

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法
第 2 部分：湿存水含量和灼减量的测定
重量法

编 制 说 明

(送审稿)

中铝郑州有色金属研究院有限公司

2023-05

编制说明

一 工作简况

（一）任务来源

根据 2020 年 8 月全国有色金属标准化技术委员会有色标委[2020]61 号文件征集标准项目计划的通知要求，2020 年 11 月有色金属标委会年会中铝郑州有色金属研究院有限公司提交 YS/T 581.2 《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 2 部分：灼减量的测定 重量法》的标准修订计划。2022 年 7 月工业和信息化部工信厅科函[2022]158 号下达计划，计划号 2022- 0803T-YS。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司在提交标准修订计划前，主动给各单位发函调研，就氟化铝湿存水和灼减量测定操作的氟化铝样品称量状态、温度等细节问题进行问卷调查，充分了解行业内氟化铝灼减量测定的操作详情。参与调研单位包括多氟多化工有限公司、山东南山铝业股份有限公司等单位，这些单位积极填写调研函，为主编单位标准编写提供真实有效的信息。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 工作职责

起草人	单位名称	工作职责
白万里、李小艳、 谢远萍	中铝郑州有色金属研究院有限公司	主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调，同时负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。
叶文豪、堵莎莎	多氟多新材料股份有限公司	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
张宁、李文超	山东南山铝业股份有限公司	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
谢晓静、姚永峰	内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
姚惠君、黄晓玲	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
王昌金、谢辉	贵州省分析测试研究院	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
梁愈斌、韦锋	平果铝业有限公司	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。

周婷、彭小燕	长沙矿冶院检测技术有限责任公司	参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。
--------	-----------------	---------------------------------------

（三）主要工作过程

1、预研阶段：2020年3月对多家氟化盐生产、电解铝生产的单位调研，调研中发现2006版本标准中灼减量测定范围过宽不符合当今氟化铝产品实际、称量质量繁琐，最为严重的是称量样品状态存在原理性错误，因为按照2006版本，同一预先干燥的氟化铝试样，放置（吸水）前和放置（吸水）后灼减量必然存在差距，此差距根据吸水性不同而不同；因此2006版本的试料样品的状态规定存在瑕疵，原标准中测定内容实际为水分和灼减总和，因此亟需对该标准进行修订。

最终提出YS/T 581.2《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：灼减量的测定 重量法》的标准修订计划。

2、立项阶段：

2020年11月有色金属标委会年会，中铝郑州有色金属研究院有限公司提交YS/T 581.2《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：灼减量的测定 重量法》修订建议书、标准草案，申请立项。

3、起草阶段：

3.1 召开任务落实会议

2021年4月在贵阳召开有色标委会任务落实会议，会议要求由中铝郑州有色金属研究院有限公司牵头，负责承担YS/T 581.2《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：灼减量的测定 重量法》（计划号2022-0803T-YS）的标准修订工作；会议明确由多氟多新材料股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、山东南山铝业股份有限公司、平果铝业有限公司、贵州省分析测试研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、长沙矿冶院检测技术有限责任公司等7单位参与标准修订工作。贵阳会议后主编单位将标准草案提交给各参编单位（7家），各单位针对标准内容提出修改意见，主编单位进行汇总整理，形成了征求意见稿I。

3.2 标准起草和复验

贵州会议后主编单位积极准备样品进行标准复验工作，将已经测定过的4组氟化铝试样，再次确认测定验证，确保均一性、稳定性，2021年6月主编单位将4组氟化铝样品分别邮寄到各单位进行复验工作，各复验单位认真负责氟化铝灼减测定的工作，积极反馈并对复验中出现的问题进行积极反馈沟通。

3.3 召开预审会议

2022年1月，各参编单位反馈数据和试验报告，主编单位将各个单位的数据汇总处理，计算并提出实验室内的重复性限和实验室间的再现性数据，编辑文本形成了征求意见稿II和预审稿编制说明；2022年3月9日—11日，全国有色金属标准工作网络会议召开，来自中铝郑州有色金属研究院有限公司、多氟多化工有限公司、广东省工业分析检测中心、昆明冶金研究院、中铝矿业、中铝山东、内蒙古霍煤鸿骏等15个单位的30名代表参加网络会议，会议对标准文本进行细致的预审工作。

3.4、征求意见阶段

预审会议后标准主编单位将相关文本再次反馈给各个参编单位，就相关文本内容、操作细节、格式等展开细致检查和纠错，同时对标准进行了广泛征求意见，除编制组单位外，共发送单位11家，其中生产使用单位7家，占比64%，科研单位4家，占比36%，回函单位11个，回函并有建议的单位9个。根据各单位专家老师的回函意见，经编制组讨论研究，提出具体的意见和采纳情况，编写形成了《标准征求意见稿的征求意见汇总表》，经过文本编辑于2022年11月形成了《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分 灼减量的测定 重量法》标准送审稿。

3.5 审查阶段

2022年10月26日~28日，全国有色金属标准化技术委员会召开网络会议，来自全国18个单位的40余名代表参加了会议。会议对YS/T 581.8-202X《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分 灼减量的测定 重量法》送审稿标准文本进行审定，标委会提出将YS/T 581.1-2006（湿存水测定）和YS/T 581.2-2006（灼减量）合并整合。

