ICS 71.100.10

CCS H30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

 YS/T 587.5—202X

代替YS/T 587.5—2006

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第5部分：微量元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Calcined coke for prebaked blocks—

Parts 5:Determination of trace metals—

 Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

（送审稿）

202×-××-××实施

202×-××-××发布

中华人民共和国工业和信息化部 发布

1. 前 言
2. 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。
3. 本文件是YS/T 587的第5部分。YS/T 587已经发布了以下部分：

——第1部分：灰分含量的测定；

——第2部分：水分含量的测定；

——第3部分：挥发分含量的测定；

——第4部分：硫含量的测定；

——第5部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：粉末电阻率的测定；

——第7部分：CO2反应性的测定；

——第8部分：空气反应性的测定；

——第9部分：真密度的测定；

——第10部分：体积密度的测定；

——第11部分：颗粒稳定性的测定；

——第12部分：粒度分布的测定；

——第13部分：*Lc*值（微晶尺寸）的测定。

本文件代替YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》，与YS/T 587.5-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 增加了测定元素铬、钾、磷、铅。扩展了铝、钙、铁、锰、镍、硅、钠、钛、钒元素的测定范围（见第1章，2006年版的第2章）；
2. 修改了灰化步骤，删除了灰分含量的计算（见8.4.1，2006年版的8.3.1）；
3. 补充了重复性限、再现性限实验数据（见第10章）；
4. 增加了“试验报告”内容（见第11章）。
5. 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。
6. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）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、山东南山铝业股份有限公司（一验）、昆明冶金研究院有限公司（一验)、国标（北京）检验认证有限公司（二验）、岛津企业管理（中国）有限公司（二验）、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司（二验）、酒泉钢铁（集团）有限责任公司（二验）。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2006年首次发布为YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》；

1. ——本次为第一次修订。

引 言

炭阳极用煅后石油焦是铝工业的主要原材料。在铝工业标准体系中，炭阳极用煅后石油焦检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证炭阳极用煅后石油焦质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于炭阳极用煅后石油焦生产、贸易结算、分析比对、电解铝等领域，为我国炭阳极用煅后石油焦工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 587《炭阳极用煅后石油焦检测方法》系列标准包含了水分、灰分、挥发分、硫含量、微量元素、粉末电阻率、空气反应性、CO2反应性、密度、Lc值（微晶尺寸）等指标的测定。

YS/T 587.5规定了炭阳极用煅后石油焦中16个元素含量的测定。本次修订结合相关产品需求和分析检测技术的发展，增加了铬、钾、磷、铅等4个元素，扩展了铝、钙、铁、锰、镍、硅、钠、钛、钒等9个元素的测定范围，为炭阳极用煅后石油焦中元素含量的分析提供重要依据。

炭阳极用煅后石油焦检测方法

第5部分：微量元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了炭阳极用煅后石油焦中微量元素含量的测定方法。

本文件适用于炭阳极用煅后石油焦灰分（质量分数）小于1%的样品中的微量元素的测定，也适用于石油焦、预焙阳极中微量元素的测定，测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | 质量分数/% | 元 素 | 质量分数/%  |
| 铝 | 0.0015～0.10 | 镍 | 0.0003～0.050 |
| 钡 | 0.0001～0.0065 | 磷 | 0.0002～0.0050　 |
| 钙 | 0.0010～0.10 | 硅 | 0.0060～0.10 |
| 铬 | 0.0001～0.0050 | 钠 | 0.0010～0.050 |
| 铁 | 0.0040～0.10 | 钛 | 0.0001～0.0050 |
| 钾 | 0.0005～0.010 | 钒 | 0.0002～0.10 |
| 镁 | 0.0005～0.0050 | 锌 | 0.0001～0.0020 |
| 锰 | 0.0001～0.0050 | 铅 | 0.0001～0.0050 |

2 规范性引用文件

下列文件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 6682 分析实验室用水规格和试验方法；

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有界定的术语和定义。

4 原理

炭阳极用煅后石油焦在700 ℃灰化，残渣用偏硼酸锂熔融，熔融物在稀硝酸（HNO3）中溶解，样品溶液引入等离子体原子发射光谱仪，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 偏硼酸锂（LiBO2）：粉状；硼酸锂（LiB4O7）：粉状；或由质量分数为66%LiBO2和34%LiB4O7组成的混合物。

