ICS 77.120.10

H 12

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 739—201X

|  |
| --- |
|  |

铝电解质化学分析方法

第2部分：分子比的测定

三氯化铝滴定法

Chemical analysis of aluminum electrolytes—

Part 2: Determination of molecular ratio—

Titration of aluminium trichloride

送审稿

|  |
| --- |
|  |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部  发布

前  言

YS/T 739-201X《铝电解质化学分析方法》共分为3个部分：

第1部分：分子比及主要成分的测定 X射线荧光光谱法；

第2部分：分子比的测定 三氯化铝滴定法；

第3部分：钠、钙、镁、钾、锂元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为YS/T 739的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：

本部分主要起草人：

铝电解质化学分析方法

第2部分：分子比的测定

三氯化铝滴定法

警示——配制使用氢氧化钠、盐酸溶液时要求戴眼镜，戴橡胶手套。

1. 范围

YS/T 739的本部分规定了铝电解生产过程中铝电解质NaF/ALF3分子比（质量比）的测定方法。

本部分适用于铝电解质中分子比的测定。测定范围：2.10 ～3.80 。

1. 方法提要

将铝电解质试样研磨成粉末，用氢氧化钠溶液加热溶解试样，加入一定量的氟化钠溶液，调整pH值，加热使其和过剩的氟化铝溶液反应，用氯化铝标准溶液滴定过剩的氟化钠，根据终点指示剂颜色变化读取用量，算出氟化钠与氟化铝的比值。

1. 试剂

除非另有说明，本部分中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。

* 1. 氯化钠。
  2. 1:99盐酸溶液。
  3. 1:1 盐酸溶液。
  4. 10g/L 抗坏血酸溶液：准确称取5.0 g抗坏血酸，加入水溶解后移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  5. 20g/L氢氧化钠溶液：准确称取20.0 g氢氧化钠，加水溶解后移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  6. 2.5g/L 1,10-菲咯啉：准确称取2.5 g 1,10-菲咯啉，准确量取375 mL无水乙醇，将1,10-菲咯啉用无水乙醇溶解后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  7. 0.5g/L十六烷基三甲基溴化铵：准确称取0.5 g十六烷基三甲基溴化铵，用少许无水乙醇溶解后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  8. 1g/L铬天青S：准确称取1.0g铬天青S，加水溶解后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  9. 13.4g/L六水合氯化铝：准确称取13.4 g六水合氯化铝，加水溶解后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  10. 20g/L氟化钠溶液（优级纯）：将氟化钠在110 ℃±5 ℃烘箱中烘烤1 h，在干燥塔中冷却至室温后，准确称取20.0000 g氟化钠，加水溶解后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
  11. 10g/L酚酞：准确称取5.0g酚酞，用无水乙醇溶解后移入500 mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，混匀。

1. 试样

将样品研磨混匀通过75 μm的标准筛，在110 ℃±5 ℃烘箱中烘烤1 h，在干燥塔中冷却至室温。

1. 分析步骤
   1. 试料

准确称取1.0000g试样。

* 1. N值的确定
     1. 准确移取10.0 mL氟化钠溶液（3.10）于锥形瓶中，滴加1滴氢氧化钠溶液（3.5）和1滴酚酞溶液（3.11），加入15 g氯化钠（3.1）后加水约30 mL，置于电热板或其它加热设备上煮沸5分钟取下。
     2. 加入1 mL抗坏血酸（3.4）,如溶液发红滴加盐酸（3.2）褪至无色，加 8 mL1,10-菲咯啉（3.6），趁热加3 mL 十六烷基三甲基溴化铵（3.7），加1.5 mL铬天青S（3.8），若溶液发红加1滴氢氧化钠（3.5），用六水合氯化铝溶液（3.9）滴至溶液刚出现蓝色。滴定所消耗的六水合氯化铝的量，单位为毫升（mL），记为N。
  2. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 测定

将试料置于锥形瓶中，加入40 mL氢氧化钠溶液（3.5），均匀震荡后，用少许水冲洗瓶壁，放在电热板上，不断摇动、搅拌，煮沸10分钟，取下稍冷至55 ℃±5 ℃，加入10.0 mL氟化钠溶液（3.10），加1滴酚酞（3.11），用盐酸（3.3）调至无色，用氢氧化钠（3.5）滴至微红，加15 g氯化钠（3.1），加少许水冲洗瓶壁后溶液总量85 mL±5 mL，置于电热板上煮沸5 min，取下，以下步骤按照（5.2.2）操作。滴定所消耗的六水合氯化铝的量，单位为毫升（mL），记为*n*。