3.6、标准第二次复验

主编单位积极准备样品进行标准复验工作，将已经测定过的3组氟化铝水分试样，再次确认测定验证，确保均一性、稳定性，同时严格按照制样方法密封于密闭瓶子中，2023年3月主编单位将4组氟化铝样品分别邮寄到各单位进行复验工作，要求各单位立即测定、尽快反馈结果，各复验单位认真负责氟化铝灼减测定的工作，积极反馈并对复验中出现的问题进行积极反馈沟通。

3.7、标准第二次征求意见阶段

湿存水含量的复验完毕后，主编单位收集各复验单位数据并进行汇总整理，主编单位将相关标准文本和编制说明文本进行了广泛征求意见，除编制组单位外，共发送单位12家，其中生产使用单位8个，占比67%，科研单位4个，占比33%，回函单位12个，回函并有

建议的单位 10 个。根据各单位专家老师的回函意见，经编制组讨论研究，提出具体的意见和采纳情况，编写形成了《标准征求意见稿的征求意见汇总表》，经过文本编辑于 2023 年 5 月形成了 YS/T 581.2 《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 2 部分：湿存水含量和灼减量的测定 重量法》标准送审稿。

3.7 召开二次审定会议

二 标准编制原则

1)、本标准编写格式上严格按照 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》和 GB/T 2000.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》要求编写。

2)、以人为本充分考虑环境保护和安全操作等相关要求。

3)、满足我国氟化盐行业生产检测和电解铝行业使用的需要。

该标准的修订编写工作是在 2006 年版本基础上：根据当今测定范围，修订标准中湿存水和灼减测定范围，由于技术革新湿法氟化铝样品产量极少，干法氟化铝湿存水通常在 0.5% 以下，2006 版本的湿存水下限在 0.50% 和目前测定操作脱节，因此修改下限为 0.10%；灼减量部分中纠正原标准中的称样状态的原理性瑕疵，称量起点应该为“110℃预先干燥样品”；统一原灼减量部分中称样质量为 5 g。新加方法通过广泛调研参编单位实际测定操作和行业长期的分析实践进行编写。通过主编单位实验室提出实验方案，各参编实验室的共同验证，确定最终方案和相关数据，这样更能体现标准的的一致性和有效性。

三 标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

3.1 标准题目的确定

本次将题目中灼减量部分的原“烧减量”改为“灼减量”，同时题目中加入“重量法”，明确测定方法原理；同时根据合并精简要求，将 YS/T 581.1 中湿存水量测定方法合并加入标准中，最终修订原标准题目为《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 2 部分：湿存水含量和灼减量的测定 重量法》。

3.2 标准的适用范围

本文件规定了氟化铝湿存水含量和灼减量的测定方法。

本文件适用于氟化铝湿存水含量和灼减量的测定，湿存水含量测定范围：0.10%~2.00%，灼减量的测定范围：0.10%~5.00%。

湿存水含量部分的 2006 年版本范围为 0.50%~2.00%，根据主编单位和参编单位的反

馈，目前氟化铝的湿存水以 0.50%以下为主，1.0%以上的极少见，因此将湿存水含量测定下限修改为 0.10%；灼减量部分的 2006 年版本范围为 0.20%~8.00%，根据中铝郑州研究院质检中心第三方实验室数据，**3 年内未见到灼减超过 5%数据**，约 90%灼减数据在在 1%以下，同时 GB/T 4292-2017 中氟化铝产品标准的 AF-02 最大灼减量为 2.5%，因此此次缩减灼减的上限范围由原标准 8%修改为 5%；由于部分单位中有少量 0.1%-0.2%的氟化铝样品，最终将下限修改为 0.1%。

3.3 试样要求

氟化铝湿存水含量测定部分，2006 版本中试样为原始样品，此次修订保持原始样品状态不变，灼减量部分的试样进行了相应调整。

灼减量的 2006 版本要求使用符合 YS/T 581.11 中 3.2（原始试样）的样品，按照 2006 版本实际上测定是水分和灼减量之和，另外 2006 版实际上修改采用的是 ISO 3392-1976（已废止），国际标准明确规定采用 110℃预先干燥样品。

选取两个氟化铝样品，同一样品，一份进行 110℃预先干燥，一份未干燥的原始样品，分别进行测定 550℃灼减测定，不同单位的测定结果如表 2 所示。

表 2 称样量状态试验

单位名称	样品	110℃预先干燥	未干燥原始试样	灼减差值
郑州研究院	1#	0.281	0.449	0.168
	2#	0.605	0.779	0.184
南山铝业	1#	0.327	0.466	0.139
	2#	0.632	1.250	0.618
多氟多	CFL-BH	0.31	0.59	0.28
贵州院	1#	0.278	0.362	0.084
	2#	0.604	0.730	0.126
霍煤鸿骏	1#	0.286	0.414	0.128
	2#	0.610	0.822	0.212
中金岭南	1#	0.280	0.378	0.094
	2#	0.713	1.069	0.353
长沙矿冶院	1#	0.306	0.360	0.054
	2#	0.651	0.728	0.077
中铝平果铝业	X-FHL	0.718	0.886	0.168
	3#	1.660	1.914	0.407