5.2 硝酸溶液（1+9）。

5.3 基体溶液：称取20 g±0.1 g偏硼酸锂(5.1)放入铂皿(6.2)中，置于1000 ℃高温炉（6.6）中熔融5 min，熔融成液体，取出冷却，将盛有已冷却重结晶的偏硼酸盐的铂皿和一个磁力搅拌棒，放到一个2 L的玻璃杯中，加入1000 mL硝酸溶液(5.2)，在磁力加热板上缓慢加热并搅拌样品，直至偏硼酸盐完全溶解，用玻璃棒取出铂皿和磁力搅拌棒。用水冲洗铂皿和玻璃棒并入偏硼酸锂溶液中，将热溶液立即转移到2000 mL容量瓶中用水稀释到1800 mL以免结晶，混匀并冷却到室温，用水稀释至刻度，混匀，将全部溶液过滤备用。

5.4 标准贮存溶液（1000μg/mL）：优先使用有证国家标准物质，或按照附录A的规定配制。

5.5 标准溶液：移取10.00 mL标准贮存溶液（5.4），置于100 mL容量瓶中，与标准贮存溶液保持一致酸度，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为100 μg/mL。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：

——分光室具有抽真空或驱气等功能，以保证测试波长在200 nm以下元素测试信号稳定；

——仪器200 nm处的分辨率不大于0.005 nm；

——推荐的分析谱线见附录B。

6.2 铂皿：100 mL。

6.3 烘箱: 可控温度110 ℃±5 ℃。

6.4 超声波清洗机（有加热功能）。

6.5 灰挥炉：温度控制在700 ℃±10 ℃。

6.6 高温炉：温度控制在1000 ℃±10 ℃。

7 试样

 将约20 g试样用研钵研磨（研钵需用硬质材料如玛瑙、碳化钨、碳化硅），直至全部通过75 μm筛网。将样品放入烘箱（6.3）中110 ℃±5 ℃烘干2 h，取出，置于干燥器中备用。

8 分析步骤

8.1 试料

称取5.0 g试样（7），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 试样的处理

8.4.1.1 将试料（8.1）置于铂皿（6.2）中，将铂皿放入灰挥炉（6.5）中，升温至700 ℃±10 ℃，灼烧6 h，取出铂皿，置于干燥器中冷却至室温。

8.4.1.2 称取0.50 g偏硼酸锂（5.1）均匀地盖住铂皿中的残渣，将铂皿放入1000 ℃±10 ℃高温炉（6.6）中2 min，取出，轻轻转动铂皿，继续加热2 min，直至获得透明熔融物。

注：残渣必须完全熔化，总加热时间是4 min，如果加热时间超过4 min可能造成钠的损失，如果加热时间少于4 min，则可能部分残渣不能溶解。

8.4.1.3 将熔融物冷却5 min～10 min，加入25 mL硝酸溶液（5.2），放入超声波清洗机（6.4）中，超声加热直至熔融物彻底溶解（保持溶液在50 ℃以下避免生成硅酸沉淀）。取出铂皿，用水洗涤，溶液转移到100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

8.4.1.4 根据试料中各元素的含量，按表2移取相应体积的试液于容量瓶中，加入25 mL硝酸溶液（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

表2 分取试液体积及定容体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 移取体积/mL | 容量瓶体积/mL  | 稀释倍数*R* |
| 0.0001～0.02 | 全部 | 100 | 1 |
| >0.02～0.10 | 10.00 | 100 | 10 |

8.4.2 系列标准溶液的配制

——标准溶液系列I：根据样品中待测元素的含量，取50mL基体溶液（5.3）和适量的标准溶液（5.5），置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。待测元素含量应在所做工作曲线范围之内，系列标液的数量一般为3个～5个。

——标准溶液系列II：根据样品中待测元素的含量，取5mL基体溶液（5.3）和适量的标准溶液（5.5），置于100mL容量瓶中，加入25 mL硝酸溶液（5.2），用水稀释至刻度，混匀。待测元素含量应在所做工作曲线范围之内，系列标液的数量一般为3个～5个。

