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 739.4-202X

|  |
| --- |
|  |

铝电解质化学分析方法

第4部分：氧化铝含量的测定 重量法

Chemical analysis methods of aluminium electrolyte-Part 4：Determination of aluminacontent-gravimetric method

|  |
| --- |
| （送审稿） |
|  |

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。

本文件是YS/T 739的第4部分。YS/T 739已经发布了以下部分：

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。

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、云南云铝润鑫铝业有限公司。

本文件主要起草人：

铝电解质化学分析方法

第4部分： 氧化铝含量的测定 重量法

1. 范围

本文件规定了铝电解质中氧化铝含量的测定方法。

本文件适用于铝电解质中氧化铝含量的测定，测定范围为1.00%~5.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中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

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

分析中除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水为GB/T 6682规定的三级水。

5.1 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。

5.2 乙酸溶液（1+19）。

5.3 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 高温炉：温度控制在1000 ℃±20 ℃。

1. 样品

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 测定

8.3.1 将洁净的瓷坩埚放入1000 ℃±20 ℃的高温炉(6.1)中，灼烧30 min后取出，稍冷，放入干燥器，冷至室温，称量，精确至0.0001 g，重复灼烧至恒重（m1）。

8.3.2 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（5.1），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（5.2）洗至滤液中检测不出氯离子（用硝酸银溶液检验（5.3）），再用热水洗至中性（用广范试纸检验）。

8.3.3 将沉淀和滤纸置于预先于1000 ℃±20 ℃恒重的瓷坩埚中，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，称量，精确至0.0001 g，重复灼烧至恒重（m2）。

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：

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

式中：

m0——试料的质量，单位为克（g）；

m1——试料测定时空坩埚的质量，单位为克（g）；

m2——试料测定时氧化铝和空坩埚的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，按GB/T 8170的规定修约。

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

|  |  |
| --- | --- |
| 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

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 再现性限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。