注：此条件试验仅为说明称样状态的重要性，各单位可使用现有样品测定，因此部分单位未使用统一的复验样品做试验。

不同称量状态的同一个样品其经过 550℃灼烧差距较大，差值普遍在 0.1%以上，最高达到 0.618%，**远超 2006 版本实验室内重复性规定（2.25%重复性限为 0.093%）**，同时“原始试样”的状态具有极大不确定性，特别是第三方检测机构的“原始试样”，样品包装状态好

坏、邮寄中吸收水分的多少、物流放置时间、是否有破损都难以控制，在所谓“原始试样”下，数据重复性很难保证；目前氟化铝生产单位普遍使用干法工艺，氟化铝灼减大幅降低至1%以下，在此背景两种状态测定结果差别，能在检测双方忍受范围之内，但原理上讲，从“原始试样”测定灼减，具有较大不确定性，2006版本中标准的“灼减”属于灼减和水分的总和，同一样品放置一定时间，样品吸水前后存在较大差值。

预审会以后对7家参编单位的调研见表3，尽管有参编单位采用2006版本，选择原始样品，但仅仅是采标选用，实际上各单位均认为2006版本“原始样品”基称量准有问题，特别是湿度较大的南方地区，灼减结果易受水分含量的影响较大。

表3 氟化铝灼减称样状态调研表

单位名称	日常测量中氟化铝灼减量的称量状态	是否保持2006版本的原始样品状态	原因
南山铝业	按照2006版本，选择原始样品	否	①若采用原始试样分析，结果重复性和准确性会受到影响。②根据灼减定义，测定时应不包括内部水分。③湿度因季节或地区不同存在差异，若采用原始试样，测定出的灼减结果易受水分含量的影响。
多氟多	按照2006版本，选择原始样品	否	样品存放时间久可能会受潮，用2006版方便测得结果会偏高，所以有必要将样品预先干燥。
贵州院	110℃预先干燥试样	否	未进行110℃干燥，样品中的水分导致灼碱量增大，导致数据不很准确
霍煤鸿骏	按照2006版本，选择原始样品	否	“110℃干燥2h”状态下，可避免样品吸水的影响，测定结果稳定可靠，具有可重复性。
中金岭南	110℃预先干燥试样	否	必须110℃干燥后才是真实的灼减量。
长沙矿冶院检测技术有限责任公司	110℃预先干燥试样	否	样品受空气湿度等影响较大，原始样品放置稍久结果不同，预先干燥样品也必须在干燥后数天完成实验，不可久置。
中铝平果铝业有限公司	110℃预先干燥试样	否	广西地区湿度大，不干燥灼减影响大

结合上述数据和论述，本次修订修改灼减测定中原理的瑕疵部分，**试样要求修改为110℃预先干燥状态，即试样在110℃±5℃烘箱干燥2h。**

2022年10月审定会议，专家提出更改样品状态后，如果不研磨样品的粒度可能较粗，需要做条件实验确保110℃±5℃烘干2h能达到“恒重效果”，为此主编单位要求各参编单位进行补充实验。

取1个氟化铝试样（不研磨的原始样品）混合均匀后，称取10.0000g氟化铝样品6

份于 6 个预先恒重的称量瓶中于预先恒重的称量瓶中，全部置于 110℃的干燥箱中， 1h 后取出两称量瓶放入干燥器中冷至室温后迅速称重， 2h 后再次取出两称量瓶放入干燥器中冷至室温后迅速称重， 3h 后取出剩余两个称量瓶放入干燥器中冷至室温后迅速称重，分别计算减少质量。各单位测定结果如下表 4-表 10 所示。

表 4 郑州研究院干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量 (g)	31.0344	31.5968	33.6525	34.0142	33.4936	33.5397
试样质量 (g)	10.0000	10.0001	10.0001	10.0000	10.0000	10.0000
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	41.0259	41.5881	43.6435	44.0050	43.4839	43.5305
减少质量 (g)	0.0085	0.0088	0.0091	0.0092	0.0097	0.0092
减少质量平均值 (g)	0.0086		0.0092		0.0094	
减少含量平均值 (%)	0.086		0.092		0.094	

表 5 南山铝业干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量 (g)	28.3367	31.5356	30.7204	30.2321	31.7978	21.4924
试样质量 (g)	15.0000	15.0000	15.0000	15.0000	15.0000	15.0000
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	43.3179	46.5176	45.7023	45.2132	46.7796	36.4739
减少质量 (g)	0.0188	0.0180	0.0181	0.0181	0.0182	0.0185
减少质量平均值 (g)	0.0184		0.0181		0.0184	
减少含量平均值 (%)	0.125		0.121		0.125	

表 6 霍煤鸿骏干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量 (g)	13.3355	19.2460	18.8562	18.2542	18.4079	14.5785
试样质量 (g)	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	23.3251	29.2353	28.8452	28.2431	28.3965	24.5670
减少质量 (g)	0.0104	0.0107	0.0110	0.0111	0.0114	0.0115
减少质量平均值 (g)	0.0106		0.0110		0.0114	
减少含量平均值 (%)	0.106		0.110		0.114	

