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

（送审稿）

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：阴极炭块和预焙阳极 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：二甲苯中密度的测定 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 CO_2 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 CO_2 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）；

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：XXX XXXXXX。

本文件主要起草人：XXX XXXXXX。

本文件历次版本发布情况:

——2006 年首次发布为 YS/T 63.20-2006；

——本次为第一次修订。

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、电解铝应用等领域，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》是系列行业标准，该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。

2006 年，YS/T 63 首次发布了铝用炭素材料检测方法行业标准，随着铝用炭素行业分析技术的发展和生产实际需求，经过多年来持续不断的制修订工作，形成了目前比较完善的标准体系。

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，结合 GB/T 1.1-2020 标准化工作导则对标准编写提出的新要求，以满足目前我国铝用炭素材料检测和质量控制的要求，本次修订后达到国内领先水平。

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。

本文件适用于铝用炭素材料中硫分的测定，测量范围：≥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 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 仪器

4.1 烧杯：400mL。

4.2 瓷坩埚：能准确的放到电阻炉中央，坩埚使用前必须预先在有氧气流经燃烧管的电阻炉中预烧，以防止固态氧化物在高温区域从坩埚中溅出。

4.3 烘箱：温度控制在110℃±5℃。

4.4 干燥器：内装干燥剂。

4.5 电子天平：感量0.0001g。

4.6 马弗炉：温度控制在825℃±10℃或1350℃±10℃。

4.7 红外吸收分析仪。

5 取样及制样

5.1 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。

5.2 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。

5.3 试样(5.2)预先在烘箱（4.3）中于 110℃±5℃下至少烘干 2h，取出冷却，贮存在干燥器（4.4）内备用。

6 艾氏卡试剂法

6.1 方法原理

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，根据硫酸钡沉淀的质量计算试样中的硫含量。

6.2 试剂及仪器

6.2.1 氧化镁。

6.2.2 无水碳酸钠。

6.2.3 艾氏卡试剂：将无水碳酸钠（6.2.2）和氧化镁（6.2.1）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。

6.2.4 盐酸溶液：1+1。

6.2.5 氯化钡溶液：100g/L。

6.2.6 硝酸银溶液：10g/L。

6.2.7 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。

6.2.8 硫酸钾溶液：称取 2g 硫酸钾预先在 110℃±5℃干燥，然后用水稀释至 1L。

6.2.9 定性滤纸：中速，直径90mm～110mm。

6.2.10 定量滤纸：中速，直径90mm～110mm，要求1张滤纸灰化后的质量<0.0001g。

6.3 步骤

6.3.1 试样

称取1g试样 m_1（5.3），精确至0.0001g。

6.3.2 测定次数

平行地进行两次测定，取其平均值，随同试样作空白试验。

6.3.3 测定

6.3.3.1 将试样（5.3）置于已加入2.0g艾氏卡试剂（6.2.3）的50mL瓷坩埚（4.2）中，搅匀，再用1.0g艾氏卡试剂覆盖。

6.3.3.2 将6.3.3.1中的瓷坩埚放入冷的马弗炉（4.6）中，在1h～1.5h内将温度升至825℃，并在825℃±10℃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℃±10℃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（6.2.9）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。

6.3.3.3 向滤液中加2～3滴甲基红溶液（6.2.7），然后，滴加盐酸溶液（6.2.4）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（6.2.5），盖上表面皿，加热，继续煮沸5min，取下，陈化12h。

6.3.3.4 用定量滤纸（6.2.10）过滤，并用蒸馏水洗滴沉淀至洗液中无氯离子为止，用硝酸银溶液（6.2.6）检验。

6.3.3.5　将沉淀物和滤纸放入预先于825℃±10℃的马弗炉（4.6）中灼烧至恒重的30mL瓷坩埚（4.2）中，先在电炉上低温灰化滤纸(注意别燃烧着火)，然后移入825℃±10℃的马弗炉（4.6）中，灼烧1h，取出，置于干燥器（4.4）中，冷却30min，称量记录m_2，精确至0.0001g；重复灼烧，称量至恒重。

6.3.4　空白

运用同样的操作步骤6.3.3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6.3.3.3中使用同一标记的移液管，在滴加甲基红指示剂（6.2.7）之前加入25.0mL的硫酸钾溶液（6.2.8）到滤液中。

6.4　分析结果的计算

按公式（1）计算硫分的含量w_S：

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

式（1）中：

m_1 — 试样的质量，单位为克（g）；

m_2 — 测定过程中硫酸钡的质量，单位为克（g）；

m_3 — 空白试验硫酸钡的质量，单位为克（g）；

ρ_{K2SO4} — 硫酸钾溶液的质量百分浓度，单位为克/升（g/L）。

0.03384 — 25mL 的硫酸钾换算为硫酸钡的量的换算系数。

6.5　精密度

6.5.1　重复性

重复性条件下，两次测定结果的绝对差值应不大于 0.08%。

6.5.2　再现性

再现性条件下，两次测定结果的绝对差值应不大于 0.12%。

7　燃烧—红外吸收法

7.1　原理

将试样置于在电阻炉中，在氧气流下高温燃烧，硫被氧化成二氧化硫气体，利用红外分析仪和积分程序测定二氧化硫总的生成量，再计算煅后石油焦中硫的含量。

7.2　仪器设备

7.2.1　氧气：纯度 99.5%。

7.2.2　瓷坩埚：能准确的放到电阻炉中央，坩埚使用前必须预先在有氧气流经燃烧管的电阻炉中预烧，以防止固态氧化物在高温区域从坩埚中溅出。

7.2.3　电阻炉：温度控制在 1350℃±10℃。。

7.2.4　红外吸收分析仪。

7.3　稳定设备

7.3.1 按仪器使用说明书操作红外吸收分析仪（7.2.4），炉中的氧气压力或流量按厂家规定进

行。

7.3.2 空白实验

将空坩埚放在电阻炉（7.2.3）中央，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%。

7.3.3 标定

用标样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。校准后取另一标样进行测试，测定结果在允许差范围内，可进行样品测试，否则重新校正。

7.4 步骤

称取 0.2～0.3g 试样（5.3），精确至 0.0001g。按 7.3.2 进行空白试验。

7.5 精密度

7.5.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 0.10%。

7.5.2 再现性

再现性条件下不同的实验室之间分析结果的差值不大于 0.15%。

8 检验报告

检验报告应包括下列内容：

a) 试样标识；
b) 采用的标准及其方法；
c) 检验结果：两次测定的平均值，结果保留至小数点后两位；
d) 检验过程中观察到的异常现象；
e) 本部分没有涉及的操作或者是可以选择的操作；
f) 测试日期。