CC

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第4部分：铝含量的测定

EDTA滴定法

Chemical analysis methods and physical properties of aluminum fluoride—

Part 4: Determination of aluminium content—

 EDTA titration method

(草案）

 YS/T 581.4-202X

代替YS/T 581.4-2006

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 71.100.10

CCS H30

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

****

1. 前 言
2. 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。
3. 本文件是YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》的第4部分。YS/T 581已经发布了以下部分：

——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 氟含量的测定

——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

本文件代替YS/T 581.4-2006《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第4部分 EDTA容量法测定铝含量》，与YS/T 581.4-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 修改了EDTA溶液的配制，减少了标定步骤；（见5.7，2006年版本；/的3.8）；

1. b) 改变了硝酸锌标准溶液的浓度（见5.8，2006年版的3.9）；
2. c) 修改了称样量和熔剂加入量；（见8.1、8.3.1，2006年版的6.1、6.4.1）；
3. d）将返滴定法修改为置换滴定法（见8.3，2006年版的6.4）；
4. e) 修改了计算公式（见9，2006年版的7）。
5. 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。
6. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。
7. 本文件起草单位：
8. 本文件主要起草人：
9. 本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：
10. ——1994年首次发布为YS/T 581.4-1994 《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第4部分EDTA容量法测定铝含量》；
11. ——2006年为第一次修订；

——本次为第二次修订。

引　　言

铝是我国主要的有色金属，是除钢铁之外的第二大应用金属，广泛应用于民用建筑、交通运输车辆、航空航天。目前金属铝的生产普遍采用冰晶石-氧化铝熔盐电解法，现代化的铝电解工艺均为低分子比生产工艺，而氟化铝是保持铝电解低分子比生产工艺的关键，因此，作为铝电解生产中用量最多的添加剂，氟化铝的各项化学指标对控制好铝电解生产工艺，降低能耗极为关键，在氟化铝产品标准GB/T4292中对氟化铝中铝的含量有明确要求，其含量的高低是评价氟化铝产品质量的重要指标之一，因此十分有必要建立一种能够准确测量氟化铝中铝含量的方法。

YS/T 581是《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准，该系列标准共包含18个部分，YS/T 581.4-2006为该系列标准的第4部分，于2006年颁布实施，距今已有15年时间，原标准方法操作复杂，步骤繁琐，已不能满足现代化分析的要求，因此YS/T 581.4-2006急需在技术方面进行修订与完善。

另外国家对标准编写也提出了新的要求，原标准已经不能满足目前分析检测工作的需要。本次修订将原方法返滴定法修改为置换滴定法，对标准溶液的配制、称样量、样品的融解条件及部分操作步骤进行了修订，大大提升了测量方法的准确度和精密度，同时对标准文本按照新要求进行编辑整理。修订的标准将进一步完善我国氟化铝分析检测标准体系，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第4部分：铝含量的测定

EDTA滴定法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

 本部分规定了氟化铝中铝含量的测定方法。

 本部分适用于氟化铝中铝含量的测定。测定范围：25.00%～35.00%。

2规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3术语和定义

本标准没有需要界定的术语和定义。

4 原理

 试料用酸性硫酸钾或焦硫酸钾熔融除尽氟，用盐酸溶解熔块。分取部分试液加入过量的EDTA，使铝元素与EDTA形成络合物，在弱酸条件下以二甲酚橙为指示剂，用硝酸锌标准滴定溶液滴定过量的EDTA，加入氟化钠，加热置换出EDTA，再用硝酸锌标准溶液滴定释放的EDTA，用滴定所消耗的硝酸锌标准滴定溶液毫升数，计算出铝含量。