表 7 多氟多干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量 (g)	41.2986	29.1107	29.3232	29.0236	29.0974	28.6509
试样质量 (g)	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h

称量瓶+试样质量(g)	51.0527	39.1345	39.8325	39.3306	38.7667	38.9310
减少质量(g)	0.0012	0.0012	0.0022	0.0024	0.0025	0.0025
减少质量平均值(g)	0.0012		0.0023		0.0025	
减少含量平均值(%)	0.012		0.022		0.025	

表 8 中金岭南干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量(g)	35.4007	36.4628	25.7346	20.2930	29.5725	36.7043
试样质量(g)	10.0000	10.0004	10.0002	10.0002	10.0001	10.0007
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	45.3929	46.4551	35.7255	30.2840	39.5630	46.6956
减少质量(g)	0.0078	0.0081	0.0093	0.0092	0.0096	0.0094
减少质量平均值(g)	0.0080		0.0092		0.0095	
减少含量平均值(%)	0.080		0.092		0.095	

表 9 长沙矿冶院干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量(g)	24.9366	24.9256	24.8557	24.9012	24.9903	24.9449
试样质量(g)	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000	10.0000
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	34.9286	34.9175	34.8472	34.8925	34.9818	34.9363
减少质量(g)	0.0080	0.0081	0.0085	0.0087	0.0085	0.0086
减少质量平均值(g)	0.0080		0.0086		0.0086	
减少含量平均值(%)	0.0800		0.0860		0.0860	

表 10 贵州院干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量(g)	23.7848	20.5379	20.2452	23.7337	16.7628	24.4477
试样质量(g)	10.0007	10.0007	9.9998	10.0002	10.0024	10.0013
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h
称量瓶+试样质量(g)	33.7827	30.5356	30.2422	33.7308	26.7620	34.4456
减少质量(g)	0.0028	0.0030	0.0028	0.0031	0.0032	0.0034
减少质量平均值(g)	0.0029		0.0030		0.0033	
减少含量平均值(%)	0.029		0.030		0.033	

表 11 平果铝业干燥时间对质量损失的影响试验

称量瓶质量(g)	42.3793	40.3633	42.1522	40.7177	40.0627	39.7676
试样质量(g)	10.0111	10.0092	10.0325	10.0014	10.0022	10.0087
干燥时间	1h	1h	2h	2h	3h	3h

称量瓶+试样质量(g)	52.3830	50.3648	52.1766	50.7108	50.0564	49.7675
减少质量(g)	0.0074	0.0077	0.0081	0.0083	0.0085	0.0088
减少质量平均值(g)	0.0076		0.0082		0.0086	
减少含量平均值(%)	0.075		0.082		0.086	

参考标准 YS/T 575.19（铝土矿灼减量测定）中称量 1.0g 样品，恒重标准为两次称量绝对差值 0.0005g 以内，恒重占比为称样量 0.05%，而本次称量质量为 10 g，两次恒重的质量差值为 0.005g，实际上各单位的 2h 和 3h 平行测定之间的最大绝对差值为远小于此结果，因此不研磨的氟化铝原始样品在 2h 干燥后已经达到“恒重”要求。

3.4 测定温度和时间

氟化铝湿存水含量测定部分，2006 版本中测定温度为 110℃±5℃烘干 2h，此次修订保持 2006 版本不变。

由于氟化盐灼减和铝土矿、耐火材料灼烧至恒重的灼减测定方式不同，氟化铝在“550℃±5℃灼烧 30 min”，在此条件下可将其结晶水等物质除去同时数据重复性较好，但如果降低温度或升高温度，或者改变灼烧时间，则灼减结果有差异，甚至有较大不同。本次修订沿袭测定传统，保留“550℃±5℃灼烧 30 min 由灼烧前后试料质量的差值计算灼减量”的测定条件。

3.5 试料质量

氟化铝湿存水含量测定部分，2006 版本中测定试料的质量为 2 g，征求参编单位，各参编单位均采用 2 g 测定质量，因此此次修订保持 2006 版本试料质量不变。

2006 版本规定灼减大于 1.0%，要求称量 2.5g 样品，灼减小于 1.0%称量 5g。实际中对于未知样，灼减事先未知，而对于第三方检测，该规定需要称量两份。另外 2006 版实际上修改采用的是 ISO 3392-1976（已废止），国际标准明确规定称量 5.0g，并未有 2.5g 的特殊称量要求。

为证明称量 2.5g 样品和 5.0g 样品的灼减差异，选取灼减量大于 1%的样品 3#、4#样品，分别称量 2.5g 和 5.0g，经过 550℃灼烧 30min, 对比结果见 12。

表 12 不同称样量对比

单位名称	样品	2.5g 称样质量	5.0 g 称样质量	灼减绝对差值
郑州研究院	3#	1.386	1.411	0.025
	4#	3.678	3.729	0.051
南山铝业	3#	1.577	1.388	0.189

	4#	4.014	3.810	0.204
多氟多	CFL-BH	0.29	0.31	0.02
贵州院	3#	1.408	1.415	0.007
	4#	3.729	3.732	0.003
霍煤鸿骏	3#	1.452	1.415	0.037
	4#	3.727	3.725	0.002
中金岭南	3#	1.377	1.409	0.032
	4#	3.620	3.643	0.023
长沙矿冶院	3#	1.412	1.408	0.004
	4#	3796	3.823	0.027
中铝平果铝业	3#	1.610	1.507	0.103
	4#	3.415	3.713	0.298

