ICS 77.120.10

CCS H 12

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-202X

|  |
| --- |
|  |

铝电解质中氧化铝浓度的测定 重量法

Determination of aluminiumoxide content in aluminium electrolyte

electrolyte gravimetric method

|  |
| --- |
| （预审稿） |
|  |

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX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。

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/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：山东南山铝业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、中铝郑州有色金属研究院有限公司。

本文件主要起草人：

铝电解质中氧化铝浓度的测定 重量法

1. 范围

本文件规定了铝电解质中氧化铝浓度的测定方法。

本文件适用于采用重量法测定铝电解质中氧化铝含量，测定范围为1.00%~5.00%。

1. 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法提要

试料中的氟化盐溶于热的氯化铝溶液中，而游离氧化铝不溶解，过滤后灼烧，称量。

1. 试剂

5.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水。

5.2 氯化铝溶液：称取100 g六水合三氯化铝于500 mL烧杯中，加入适量水，搅拌溶解，将溶液转移至1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，备用。

5.3 乙酸溶液（1+19）。

5.4 硝酸银溶液（10 g/L）：称取1 g硝酸银，溶解于100 mL水中。

1. 仪器设备

6.1 瓷坩埚：25 mL。

6.2 高温炉：温度控制在1000 ℃±20 ℃。

6.3 电子天平：感量0.1 mg。

1. 试样

样品研磨后通过74 μm标准筛，置于烘箱中于105 ℃±5 ℃干燥2 h，取出，置于干燥器中，冷却至室温。

1. 试验步骤

8.1 试料

准确称取0.50 g试样，精确至0.0001 g（m0）。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将洁净的瓷坩埚（6.1）放入1000 ℃±20 ℃的高温炉(6.2)中，灼烧30 min后取出，稍冷，放入干燥器，冷至室温，反复灼烧，直至恒重，称量。

8.4.2 将试料(8.1)置于250 mL玻璃烧杯中，加入80 ml蒸馏水，搅拌使样品均匀分布在烧杯底部，再加40 mL氯化铝溶液（5.2），加热煮沸10 min，加热期间不断搅拌防止试样在烧杯底部粘结（保持试液体积不少于100 mL）。取下，用慢速定量滤纸趁热过滤溶液，先用倾泻法将沉淀过滤到滤纸上，用热乙酸溶液（5.3）洗至滤液中检测不出氯离子（用硝酸银溶液检验（5.4））。再用热水洗至中性（用广范试纸检验）。

8.4.3 将沉淀和滤纸置于预先于1000 ℃±20 ℃恒重的瓷坩埚(8.4.1)中，在电热板上灰化至不冒烟后，转移至500℃的高温炉中，升温至1000 ℃±20 ℃，灼烧30 min。取出，稍冷后放入干燥器冷却到室温，反复灼烧，直至恒重，称量。

1. 试验数据的处理

氧化铝的含量以氧化铝的质量分数$ω\_{Al\_{2}O\_{3}}$计，按公式（1）计算：

$ω\_{Al\_{2}O\_{3}}=\frac{\left(m\_{4}-m\_{3}\right)-(m\_{2}-m\_{1})}{m\_{0}}$×100%*…………………………………*（1）

式中：

m0——试料的质量，单位为克（g）；

m1——空白测定时空坩埚的质量，单位为克（g）；

m2——空白测定时沉淀和坩埚的质量，单位为克（g）；

m3——试料测定时空坩埚的质量，单位为克（g）；

m4——试料测定时氧化铝和空坩埚的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后两位。

1. 精密度

10.1 重复性限

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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

 单位为百分号

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限r |
| 1.66 | 0.23 |
| 3.39 | 0.29 |
| 4.45 | 0.43 |

10.2 再现性限

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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

 单位为百分号

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限r |
| 1.66 | 0.26 |
| 3.39 | 0.34 |
| 4.45 | 0.49 |

1. 质量保证

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。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

本部分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；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。