YS

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第15部分：游离氧化铝含量的测定

Determination of chemical contents and physical properties of aluminium fluoride— Part 15:Free alumina content

（预审稿）

YYS/T 581.15-202X

代替YS/T 581.15-2006

**ICS 71.100.10**

**H 21**

中华人民共和国有色金属行业标准

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前 言

 YS／T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为18部分：

——第1部分：重量法测定湿存水含量

——第2部分：烧减量的测定

——第3部分：蒸馏-硝酸钍滴定法测定氟含量

——第4部分：EDTA容量法测定铝含量

——第5部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量

 ——第6部分：钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量

——第7部分：邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁

——第8部分：硫酸钡重量法测定硫酸根含量

——第9部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量

——第10部分：X射线荧光光谱分析法测定硫含量

——第11部分：试样的制备和贮存

——第12部分：粒度分布的测定 筛分法

——第13部分：安息角的测定

——第14部分：松装密度的测定

——第15部分：游离氧化铝含量的测定

——第16部分：X射线荧光光谱分析法测定元素含量；

——第17部分：流动性的测定；

——第18部分：X射线荧光光谱分析（压片）法测定元素含量。

本部分为YS/T 581的第15部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替YS/T 581.15-2006《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第15部分：游离氧化铝含量的测定》。与YS/T 273.15-2006相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：：

——增加了化学成分平衡计算法计算游离的氧化铝含量，（见 ）

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：中铝郑州有色金属研究院有限公司、湖南有色金属投资有限公司、多氟多化工股份有限公司、中铝矿业有限公司、白银中天化工有限责任公司、山东南山铝业股份有限公司。

本部分主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 581.3-2007。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第15部分：游离氧化铝含量的测定

1 范围

 本部分规定了氟化铝中游离氧化铝的测定方法。

 本部分适用于氟化铝中游离氧化铝含量的测定，测定范围0.1%～15%。

2 重量法

2.1方法提要

 试样中的氟化盐溶于热的H3BO3-NaOH溶液中，而游离A12O3不溶解，过滤后灼烧，称量。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和去离子水。

2.2.1 H3BO3-NaOH溶液，将12.5gH3BO3和30gNaOH溶解于500mL水中，混匀。

2.2.2 酚酞乙醇溶液：10g／L。

2.3 仪器设备

2.3.1 铂坩埚：顶部直径约30mm，底部直径约20mm，高约35mm，配有铂盖。

2.3.2 高温炉：可控制1000℃±20℃。

2.4 试样

样品研磨混匀后通过75 μm标准筛，在110 ℃±5 ℃烘箱中烘烤2 h，于干燥器中冷却至室温。（或应符合YS／T 581.11中3.3的要求。

2.5 试验步骤

2.5.1 试料

 称取1.0000 g试样（2.4），精确至0.0001 g。

2.5.2 平行试验

 对同一试样应独立地进行两次测定，取其平均值。

2.5.3 测定

2.5.3.1 将铂坩埚和盖（2.3.1）放入高温炉（2.3.2）内于1000℃±20℃灼烧30min，取出铂坩埚和盖放入干燥器内，冷却至室温，称量铂坩埚和盖（m0），精确至0.0002g。

2.5.3.2 将试样置于400mL烧杯中，加入150mL水，用玻璃棒搅拌使试样均匀散布在烧杯底部，盖上表皿，加热煮沸15min～20min（不断搅拌并保持原体积），然后加入50mLH3BO3-NaOH溶液（3.1），继续加热煮沸15min（不断搅拌并保持原体积），取下，用慢速滤纸过滤，将沉淀转移到滤纸上，用热水洗至中性（用酚酞乙醇溶液（2.2.2）检验）。

2.5.3.3 将沉淀连同滤纸放入已恒重的铂坩埚中（2.5.3.1），在电炉上灰化后移入温度为1000℃±20℃高温炉（2.3.2）中，灼烧30min，取出，放入干燥器内，冷却至室温，称量（m1），精确至0.0001g。