通过数据对比，发现绝大部分单位（8家单位中6家75%）2.5g和5.0g在较小差别范围的0.10%内，同时差别较大的样品为灼减量大于3%的高灼减量样品，而目前90%以上的样品灼减小于1%。

因此本次修订删除掉原标准中“2.5g”称量的重复性操作，所有样品均为5g称样量。

3.6 样品测定及实验室比对

3.6.1 湿存水含量的测定

选取封存于密封容器中的样品，称取2g样品在110℃烘箱中干燥2h条件下测定。中铝郑州有色金属研究院有限公司选取3个氟化铝样品，湿存水含量从0.20%-1.2%梯度范围，中铝郑州研究院的测定结果见表13。由于湿存水含量的不稳定性，特别是湿法氟化铝交易受到外界湿度影响，此次湿存水含量测定次数定为6次。

表13 郑州研究院氟化铝湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.101	0.553	0.926	1.226
2	0.106	0.530	0.963	1.249
3	0.0986	0.554	0.946	1.258
4	0.103	0.569	0.929	1.269
5	0.119	0.589	0.949	1.293
6	0.113	0.582	0.956	1.306
平均值	0.107	0.563	0.945	1.267
标准偏差	0.0071	0.0198	0.0134	0.0267
相对标准偏差	6.659	3.511	1.419	2.110

2023年3月主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司，将选取的4个氟化铝湿存水样品，分别邮寄到多氟多化工有限公司、山东南山铝业股份有限公司、中铝平果铝业有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司、贵州测试院、中金岭南、长沙院等单位，各单位负责标准的实验室比对工作，测定结果见表14-表20。

表 14 南山铝业氟化铝湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.124	0.548	0.900	1.215
2	0.133	0.532	0.898	1.230
3	0.158	0.546	0.902	1.185
4	0.164	0.460	0.951	1.250
5	0.122	0.503	0.958	1.238
6	0.113	0.504	0.974	1.274
平均值	0.136	0.516	0.930	1.232
标准偏差	0.0207	0.0330	0.0345	0.0304
相对标准偏差	15.268	6.404	3.704	2.469

表 15 多氟多氟铝湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.177	0.509	0.885	1.151
2	0.177	0.497	0.883	1.163
3	0.169	0.467	0.869	1.167
4	0.181	0.509	0.841	1.197
5	0.211	0.475	0.890	1.176
6	0.177	0.502	0.873	1.252
平均值	0.182	0.493	0.874	1.184
标准偏差	0.0147	0.0181	0.0177	0.0365
相对标准偏差	8.0976	3.6631	2.0296	3.0852

表 16 霍煤鸿骏铝湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.121	0.573	0.905	1.240
2	0.142	0.572	0.902	1.242
3	0.124	0.584	0.938	1.231
4	0.140	0.578	0.928	1.229
5	0.123	0.598	0.914	1.238
6	0.141	0.573	0.914	1.240
平均值	0.132	0.580	0.917	1.237
标准偏差	0.0101	0.00535	0.0138	0.00535
相对标准偏差	7.667	0.924	1.503	0.433

表 17 中金岭南湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.16	0.50	0.86	1.14
2	0.15	0.50	0.87	1.12
3	0.14	0.52	0.85	1.15
4	0.11	0.48	0.90	1.16
5	0.11	0.46	0.90	1.25
6	0.18	0.50	0.89	1.24
平均值	0.14	0.49	0.88	1.18
标准偏差	0.028	0.021	0.021	0.055

相对标准偏差	19.91	4.22	2.43	4.63
--------	-------	------	------	------

表 18 贵州院湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.159	0.532	0.871	1.175
2	0.155	0.533	0.853	1.178
3	0.163	0.525	0.871	1.178
4	0.164	0.532	0.850	1.167
5	0.154	0.535	0.851	1.192
6	0.158	0.535	0.867	1.193
平均值	0.159	0.532	0.860	1.180
标准偏差	0.00407	0.00369	0.0102	0.0101
相对标准偏差	2.56	0.69	1.19	0.86

表 19 长沙矿冶院湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.165	0.509	0.841	1.263
2	0.180	0.510	0.785	1.298
3	0.175	0.510	0.823	1.249
4	0.185	0.489	0.88	1.251
5	0.175	0.479	0.841	1.232
6	0.172	0.49	0.879	1.256
平均值	0.175	0.498	0.879	1.258
标准偏差	0.00683	0.0135	0.0358	0.0221
相对标准偏差	0.039	2.71	4.26	1.75

表 20 平果铝业湿存水含量测定数据

	M1#	M2#	M3#	M4#
1	0.18	0.45	0.76	1.03
2	0.16	0.44	0.78	0.99
3	0.17	0.44	0.78	1.01
4	0.18	0.46	0.76	1.02
5	0.16	0.46	0.79	1.01
6	0.17	0.46	0.76	1.00
平均值	0.17	0.45	0.77	1.01
标准偏差	0.0089	0.0098	0.013	0.014
相对标准偏差, %	5.24	2.18	1.69	1.39