8.4.3 试样溶液的测定

8.4.3.1 推荐的分析线见表1。

8.4.3.1 将系列标准溶液（8.4.2）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件，在各元素选定的波长处，测定系列标准溶液中各元素的强度，当工作曲线的线性相关系数≥0.999时，即可进行分析溶液（8.4.1）的测定，根据光谱强度和浓度的关系计算机自动给出样品中各元素的质量浓度。

9 实验数据的处理

待测元素的含量以各待测元素的质量分数*ωX*计，按公式(1)计算：

…………………………………（1）

式中：*c*—自工作曲线上计算得到被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c0*—自工作曲线上计算得到空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*—测试试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*—试料的质量，单位为克（g）；

*R*——表2中的稀释倍数。

待测元素含量*ωX*<0.0010%时，计算结果保留一位有效数字；待测元素含量*ωX* ≥0.0010%时，计算结果保留二位有效数字。数值修约按GB/T 8170中规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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3数据采用线性内插法或者外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *ω*/% | *r*/% |
| Al | 0.0040  | 0.0006  |
| 0.042  | 0.002  |
| 0.052  | 0.003  |
| Ba | 0.0002  | 0.0001  |
| 0.0008  | 0.0002  |
| Ca | 0.0087  | 0.0005  |
| 0.027  | 0.002  |
| 0.055  | 0.003  |
| Cr | 0.0002  | 0.0001  |
| 0.0009  | 0.0002  |
| Fe | 0.013  | 0.003  |
| 0.028  | 0.003  |
| 0.074  | 0.004  |
| K | 0.0006  | 0.0002  |
| 0.0068  | 0.0005  |
| Mg | 0.0014 | 0.0003 |
| 0.0045 | 0.0005 |
| Mn | 0.0003  | 0.0001  |
| 0.0019  | 0.0003 |
| Na | 0.0011  | 0.0004  |
| 0.0058  | 0.0007  |
| 0.044  | 0.003  |
| Ni | 0.020  | 0.002  |
| 0.026  | 0.002  |
| P | 0.0003  | 0.0002  |
| 0.0012  | 0.0005 |
| Pb | 0.0003  | 0.0001  |
| 0.0009  | 0.0002 |
| Si | 0.0072  | 0.001  |
| 0.036  | 0.002  |
| Ti | 0.0003  | 0.0001  |
| 0.0007  | 0.0002  |
| 0.0011  | 0.0003 |
| V | 0.014  | 0.001  |
| 0.052  | 0.003  |
| Zn | 0.0005  | 0.0002  |
| 0.0020  | 0.0004  |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次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再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或者外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *ω*/% | *R*/% |
| Al | 0.0040  | 0.0009  |
| 0.042  | 0.003  |
| 0.052  | 0.003  |
| Ba | 0.0002  | 0.0001  |
| 0.0008  | 0.0002  |
| Ca | 0.0087  | 0.0011  |
| 0.027  | 0.004  |
| 0.055  | 0.006  |
| Cr | 0.0002  | 0.0001  |
| 0.0009  | 0.0003  |
| Fe | 0.013  | 0.003 |
| 0.028  | 0.005  |
| 0.074  | 0.009  |
| K | 0.0006  | 0.0002  |
| 0.0068  | 0.0010  |
| Mg | 0.0014 | 0.0004 |
| 0.0045 | 0.0006  |
| Mn | 0.0003  | 0.0002 |
| 0.0019  | 0.0005 |
| Na | 0.0011  | 0.0005  |
| 0.0058  | 0.0008  |
| 0.044  | 0.004  |
| Ni | 0.020  | 0.003  |
| 0.026  | 0.005  |
| P | 0.0003  | 0.0002  |
| 0.0012  | 0.0006 |
| Pb | 0.0003  | 0.0002 |
| 0.0009  | 0.0003 |
| Si | 0.0072  | 0.0015  |
| 0.036  | 0.006  |
| Ti | 0.0003  | 0.0002 |
| 0.0007  | 0.0002 |
| 0.0011  | 0.0003 |
| V | 0.014  | 0.002  |
| 0.052  | 0.005  |
| Zn | 0.0005  | 0.0003 |
| 0.0020  | 0.0005 |

