ICS.71.040.40

CCS H 30

中华人民共和国有色金属行业标准

行业标准

YS

YS/T 575.29-20XX

铝土矿化学分析方法

第29部分：有效铝和活性硅的测定

Methods for chemical analysis of bauxite-

Part29: Determination of available aluminum and reactive silicon

（送审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××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 575《铝土矿石化学分析方法》的第29部分。YS/T 575已经发布了以下部分：

一一第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法；

一一第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法；

一一第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法；

一一第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

一一第5部分: 三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法；

一一第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法；

一一第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胲光度法；

一一第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法；

一一第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明B萃取光度法；

一一第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法；

一一第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法；

一一第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法；

一一第19部分：烧失量的测定 重量法；

一一第20部分：预先干燥试样的制备；

一一第21部分：有机碳含量的测定

一一第22部分：湿存水含量的测定 重量法；

一一第23部分：元素含量的测定 X射线荧光光谱法；

一一第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法；

一一第25部分：硫含量的测定 库伦滴定法

一一第26部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

一一第27部分：镧、铈、镨、钕、钪、钇含量的测定 ICP-AES法

一一第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法

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）归口。

本文件起草单位： 中铝矿业有限公司、广东田东锦鑫化工部分有限公司、山东南山铝业有限公司、中铝中州有限公司。

本文件主要起草人：

引言

YS/T575《铝土矿石化学分析方法》是铝土矿石化学分析方法的系列标准，该系列标准包含铝土矿样品制备、灼减测定、元素含量分析等多种分析操作的技术规范，该系列标准在铝土矿贸易结算、分析比对、氧化铝生产等多领域应用广泛。

YS/T575.29《铝土矿石化学分析方法第29部分：有效铝和活性硅的测定》是有色行业铝土矿中有效铝和活性硅含量测定的主要标准也是唯一标准，是有色行业分析检测的基础标准之一。该标准是完全基于我国分析检测技术，国际标准和国外先进国家或组织均没有相同标准和规范。本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内最新相关技术。

该标准是YS/T575《铝土矿石化学分析方法》系列有色行业标准中的一部分，是对《铝土矿石化学分析方法》系列标准的补充和完善。标准的制定为氧化铝企业、贸易商和矿石经营企业对有效铝和活性硅的分析检测提供了统一的标准，从而减少贸易纠纷和争议。

铝土矿化学分析方法

第29部分：有效铝和活性硅的测定

 警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并为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。

 警示—使用氢氧化钠熔融要求带眼镜。建议戴手套。

1 范围

本文件规定了三水铝土矿中有效铝和活性硅的测定。

本文件适用于三水铝土矿中有效铝和活性硅的测定。有效铝测定范围：10%～60%；活性硅测定范围：0.1%～20%。

2 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 数值修约规则和极限数值的表示和判断

3 术语和定义

 下列术语和定义适用于本文件。

3.1 有效铝

指在拜耳法生产氧化铝的的净氧化铝含量。

3.2 活性硅

 在拜耳法生产氧化铝的工艺条件下能与苛性碱发生化学反应的含硅化合物的含量

4 提要

三水铝土矿石用氢氧化钠在一定温度和压力下溶出，测其溶出液中的氧化铝，即为有效氧化铝含量。而活性氧化硅以两种形式存在，即存在于溶出液中的氧化硅和以铝硅酸钠存在于沉淀中的氧化硅，两者之和为活性氧化硅的总量。

5 试剂

 除非另有说明，在分析中仅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。

5.1 氧化锌（基准）。

5.2 氢氧化钠溶液:50g/L（以Na2O计）。

5.3 氢氧化钠溶液:100g/L。

5.4 盐酸溶液:1.0mol/L。

5.5 缓冲溶液(pH=5.7):称取121g无水乙酸钠溶于水中，加入9.6mL冰乙酸（ρ1.05g/mL），以水稀释至1L。

5.6 氨性缓冲溶液（pH为10）：称取54g氯化铵加350mL氨水，以水稀释至1000mL,混匀。

5.7 钼酸铵溶液:10g/L。

5.8 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合显示液:

10g硫酸亚铁铵在烧杯中水溶解,再慢慢加入30mL硫酸(ρ1.84g/mL)；10g草酸于另一烧杯中加水溶解,冷却后与前溶液混合,并用水稀释至1L。

5.9 氨水（1+5）。

5.10 盐酸（1+5）。

5.11 EDTA标准滴定溶液按以下步骤进行配制和标定：

a）配制：预先将EDTA用热水溶解，配成质量分数为7.5%的EDTA溶液，用脱脂棉过滤备用。移取300mL，稀释至1000mL。

b）标定：称取0.1436g于800℃±50℃高温炉中灼烧至恒重的氧化锌(5.1)，以少量水湿润，加5mL盐酸（5.4）溶解，加80mL水，用氨水（5.9）将溶液pH值调至7～8，加10mL氨性缓冲溶液（5.6），5滴铬黑T溶液（5.16），用EDTA溶液（5.11）滴定，溶液由紫色变为纯蓝色，即为终点，同时做空白试验。

按公式（1）计算EDTA标准滴定溶液的实际浓度：

$$C\_{1}=\frac{m\_{1}×1000}{V\_{1}×81.39} ..............................（1）$$

式中：

*c*1 --EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*1 --氧化锌的质量，单位为克（g）；

*V*1 --标定时，所消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

81.39--氧化锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5.12 ZnCl2标准滴定溶液按以下步骤进行配制和标定：

a）配制：称取4.05gZnCl2用水（预先加有1+1盐酸50mL）溶解，稀释至1000mL。

b）标定：移取15.00mLEDTA标准滴定溶液（5.11）加80mL水， 15mL缓冲溶液（5.6），用ZnCl2标准滴定溶液（5.12）滴定，近终点时加5滴铬黑T溶液（5.16），继续滴定溶液由蓝色变为紫色，即为终点，同时做空白试验。