3.6.2 灼减量的测定

样品 110℃干燥 2 h, 称取 5 g 试样在 550℃高温炉上灼烧 30min 条件测定。中铝郑州有色金属研究院有限公司已经选取 4 个氟化铝样品, 灼减量从 0.28%-3.7%梯度范围, 中铝郑州研究院的测定结果, 测定见下表 21。(补充试验样品由霍煤鸿骏提供, 在 2023 年 2 月邮寄各单位进行复验)

表 21 郑州研究院氟化铝灼减量数据

补充试样	1#	2#	3#	4#
------	----	----	----	----

1	0.102	0.280	0.588	1.338	3.765
2	0.098	0.260	0.588	1.400	3.630
3	0.112	0.298	0.658	1.440	3.742
4	0.123	0.310	0.583	1.458	3.844
5	0.106	0.294	0.602	1.438	3.779
6	0.112	0.289	0.613	1.439	3.646
7	0.106	0.248	0.588	1.387	3.721
8	0.121	0.270	0.586	1.417	3.781
9	0.119	0.284	0.642	1.388	3.649
平均值	0.111	0.281	0.605	1.411	3.729
标准偏差	0.025	0.0195	0.0273	0.0374	0.0732
相对标准偏差	0.0082	6.920	4.513	2.652	1.963

2021年6月主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司质检中心，将已经选取4个氟化铝样品，分别邮寄到多氟多化工有限公司、山东南山铝业股份有限公司、中铝平果铝业有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司、贵州测试院、中金岭南、长沙院等单位，各单位负责标准的实验室比对工作，测定结果见表22-表28。

表22 南山铝业氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.161	0.328	0.642	1.368	3.784
2	0.166	0.336	0.636	1.396	3.956
3	0.168	0.329	0.632	1.382	3.772
4	0.157	0.332	0.638	1.394	3.754
5	0.166	0.318	0.624	1.377	3.777
6	0.157	0.322	0.626	1.380	3.796
7	0.175	0.330	0.630	1.385	3.805
8	0.173	0.325	0.635	1.404	3.824
9	0.162	0.320	0.622	1.402	3.825
平均值	0.165	0.327	0.632	1.388	3.810
标准偏差	0.0064	0.0059	0.0067	0.0121	0.0595
相对标准偏差	3.879	1.804	1.060	0.875	1.561

表23 多氟多氟化铝灼减量数据

序号	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.100	0.263	0.601	1.296	3.305
2	0.096	0.264	0.595	1.391	3.311
3	0.092	0.294	0.607	1.403	3.442
4	0.094	0.267	0.603	1.312	3.534
5	0.098	0.257	0.597	1.417	3.688
6	0.097	0.256	0.607	1.386	3.764
7	0.075	0.259	0.615	1.429	3.828
8	0.107	0.259	0.601	1.404	4.082
9	0.108	0.226	0.586	1.475	4.033

平均值	0.096	0.261	0.601	1.390	3.665
标准偏差	0.009657	0.017	0.008	0.056	0.289
相对标准偏差	10.0242	6.679	1.389	3.994	7.880

表 24 贵州院氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.132	0.280	0.614	1.460	3.678
2	0.131	0.268	0.587	1.479	3.715
3	0.125	0.294	0.593	1.371	3.795
4	0.123	0.278	0.656	1.412	3.696
5	0.135	0.269	0.598	1.409	3.734
6	0.127	0.292	0.624	1.434	3.755
7	0.121	0.282	0.600	1.398	3.667
8	0.133	0.278	0.588	1.388	3.818
9	0.119	0.266	0.580	1.382	3.733
平均值	0.127	0.278	0.604	1.415	3.732
标准偏差	0.0057	0.010	0.024	0.036	0.051
相对标准偏差	4.49	3.560	3.902	2.563	1.360

表 25 霍煤鸿骏氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.138	0.290	0.612	1.421	3.720
2	0.136	0.283	0.610	1.409	3.723
3	0.122	0.287	0.609	1.411	3.730
4	0.136	0.287	0.612	1.415	3.727
5	0.131	0.289	0.607	1.417	3.724
6	0.124	0.284	0.611	1.418	3.726
7	0.138	0.282	0.608	1.416	3.721
8	0.139	0.286	0.611	1.415	3.727
9	0.141	0.285	0.610	1.414	3.727
平均值	0.134	0.286	0.610	1.415	3.725
标准偏差	0.00677	0.0035	0.0014	0.0049	0.0049
相对标准偏差	5.0580	0.9328	0.2839	0.2534	0.0870

表 26 中金岭南氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.142	0.302	0.704	1.427	3.612
2	0.128	0.270	0.685	1.349	3.607
3	0.124	0.294	0.690	1.348	3.72
4	0.140	0.312	0.680	1.444	3.75
5	0.144	0.261	0.771	1.440	3.535
6	0.144	0.266	0.708	1.412	3.613
7	0.140	0.290	0.688	1.432	3.685
8	0.120	0.266	0.808	1.414	3.543
9	0.122	0.256	0.683	1.412	3.725
平均值	0.134	0.280	0.713	1.409	3.643