1. 试验数据的处理
   1. 若n小于N时，按公式（1）计算出AlF3的质量M1，在表1中查出对应的分子比。



................................(1)

式中：

133.33——试样中AlF3的质量，单位为毫克（mg），

计算结果保留整数。

1. AlF3 过剩时的分子比

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| M1 | 分子比 | M1 | 分子比 | M1 | 分子比 |
| 0～1 | 3.00 | 37～39 | 2.68 | 80～82 | 2.36 |
| 2～3 | 2.98 | 40～41 | 2.66 | 83～85 | 2.34 |
| 4～5 | 2.96 | 42～44 | 2.64 | 86～89 | 2.32 |
| 6～7 | 2.94 | 45～47 | 2.62 | 90～92 | 2.30 |
| 8～10 | 2.92 | 48～49 | 2.60 | 93～95 | 2.28 |
| 11～12 | 2.90 | 50～52 | 2.58 | 96～98 | 2.26 |
| 13～14 | 2.88 | 53～55 | 2.56 | 99～102 | 2.24 |
| 15～16 | 2.86 | 56～58 | 2.54 | 103～105 | 2.22 |
| 17～19 | 2.84 | 59～60 | 2.52 | 106～108 | 2.20 |
| 20～21 | 2.82 | 61～63 | 2.50 | 109～111 | 2.18 |
| 22～23 | 2.80 | 64～66 | 2.48 | 112～114 | 2.16 |
| 24～26 | 2.78 | 67～68 | 2.46 | 115～116 | 2.14 |
| 27～30 | 2.76 | 69～71 | 2.44 | 117～120 | 2.12 |
| 31～32 | 2.74 | 72～73 | 2.42 | 121～124 | 2.10 |
| 33～34 | 2.72 | 74～76 | 2.40 | - | - |
| 35～36 | 2.70 | 77～79 | 2.38 | - | - |

* 1. 若n比N大，按公式（2）计算出NaF的质量M2，在表2中查出对应的分子比。



..............................(2)

式中：

200——试样中NaF的质量，单位为毫克（mg）；

计算结果保留整数。

1. NaF过剩时的分子比

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| M2 | 分子比 | M2 | 分子比 | M2 | 分子比 |
| 1～4 | 3.02 | 46～48 | 3.30 | 87～89 | 3.58 |
| 5～8 | 3.04 | 49～51 | 3.32 | 90～91 | 3.60 |
| 9～11 | 3.06 | 52～54 | 3.34 | 92～94 | 3.62 |
| 12～15 | 3.08 | 55～57 | 3.36 | 95～97 | 3.64 |
| 16～18 | 3.10 | 58～60 | 3.38 | 98～99 | 3.66 |
| 19～21 | 3.12 | 61～63 | 3.40 | 100～102 | 3.68 |
| 22～24 | 3.14 | 64～66 | 3.42 | 103～104 | 3.70 |
| 25～27 | 3.16 | 67～69 | 3.44 | 105～107 | 3.72 |
| 28～30 | 3.18 | 70～72 | 3.46 | 108～109 | 3.74 |
| 31～33 | 3.20 | 73～75 | 3.48 | 110～112 | 3.76 |
| 34～36 | 3.22 | 76～77 | 3.50 | 113～115 | 3.78 |
| 37～39 | 3.24 | 78～80 | 3.52 | 116～117 | 3.80 |
| 40～42 | 3.26 | 81～83 | 3.54 | - | - |
| 43～45 | 3.28 | 84～86 | 3.56 | - | - |

* 1. 当n等于N时，则分子比为3.00。

1. 精密度
   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值不超过重复性限（r），超过重复性限的情况不超过5%，重复性限（r）按表3数据采用线性内插法求得。

1. 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分子比 | 2.10～＜3.00 | ≥3.00～3.80 |
| 重复性限r | 0.02 | 0.04 |

* 1. 允许差

实验室之间分析结果的差值，在测定范围2.10～3.00时不应大于0.02；在测定范围3.00～3.80时不应大于0.04。

1. 质量保证与控制

检验时，应对控制样品进行校核，或每年用标样（控样）对分析准确度和有效性进行校核一次，当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

1. 试验报告

试验报告应包含以下内容：

1. 试样名称；
2. 使用的标准号；
3. 分析结果及其表示；
4. 与基本分析步骤的差异；
5. 测定中观察到的异常现象；
6. 试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_