按公式（2）计算ZnCl2标准滴定溶液的实际浓度：

$$C\_{2}=\frac{C\_{1}×V\_{2}}{V\_{3}} ..............................（2）$$

式中：

*c*2 –氯化锌标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2 --加入EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*3--消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.13 二氧化硅标准溶液：称取0.1000g预先在1000℃下灼烧2h并冷却至室温的二氧化硅(99.99％)于铂坩埚中，加入3g无水碳酸钠，搅匀。上面再覆整1g无水碳酸钠，盖上坩埚盖，置于950℃高温炉中熔融12min，取出冷却，置于塑料杯中，用200mL沸水浸出，用水洗出坩埚及盖，冷至室温，移入1000mL容量瓶中，用水至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中，此溶液1mL有0.1mg二氧化硅。

5.14 溴甲酚绿指示剂溶液：将0.1g溴甲酚绿溶于100mL水中，滴加氢氧化钠溶液（5.3）至溶液呈蓝色。

5.15 二甲酚橙指示剂溶液：5g/L。

5.16 铬黑T溶液：5g/L，现用现配。

6 仪器设备

6.1 微波消解仪。

6.2 微波用100mL聚四氟乙烯消解管。

6.3 分光光度计

7 试样

将试样用研钵研磨通过孔径74μm筛，研好的试样置于110℃±5℃的烘箱中烘干2h,至于干燥器中，冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取1.00g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 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1将试料（8.1）放入消解罐（6.2），加入20.OmLNaOH(5.2)试剂后充分摇匀，装入消解仪（6.1），在143℃温度下保温30min。消解后用水将消解液小心移入250mL容量瓶中，稀释至刻度定容，混匀。试液全部过滤，滤液盛于250mL烧杯中，备用。

注:用定量滤纸,每次滤液倒入不能超过滤纸的2/3,滤液洗涤烧杯两到三次后方可使用,滤纸上沉淀要全部保留备用,把容量瓶中内容物全部转移到漏斗中。

8.4.2取20.00mL滤液（8.4.1）加20.00mLEATA标准滴定溶液（5.11），1滴溴甲酚绿溶液(5.14)，以盐酸（5.10）和氨水(5.9)反复调至黄色刚出现再过量1滴盐酸（5.10），加水使溶液体积约100mL，煮沸5min，冷却至室温，加入15mL 缓冲溶液(5.5)，加3滴二甲酚橙溶液(5.15)，用氯化锌标准滴定溶液（5.12）滴定至溶液由绿色变为紫色，即为终点。

8.4.3取2.00mL滤液(8.4.1)于100mL容量瓶中，备用。

8.4.4将滤纸和沉淀（8.4.1）直接转移至150mL烧杯中，加入50.0mL 1.0mol/LHCL（5.4），加水至100mL，摊开滤纸保证沉淀与盐酸试液的充分接触。加热煮沸，保温5min。冷却后溶液转入250mL容量瓶，同时洗涤烧杯，洗液一并转入容量瓶中。定容,过滤。

注:在将溶液转入容量瓶时注意用力压滤试纸,尽量将溶液全部挤压出来,同时洗涤,反复挤压滤纸使可溶试液尽可能的全部转移到容量瓶中。

8.4.5取2.00mL滤液(8.4.4)于100mL容量瓶（8.4.3）中，加水至35mL左右，加入5mL1.0mol/LHCL（5.4）,混匀。加5mL钼酸铵（5.7），混匀，放置15min，再加入15mL混合还原液（5.8），以水定容，于分光光度计测定SiO2。

8.5 工作曲线绘制

 分取0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL、7.00mL、

8.00mL二氧化硅(5.13)于各100mL容量瓶中，各瓶补加盐酸(5.10)3.8mL，然后加水至体积为50mL，按分析步骤8.4.5进行操作，以试剂空白为参比，测量其吸光度，以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

9.1 有效铝的含量以有效铝质量分数ω有效铝计，按公式（3）计算：

$$ω\_{有效铝}=\frac{\left(C\_{1}∙V\_{4}-C\_{2}∙V\_{5}\right)×0.05098}{m}×100 ..............................（3）$$

式中：

*C*1--加入EDTA标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*C2*--回滴氯化锌标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V4*--加入EDTA标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V*5*--回滴氯化锌标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

m—分取溶液相当的试料的质量，单位为毫克（mg）

9.2 活性硅的含量以活性硅质量分数ω活性硅计，按公式（4）计算：

 $ω\_{活性硅}=\frac{m\_{1}-m\_{0}}{m}×100 ........ ......................（4）$

式中：

*m*1—由工作曲线查得的二氧化硅的量，单位为毫克（mg）；

*m0*--由工作曲线查得的空白二氧化硅的量，单位为毫克（mg）；；

m—分取溶液相当的试料的质量，单位为毫克（mg）

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%求得:

表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 有效铝的质量分数/% | 40.81 | 43.88 | 52.69 |
| r/% | 0.87 | 0.90 | 0.91 |

表2 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 活性硅的质量分数/% | 0.79 | 3.50 | 5.42 |
| r/% | 0.16 | 0.16 | 0.34 |

10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表3、表4所列允许差。

表3 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 有效铝的质量分数/% | 允许差/ % |
| 10.00～60.00 | 1.65 |

表4 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 活性硅的质量分数 | 允许差/ % |
| ＜2.00 | 0.25 |
| 2.00～5.00 | 0.45 |
| ＞5.00 | 0.80 |

11 试验报告

试验报告应包含以下几个方面的内容：

——试样；

——本文件编号；

——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。

。