标准偏差	0.010	0.0200	0.0453	0.0585	0.0796
相对标准偏差	7.463	7.143	6.353	2.555	2.185

表 27 长沙矿冶院氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.130	0.281	0.627	1.389	3.761
2	0.138	0.279	0.615	1.367	3.759
3	0.129	0.302	0.619	1.384	3.818
4	0.136	0.306	0.603	1.386	3.814
5	0.132	0.296	0.612	1.417	3.816
6	0.151	0.310	0.629	1.417	3.833
7	0.132	0.315	0.656	1.436	3.833
8	0.123	0.333	0.663	1.432	3.886
9	0.127	0.328	0.695	1.452	3.891
平均值	0.133	0.306	0.651	1.408	3.823
标准偏差	0.00807	0.0186	0.0299	0.0285	0.0459
相对标准偏差	6.06	6.099	4.587	2.022	1.202

表 28 中铝平果铝业氟化铝灼减量数据

	补充试样	1#	2#	3#	4#
1	0.18	0.386	0.942	1.532	3.554
2	0.21	0.396	0.978	1.508	3.660
3	0.17	0.440	1.040	1.606	3.654
4	0.20	0.408	0.986	1.482	3.676
5	0.20	0.384	0.930	1.434	3.626
6	0.19	0.430	0.958	1.486	3.656
7	0.21	0.382	0.894	1.533	3.899
8	0.20	0.334	0.842	1.493	3.873
9	0.18	0.352	0.863	1.491	3.823
平均值	0.19	0.390	0.937	1.507	3.713
标准偏差	0.014	0.034	0.063	0.047	0.121
相对标准偏差	7.37	8.684	6.693	3.149	3.248

注：由于平果铝业 2022 年 2 月才反馈结果，距离邮寄样品 8 个月，部分数据偏离性较大，数据仅作参考，不列入后续计算。

3.7 精密度数据计算

3.7.1 湿存水含量的精密度数据计算

将表 13-20 中各单位测定平均值数据数据汇总，得到表 29。

表 29 各单位氟化铝湿存水测定数据汇总

	M1#	M2#	M3#	M4#
郑州研究院	0.107	0.563	0.945	1.267
南山铝业	0.136	0.516	0.930	1.232
多氟多	0.182	0.493	0.874	1.184
贵州院	0.159	0.532	0.860	1.180
霍煤鸿骏	0.132	0.580	0.917	1.237
中金岭南	0.14	0.49	0.88	1.18

长沙矿冶院	0.175	0.498	0.879	1.258
平果铝业	0.17	0.45	0.77	1.01
平均值	0.150	0.515	0.881	1.194

精密度数据根据 8 家实验室对 4 组不同氟化铝的灼减量进行共同实验确定的，每一实验室对每一个样品独立进行 6 次测定，相关数据根据 GB/T 6379.2 进行分析，计算得到相关重复性限 (r) 和再现性限 (R)，结果见表 30。

表 30 湿存水重复性限 (r) 和再现性限 (R)

	0.15	0.52	0.88	1.19
r	0.0416	0.0523	0.0638	0.0835
R	0.0820	0.126	0.168	0.244

在表 30 数据基础上进行修约，相关重复性限 (r) 和再现性限 (R) 见表 31 和表 32。

表 31 湿存水含量的实验室内重复性限

湿存水含量 %	r %
0.15	0.05
0.52	0.06
0.88	0.07
1.19	0.09

表 32 湿存水含量的实验室间再现性限

湿存水含量 %	R %
0.15	0.09
0.52	0.13
0.88	0.17
1.19	0.25

3.7.2 灼减量的精密度数据计算

将表 21-28 中各单位测定平均值数据数据汇总，得到表 33。

表 33 各单位氟化铝灼减量测定数据

补充样品	1#	2#	3#	4#
郑州研究院	0.111	0.281	0.605	1.411
南山铝业	0.165	0.327	0.632	1.388
多氟多	0.096	0.261	0.601	1.390
贵州院	0.127	0.278	0.604	1.415
霍煤鸿骏	0.134	0.286	0.610	1.415
中金岭南	0.134	0.280	0.713	1.409
长沙矿冶院	0.133	0.306	0.651	1.408
平均值	0.128	0.288	0.631	1.405

精密度数据根据 7 家实验室对 4 组不同氟化铝的灼减量进行共同实验确定的，每一实验室对每一个样品独立进行 9 次测定，相关数据根据 GB/T 6379.2 进行分析，计算得到相关重复性限 (r) 和再现性限 (R)，结果见表 34。

表 34 灼减量测定重复性限 (r) 和再现性限 (R)

	0.128%	0.288%	0.631%	1.405%	3.744%
r	0.0228	0.042	0.071	0.096	0.163

<i>R</i>	0.0643	0.073	0.120	0.142	0.241
----------	--------	-------	-------	-------	-------