5 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符合GB/T 6682要求的三级水。

5.1 酸性硫酸钾或焦硫酸钾。

5.2 氟化钠。

5.3 盐酸（1＋1）。

5.4 盐酸（1＋3）。

5.5 氢氧化钠溶液（100g/L）。

5.6 缓冲溶液（pH值为5.6）：称取333g三水合乙酸钠，溶解于水中，加入15mL冰乙酸，用水稀释至1000mL，混匀。

5.7 EDTA溶液（0.05mol/L）：称取9.3 g乙二胺四乙酸二钠于250mL烧杯中，加入100mL水，加热溶解，稍冷，用水稀释至500mL，混匀。

5.8 硝酸锌标准滴定溶液（0.01853mol/L）：

1. 预处理：将约10g锌粒（*w*Zn≥99.99%）置于250mL烧杯中，加入约100mL水，加少量硝酸（1+1），搅拌使锌粒表面的氧化物溶解，锌粒呈光亮的银白色，将酸液倾去，以水用倾泻法洗涤，至溶液不呈酸性，再以无水乙醇用倾泻法洗涤两次，在105℃烘箱中烘干5min～10min，贮于干燥的称量瓶中，于干燥器中保存。
2. 配制：称取1.2121g已处理过的锌粒置于400mL的烧杯中，加约50mL水及20mL硝酸（1+1），盖上表皿，微热至锌粒全部溶解，蒸发至约15mL，冷却至室温，用水冲洗表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
3. 硝酸锌标准滴定溶液的实际浓度c，按公式（1）计算：

$c=\frac{m\_{0}}{V\_{0}×65.39}$………………………………………………（1）

式中：

*c* ——硝酸锌标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*0 ——称取锌粒质量，单位为克（g）；

*V*0 ——硝酸锌标准滴定溶液的体积，单位为升（L）；

65.39——锌的摩尔质量,单位为克每摩尔（g/mol）。

5.9 酚酞乙醇溶液（10g/L）。

5.10 二甲酚橙溶液（1g/L）。

6 仪器设备

6.1 铂坩埚：30mL。

6.2 高温炉：能控制温度在725℃±25℃。

7 试样

样品研磨混匀后通过74μm标准筛，在110 ℃±5 ℃烘箱中烘烤2 h，于干燥器中冷却至室温。

8 分析步骤

8.1 试料

称取0.25 g试样（7），精确至0.0001g。

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 将试料（8.1）置于铂坩埚（6.1）中，加入6g酸性硫酸钾或焦硫酸钾（5.1），在温度低于300℃时将铂坩埚放入高温炉（6.2）中，当炉温达到725℃±25℃时开始计时，熔融约30min，直至完全赶尽氟，取出冷却至室温。

8.3.2 加入100mL水、5mL盐酸（5.3）于250mL烧杯中，然后将熔块（8.3.1）连同铂坩埚（6.1）放入烧杯中，加热并用玻璃棒搅动使熔块脱落，洗出铂坩埚（6.1），继续加热直到熔块完全溶解，取下冷却至室温，将溶液移入250mL容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。

8.3.3 移取50.00 mL溶液（8.3.2），滴加1滴酚酞乙醇溶液（5.9），滴加氢氧化钠溶液（5.5）至溶液呈红色，滴加盐酸（5.4）至溶液无色，并过量1.5mL，加入50mL水、15 mL EDTA 溶液（5.7），加热煮沸2min后取下，滴加氢氧化钠溶液（5.5）至溶液呈红色，滴加盐酸（5.4）至溶液无色，加入20mL缓冲溶液（5.6），流水冷却至室温。

8.3.4 加入3滴二甲酚橙溶液（5.10），用硝酸锌标准滴定溶液（5.8）滴定，使溶液由黄色变成玫瑰红色。

8.3.5 加入0.5 g～1 g氟化钠（5.2），加热煮沸2min后取下，流水冷却至室温，用硝酸锌标准滴定溶液（5.8）滴定至溶液由黄色变成玫瑰红色为止。记录下第二次滴定消耗的硝酸锌标准滴定溶液（5.8）的体积。

9 试验结果的计算

铝含量以铝的质量分数*w*Al计，按公式（2）计算：

$w\_{Al}=\frac{c×V×V\_{2}×26.98}{m×V\_{3}×10^{3}}×100\%$………………………………（2）

 式中：

*V* ——第二次滴定消耗硝酸锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c* ——硝酸锌标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2 ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

26.98 ——铝的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

*V*3 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字。

数值修约执行GB/T 8170。

10 精密度

10.1 重复性

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：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% |   |   |   |
| *r*/% |   |   |   |

表1 重复性限

10.2 再现性

 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（*R*），超过再现性（*R*）的情况不超过5%。再现性（*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

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% |   |   |   |
| *R*/% |   |   |   |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——本部分编号；

——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。