

ICS 71.100.10
Q 52

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 63.20—2006

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 in the production of aluminium—
Part 20: Determination of sulfur content

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝用炭素材料检测方法
第 20 部分：硫分的测定
YS/T 63.20—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.bzcb.com

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

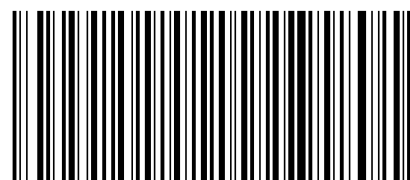
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2006 年 9 月第一版 2006 年 9 月第一次印刷

*

书号：155066·2-17125 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



YS/T 63.20-2006

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

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 YS/T 62.1、YS/T 62.2、YS/T 62.3、YS/T 62.4 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 0.2 mm 的标准筛网；对于阴极糊样品，取样后先破碎至 4 mm 以下，充分混合，用四分法缩分至约 60 g，再全部破碎至通过 0.2 mm 标准筛网。

5.3 试样(5.2)预先在烘箱(4.12)中于 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下至少烘干 2 h，取出冷却，贮存在干燥器(4.13)内备用。

6 步骤

6.1 试样

称取 1.000 0 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

平行地进行两次测定，取其平均值，随同试样做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试样(6.1)置于已加入 2.0 g 艾氏卡试剂(4.3)的 50 mL 瓷坩埚(4.11)中，搅匀，再用 1.0 g 艾氏卡试剂(4.3)覆盖。

6.3.2 将 6.3.1 中的瓷坩埚放入冷的马弗炉(4.15)中，在 1 h~1.5 h 内将温度升至 825°C ，并在 $825^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 保温 2 h；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 $825^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 继续灼烧 0.5 h，将灼烧物移入 400 mL 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 100 mL~150 mL 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(4.8)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 向滤液中加 2~3 滴甲基红溶液(4.7)，然后，滴加盐酸溶液(4.4)直至滤液颜色变红，再多加 1 mL，烧杯盖上表面皿，煮沸，将溶液的体积控制在 200 mL 左右；停止煮沸，取下表面皿，在玻璃棒的搅拌下，逐滴加入 10 mL 氯化钡溶液(4.5)，盖上表面皿，加热，继续煮沸 5 min，取下，陈化 12 h。

6.3.4 用定量滤纸(4.9)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(4.6)检验。

6.3.5 将沉淀物和滤纸放入预先于 $825^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉(4.15)中灼烧至恒重的 30 mL 瓷坩埚(4.11)中，先在电炉上低温灰化滤纸(注意别燃烧着火)，然后移入 $825^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉(4.15)中，灼烧 1 h，取出，置于干燥器(4.13)中，冷却 30 min，称量，精确至 0.000 1 g；重复灼烧，称量至恒量。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算硫分的质量分数 $w_s(\%)$ ：

$$w_s = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 0.1374 \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式(1)中：

m_1 ——试样试验硫酸钡沉淀的质量，单位为克(g)；

m_2 ——空白试验硫酸钡沉淀的质量，单位为克(g)；

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)；

0.1374——硫酸钡换算为硫的系数。

前 言

YS/T 63《铝用炭素材料检测方法》共有 20 部分：

——YS/T 63.1 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；

——YS/T 63.2 第 2 部分：阴极炭块和预焙阳极室温电阻率的测定；

——YS/T 63.3 第 3 部分：热导率的测定 比较法；

——YS/T 63.4 第 4 部分：热膨胀系数的测定；

——YS/T 63.5 第 5 部分：有压下底部炭块钠膨胀率的测定；

——YS/T 63.6 第 6 部分：开气孔率的测定 液体静力学法；

——YS/T 63.7 第 7 部分：表观密度的测定 尺寸法；

——YS/T 63.8 第 8 部分：二甲苯中密度的测定 比重瓶法；

——YS/T 63.9 第 9 部分：真密度的测定 氮比重计法；

——YS/T 63.10 第 10 部分：空气渗透率的测定；

——YS/T 63.11 第 11 部分：空气反应性的测定 质量损失法；

——YS/T 63.12 第 12 部分：预焙阳极 CO_2 反应性的测定 质量损失法；

——YS/T 63.13 第 13 部分：杨氏模量的测定 静测法；

——YS/T 63.14 第 14 部分：抗折强度的测定 三点法；

——YS/T 63.15 第 15 部分：耐压强度的测定；

——YS/T 63.16 第 16 部分：微量元素的测定 X 射线荧光光谱分析方法；

——YS/T 63.17 第 17 部分：挥发分的测定；

——YS/T 63.18 第 18 部分：水分含量的测定；

——YS/T 63.19 第 19 部分：灰分含量的测定；

——YS/T 63.20 第 20 部分：硫分的测定。

本部分为第 20 部分。

本部分参照 ISO 5931—2000《铝生产用炭素材料——煅后石油焦及其制品——总硫含量的测定》和 YB/T 1430—1997《炭素材料硫量测定方法》制定。根据国内现状将灼烧温度确定为 $825^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分主要起草人：张树朝、仓向辉、郭永恒、张炜华。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。