在表 33 数据基础上进行修约，得到相关重复性限 (*r*) 和再现性限 (*R*)，见表 35 和表 36。

表 35 灼减量测定实验室内重复性限

灼减量 %	<i>r</i> %
0.13	0.03
0.29	0.05
0.63	0.08
1.40	0.10
3.75	0.17

表 36 灼减量测定实验室间再现性限

灼减量 %	<i>R</i> %
0.13	0.07
0.29	0.08
0.63	0.12
1.40	0.15
3.75	0.25

四 标准中如涉及专利，应由明确的知识产权说明

无。

五 预期达到的社会效益等情况

(一) 项目的必要性简述

氟化铝湿存水含量和灼减量的测定，现行检测方法 YS/T 581.1-2006、YS/T 581.2-2006 是 2006 年颁布实施，距今已有 14 年时间，原湿存水标准中湿存水含量范围不符合目前干法氟化铝产品的实际情况，原氟化铝灼减量测定范围过宽不符合当今氟化铝产品实际、称量质量繁琐，最为严重的是称量样品状态存在原理性错误，因此亟需对该标准进行修订。

第 1，湿存水含量部分的 2006 年版本范围，湿存水测定范围为 0.50%~2.00%，根据主编单位调研参编单位的反馈，目前氟化铝的湿存水以 0.50%以下为主，甚至部分为小于 0.10%，而 1.0%以上的极少见，这主要是因为十几年前氟化铝生产工艺为湿法工艺，目前氟化铝以干法为主，因此将湿存水含量测定下限修改为 0.10%。

第 2，氟化铝灼减量样品的称量状态有的单位采用“原始试样”、有的单位采用“预先干燥样品”，而 2006 年版中要求采用“原始样品”，也就是 2006 版本中灼减量包含了湿存水，结合 YS/T 581.1（湿存水测定）湿存水含量 0.5%-2.0%的范围规定，对于 1%以上的高水分氟化铝试样，灼减量存在较大偏差；另外按照 2006 版本，同一预先干燥的氟化铝试样，放置（吸水）前和放置（吸水）后灼减量必然存在差距，此差距根据吸水性不同而不同；因

此 2006 版本的试料样品的状态规定存在瑕疵与错误，亟需修改。

第 3，氟化铝灼减量 2006 年版标准区分 1%以上和以下两种灼减量称样量，灼减量 1%以下的称样量为 5g，1%以上的为 2.5g；称样量不同主要源于十几年前氟化铝行业以湿法氟化铝生产工艺为主，当时灼减大于 1%为常规样品，而目前氟化铝干法生产为主，95%以上灼减量小于 1%；在称量实践中，未知样的测定一般称取 5g 样品，而按照 2006 版对于 1%以上的灼减量，还需要再次称取称取 2.5g，实际中 5g 试料称量质量和 2.5g 称量质量没有实质性区别，另外 2006 版本对应的 ISO 标准也没有两种称样量的规定，因此非常有必要对 2006 版中称样量进行修改，统一试料称量质量为 5 g。

第 4，原氟化铝灼减量标准 2006 年颁布，距今已超过 14 年时间，2006 版本所规定的氟化铝灼减量为 0.20%-8.00%，其反映的是十几年前生产工艺生产的氟化铝灼减量范围；十几年前湿法生产氟化铝尚未完全淘汰，产品灼减量较高，而当今氟化铝生产工艺属于干法生产，氟化铝灼减量整体降低，灼减量达到 6%的就已经非常少见；因此结合调研中各单位氟化铝产品灼减量状况，必须对相关范围进行修改，建议修改为 0.10%-5.00%。

第 5，需要重新修改文本编辑性漏洞，例如仪器器材描述不全（缺少分析天平等）等问题。

因此提出 YS/T 581.2 《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 2 部分：湿存水含量和灼减量的测定 重量法》的标准修订计划。

（二）项目的可行性简述

本标准修订工作，是经过多方调研总结各方操作方法，形成可推广的操作规程，方法标准具有广泛适用性。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

本次修订意义：（1）与时俱进地依据当今氟化铝实际湿存水和灼减量，制定适合当今产品的湿存水和灼减量范围，使分析标准真正起到规范、引领的指导作用，为当今氟化铝产品服务；（2）修改统一了称样量，将大大提高氟化铝湿存水和灼减量测定效率，在保证准确度的基础上，为一线操作人员减少工作量；（3）氟化铝称样量状态的修订将彻底改变原标准的技术性错误，修正避免因原标准引起的混乱和纠纷，为湿存水和灼减量测定提供真实、有效、清晰地技术标准；（4）原标准的编辑性文本修改也将进一步增加本标准的严谨度，利于标准及相关检测技术的宣传，提高本标准在铝行业的实际应用程度。

六 采用国际标准和国外先进标准的情况

没有采用国外或国际标准。

七 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准

标准的协调配套情况

本标准所规定的内容，完全满足国家法规要求。

八 重大分歧意见的处理经过和依据

无

九 标准性质的建议说明

该标准为推荐性行业标准

十 贯彻标准的要求和措施建议

1. 本标准属于推荐性行业标准，本标准起草单位后续会组织相关培训，对标准进行解读与培训；首先参编单位可获得相应的标准文本，随后可以在全行业进行宣传贯彻。

2. 给相关的第三方质量检验、质量控制部门提供文本标准资料，使其充分了解并掌握标准中的检测方法，做好示范性和推荐工作，同时在检验实践中及时发现问题，提出相关意见，不断提高修改完善，更好为铝行业发展服务。

3. 建议本标准批准发布6个月后实施。

十一 废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替YS/T 581.2-2006。

十二 其他应予说明的事项

无

氟化铝分析方法行业标准编制小组

2023-05