2.6 试验结果的计算

游离氧化铝的含量以Al2O3的质量分数*W*Al2O3计，按公式（1）计算：

$WAl2O3=\frac{ m1 -m0}{ m}×100\%$ ……………………………（1）

 式中：

 m1——铂坩埚、盖和沉淀的质量，单位为克（g）；

 m0——铂坩埚和盖的质量，单位为克（g）；

 m——试样质量，单位为克（g）。

 计算结果表示至小数点后两位。

3化学成分平衡计算法

3.1方法提要

 首先测定出氟化铝中的F、SiO2、Na、Al等成分的含量，计算出SiO2和Na等成分所需消耗的F，将测定的F含量减去SiO2、Na等成分所需消耗的F，将剩余的F换算为AlF3的含量。将测定的Al含量减去 AlF3中Al的含量，将剩余的Al换算为Al2O3的含量。

注：若 氟化铝中K、Ca、Mg含量较低（0.03%以下），K、Ca、Mg所消耗的F不予考虑。

3.2 AlF3含量的计算

3.2.1 K、Na、Ca、Mg、SiO2消耗F量的计算

 按式（2）～式（6）计算各成分消耗F的量

*W*F(SiO2)=1.8972×*W*(SiO2) ………………(2)

*W*F(Na)=0.8264×*W*(Na) ………………(3)

*W*F(K)=0.4859×*W*(K) ………………(4)

*W*F(Ca)=0.9481×*W*(Ca) ………………(5)

*W*F(Mg)=1.5633×*W*(Mg) ………………(6)

式中：

 *W*F(SiO2)- 试样中SiO2消耗F的量，单位为百分含量，%；

1.8972-1 mol SiO2换算为6 mol氟的系数；

*W*(SiO2)-试样中SiO2的质量分数，单位为百分含量，%；

 *W*F(Na) -试样中Na消耗F的量，单位为百分含量，%；

 0.8264-1 mol Na换算为1 mol氟的系数；

 *W*(Na) — 试样中Na的质量分数，单位为百分含量，%；

*W*F(K) -试样中K消耗F的量，单位为百分含量，%；

 0.4859-1 molK换算为1 mol氟的系数；

 *W*(K) — 试样中K的质量分数，单位为百分含量，%；

*W*F(Ca) -试样中Ca消耗F的量，单位为百分含量，%；

 0.9481-1 molCa换算为1 mol氟的系数；

 *W*(Ca) — 试样中Ca的质量分数，单位为百分含量，%；

*W*F(Mg) -试样中Mg消耗F的量，单位为百分含量，%；

 1.5633-1 molMg换算为1 mol氟的系数；

 *W*(Ca) — 试样中Mg的质量分数，单位为百分含量，%；

3.2.2氟化铝中AlF3的含量以AlF3的质量分数*W*（AlF3）计，按公式（7）计算：

*W*（AlF3）=［*W*（F）－ΕF(x)］×1.4734 ………………(7)

 式中：

 *W*（AlF3）—试样中AlF3的质量分数，单位为百分含量，%；

 *W*（F）— 试样中氟的质量分数，单位为百分含量，%；

 ΕF(x) —按式（2）～式（6）计算出的各成分消耗的F量的和，单位为百分含量，%；

 1.4734 —3 mol氟换算为1 mol氟化铝的系数。

计算结果表示至小数点后两位。

3.3试验结果的计算

氟化铝中游离Al2O3的含量以Al2O3的质量分数*W*（Al2O3）计，按公式（8）计算：

*W*（Al2O3）=［*W*（Al）－*W*（AlF3）×0.3213］×1.8895 ……………(8)

 式中：

*W*（Al2O3）—试样中Al2O3的量分数，单位为百分含量，%；

*W*（Al）—试样中Al的质量分数，单位为百分含量，%；

*W*（AlF3）—试样中AlF3的质量分数，单位为百分含量，%；

0.3213—1 mol AlF3换算为1 mol Al的系数，

1.8895—1 mol Al换算为1 mol Al2O3的系数。

计算结果表示至小数点后两位。

4 精密度

4.1 重复性

 在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值应不大于1.0％。

4.2 再现性

 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的差值应不大于1.2％。

5 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品，每6个月校核一次本测定方法的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——本部分编号；

——使用的方法（重量法、化学成分平衡计算法）

——试验结果及其表示；

——与基本试验步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