11 试验报告

本文件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：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布或出版的年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本试验步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（资料性）

标准贮存溶液的制备

A.1 钠标准贮存溶液 （1.0 mg/mL）：

称取2.5400 g于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钠（优级纯），溶于水，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。（贮存于聚乙烯瓶中）。

A.2 钾标准贮存溶液 （1.0 mg/mL）：

称取2.5900 g于120 ℃～130 ℃干燥至恒重的硝酸钾（优级纯），溶于水，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。（贮存于聚乙烯瓶中）。

A.3 钙标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：

称取2.4971 g碳酸钙（基准试剂）置于400 mL烧杯中，加入20 mL水，滴加盐酸（1+1）至完全溶解并过量20 mL，煮沸数分钟，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.4镁标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：

称取1.0000 g镁（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入40 mL盐酸（1+1），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.5铁标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：

称取1.0000 g高纯铁（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入40 mL盐酸（1+1），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.6铝标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：

称取1.0000 g金属铝（质量分数99.99%以上）置于600 mL烧杯中，盖上表皿，加入30 mL盐酸（1+1），缓慢加热至溶解完全，冷却至室温。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.7 锰标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：

称取1.0000 g金属锰（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入20 mL硫酸（1+1）和约80 mL水，溶解完全后，煮沸3 min，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.8磷标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取4.3940 g于105±2 ℃下干燥至恒重的磷酸二氢钾（优级纯），溶于水，移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度，混匀。

A.9镍标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.0000 g金属镍（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入40 mL硝酸（1+1），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.10硅标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取0.5035 g预先在1000 ℃灼烧至恒重的基准二氧化硅于铂坩埚中，盖上铂表皿，加入5 g碳酸钠和碳酸钾的混合物（1+1），熔融至透明，冷却。用温水溶解熔块，移入聚乙烯烧杯中，用水稀释至200 mL,移入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀，转移于聚乙烯瓶中储存。

A.11铬标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取预先在140 ℃烘干的2.8285 g重铬酸钾置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入20 mL水和20 mL盐酸（1+1）溶解。滴加20 mL过氧化氢，放置12 h～24 h至溶液黄色完全消失，缓慢加热（不要煮沸）分解过量的过氧化氢，冷却，将溶液转移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.12钛标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.0000 g金属钛（≥99.99%）于铂坩埚中，加入少许水后，慢慢滴加氢氟酸使样品溶解，再滴加硝酸将低价钛完全氧化，加入10 mL硫酸（1+1）摇匀，加热蒸发至刚冒硫酸白烟，取下冷却后，将溶液移入1000 mL容量瓶中，用硫酸（5%）稀释至刻度，混匀。

A.13钒标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.7850 g预先在110 ℃烘干1 h并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入40 mL氢氧化钠溶液（400 g/mL），缓慢加热至完全溶解，冷却后加入100 mL硝酸（ρ约1.42 g/mL），将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.14锌标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.0000 g锌（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入40 mL盐酸（1+1），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.15钡标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.7785 g氯化钡，溶于少量煮沸过的水中，冷却后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.16铅标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

称取1.0000 g金属铅（≥99.99%）置于400 mL烧杯中，盖上表皿，加入10 mL硝酸（ρ约1.42 g/mL），缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

附录B

（资料性）

推荐的分析谱线

各待测元素的分析谱线见表B.1。

表B.1 各待测元素推荐的分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm |
| 铝 | 237.313,256.799,308.218，396.152 |
| 钡 | 455.403，493.410 |
| 钙 | 317.933,393.366,396.847 |
| 铬 | 267.716,283.563 |
| 铁 | 259.940  |
| 钾 | 766.491  |
| 镁 | 279.079，279.553,285.213 |
| 锰 | 257.610,294.920 |
| 镍 | 231.604,341.476,352.454 |
| 磷 | 177.495,178.284 |
| 硅 | 212.412,251.611,288.159　 |
| 钠 | 588.995,589.592 |
| 钛 | 334.941,336.121,337.280,308.802 |
| 钒 | 292.402 |
| 锌 | 202.548,206.200,213.856 |
| 铅 | 220.353 |