 比重瓶法》进行了认真、热烈的讨论，达成了一致意见，确定了样品提供单位为中铝郑州有色金属研究院有限公司，样品复验单位为山东南山铝业股份有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司等；文本经过编辑于2021年6月15日形成了《铝用炭素材料检测方法 第20部分 硫分的测定》标准征求意见稿。

4、征求意见阶段

2021年12月29日，于海南海口市举办了轻金属标准工作会议，来自全国二十多家单位三十余名代表参加了会议。会议针对《铝用炭素材料检测方法第20部分 硫分的测定》进行了认真、热烈的讨论，达成了一致意见，经过文本编辑于2022年2月15日形成了《铝用炭素材料检测方法第20部分 硫分的测定》标准送审稿。

5、审查阶段

6、报批阶段

二、 标准编制原则

1) 根据国内外客户的检测要需求，以满足我国铝用碳素在有色金属行业使用需要为原

则，不断提高标准的适用性；

2) 根据铝用碳素硫分分析检测的现状，对现有技术方案进行优化，力求做到标准所规定的方法简便、快速、精密度高；

3) 完全按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

修订后的标准在技术路线方面将更加完善，检测应用范围更广，能够更好的适应当前铝工业的生产和使用需要，为我国铝工业的良好发展打下基础

三、标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

3.1 标准题目的确定

本次修订沿用 2006 版本标准题目《铝用炭素材料检测方法 第 20 部分：硫分的测定》不变。

3.2 标准的适用范围

本文件规定了铝用炭素材料硫分的测定方法。

本文件适用于铝用炭素材料中硫分的测定；测量范围：≥0.15%。

3.3 主要试验和验证情况分析

实验设计与操作：选取 2 个试样，将 2 个试样用磨样机研磨，直至全部通过 0.15mm 的筛子，将磨好的样品放入烘干箱中在 110℃±5℃烘干 2h，贮存在干燥器中冷却至室温，称量 60g 左右，用自封袋密封好，邮寄给各复验单位，要求各复验单每个样品重复 9 次，结果保留 3 位有效数字。各家数据见表 2-表 6。

表 2 轻研院燃烧-红外吸收法测定硫分的数据 单位：%

轻研院	1#样品	2#样品
1	1.589	3.012
2	1.530	3.072
3	1.536	3.057
4	1.541	3.046
5	1.558	3.035
6	1.532	3.078
7	1.541	3.056
8	1.562	3.048
9	1.542	3.052
最大值/%	1.589	3.078
最小值/%	1.530	3.012
平均值/%	1.548	3.051

极差/%	0.060	0.066
标准偏差	0.019	0.020
重复性限/%	0.053	0.055

表 3 复验单位 1 燃烧-红外吸收法测定硫分的数据 单位：%

复验单位 1	1#样品	2#样品
1	1.567	3.099
2	1.531	3.095
3	1.541	3.052
4	1.532	3.063
5	1.567	3.145
6	1.545	3.084
7	1.521	3.148
8	1.501	3.080
9	1.588	3.085
最大值/%	1.588	3.148
最小值/%	1.501	3.052
平均值/%	1.544	3.095
极差/%	0.087	0.096
标准偏差	0.027	0.033
重复性限/%	0.075	0.092

表 4 复验单位 2 燃烧-红外吸收法测定硫分的数据 单位：%

复验单位 2	1#样品	2#样品
1	1.562	2.931
2	1.541	2.962
3	1.600	2.904
4	1.557	2.916
5	1.581	2.953
6	1.543	2.938
7	1.521	2.913
8	1.537	2.984
9	1.539	2.935
最大值/%	1.600	2.984
最小值/%	1.521	2.904
平均值/%	1.553	2.937
极差/%	0.079	0.080
标准偏差	0.025	0.026
重复性限/%	0.069	0.072

表 5 复验单位 3 燃烧-红外吸收法测定硫分的数据 单位：%

复验单位 3	1#样品	2#样品
1	1.473	2.931
2	1.568	2.962
3	1.539	2.904
4	1.531	2.916
5	1.515	2.953
6	1.472	2.938
7	1.535	2.913
8	1.507	2.984
9	1.579	2.935
最大值/%	1.579	2.984
最小值/%	1.472	2.904
平均值/%	1.531	2.937
极差/%	0.107	0.080
标准偏差	0.034	0.026
重复性限/%	0.095	0.072

表 6 复验单位 4 燃烧-红外吸收法测定硫分的数据 单位：%

复验单位 4	1#样品	2#样品
1	1.527	3.109
2	1.571	3.065
3	1.563	3.052
4	1.510	3.034
5	1.579	3.125
6	1.535	3.031
7	1.563	3.101
8	1.521	3.068
9	1.592	3.084
最大值/%	1.592	3.125
最小值/%	1.510	3.031
平均值/%	1.551	3.074
极差/%	0.082	0.094
标准偏差	0.029	0.033
重复性限/%	0.080	0.092

根据表 2-4 数据中各复验单位的检测结果，征求各检测单位和企业的意见，考虑实际分析检测过程中引起各种偏差的可能，最后审定会各位专家讨论，建议重复性限 $r=0.10$ ，再现性限 $R=0.15$ 。

3.4 本次修订修改的主要内容

本文件是对 YS/T 63.20-2006《铝用炭素材料检测方法第 20 部分硫分的测定》的修订，主要变化为：

- a)修改了规范性引用文件中引用文件（见第 2 章，2006 年版的第 2 章）；
- b)增加了术语和定义（见第 3 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）。

四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

现行标准为 2006 年发布，实施距今已十年有余，目前，伴随着经济的快速增长，金属铝制品行业得到飞速的发展，但是随着铝制品工业的快速发展，生产铝制品过程中产生大量的污染气体，电解铝和炭素企业面临的环保压力巨大，对制品中硫的含量格外关注。

现行标准中艾氏卡试剂法是将试样与艾氏卡试剂混合、灼烧，挥发掉易燃物质并将硫转化为硫酸根，硫酸根用盐酸处理后，与氯化钡结合生成沉淀，测定试样中的全硫含量，该方法为传统化学方法，操作繁琐，对人员要求高，耗时长，每个样品需要一两天时间，不利于检测的时效性。

随着当前炭素行业智能制造推进的现状，有必要增加可以进行智能控制的设备，作为目前广泛使用的燃烧-红外吸收法可以达到此项目的，该方法将试样置于电阻炉或高频炉中，在氧气流下高温燃烧，硫被氧化为二氧化硫气体，利用红外分析仪和积分程序测定二氧化硫的生成量，再计算试样中硫的含量，该方法操作简单，耗时短，一两分钟即可，大大提升工作效率，也为未来实现智能化操作打下基础，由此需要对 YS/T 63.20-2006 进行修订，以满足目前我国铝用炭素材料检测和智能化控制的要求。

（二）项目的可行性简述

本标准修订工作，主要增加了增加了燃烧-红外吸收法测定硫分的原理、设备、测定方法和精密度，该方法已在多家企业应用实施，综上本标准制修订具有可行性。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

在对 YS/T 63.20-2006 进行修订，以满足目前我国铝用炭素材料检测和质量控制的要求。修订的标准将进一步完善我国铝用炭素材料分析检测标准体系，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准没有采用国外或国际标准。

七、与现行相关法律、法规、规章、及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况。

本标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求；在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议该标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝用碳素材料的使用单位以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由国家标准化管理委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.过渡办法：建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，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》。

十二、其他应予以说明的事项

无。

《铝用炭素材料检测方法》编制组

2022 年 3 月