

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.1 -202X

代替YS/T 273.1-2020、YS/T 273.2-2006

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第1部分：湿存水含量和灼减量的测定
重量法

Determination of chemical contents and physical properties of cryolite-

Part 1: Determination of moisture content and ignition loss-

Gravimetric method

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》的第1部分。YS/T 273 已经发布了以下部分：

- 第1部分：湿存水含量和灼减量的测定 重量法；
- 第3部分：氟含量的测定；
- 第4部分：铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 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含量；
- 第8部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；
- 第9部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第10部分：重量法测定游离氧化铝含量；
- 第11部分：X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第12部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第13部分：试样的制备和贮存；
- 第14部分：X 射线荧光光谱分析法测定元素含量；
- 第15部分：X 射线荧光光谱分析（压片）法测定元素含量；
- 第16部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第17部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替 YS/T 273.1-2020《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第1部分：湿存水含量的测定 重量法》和 YS/T 273.2-2006《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：灼烧减量的测定》，与 YS/T 273.1-2020 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了灼减量测定范围，由“≤6.00%”修改为“0.050%~5.00%”（见第1章，YS/T 273.2-2006版的第1章）；
- b) 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- c) 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- d) 更改了灼减量测定试样的要求（见6.2，YS/T 273.2-2006版的第4章）；
- e) 更改了灼减量结果计算后有效数字保留要求（见6.4，YS/T 273.2-2006版的第6章）；
- f) 更改了灼减量的精密度（见6.5，YS/T 273.2-2006版的第7章）；

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：XXX

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布为YS/T 273.1-1994《天然和人造冰晶石化学分析方法 重量法测定湿存水量》；2006年第一次修订，发布为YS/T 273.1-2006《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第1部分：重量法测定湿存水含量》；2020年第二次修订，发布为YS/T 273.1-2020《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第1部分：湿存水含量的测定 重量法》；

——本次为第三次修订，本次修订并入YS/T 273.2-2006《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：灼烧减量的测定》。

引 言

冰晶石是电解铝生产中重要的原材料，在铝工业领域标准体系中，YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》标准体系是其中非常重要的部分，在判断冰晶石产品质量方面发挥着重要作用。该系列标准服务冰晶石的贸易和应用，为我国铝工业的高质量发展提供重要技术支撑。

YS/T 273 系列标准包含冰晶石样品制备方法，湿存水含量和灼减量、氟、总铝、钠、磷、硫、钙、锂等化学元素含量分析，以及游离氧化铝和元素含量的测定，按照检测对象，拟分为 17 个部分。

湿存水含量和灼减量的测定为基础性测定指标，在冰晶石的贸易结算和生产质量控制方面起重要作用，本次修订将原 YS/T 273.1-2020 和 YS/T 273.2-2006 合并为 YS/T 273.1，YS/T 273.1 给出了使用重量法测定冰晶石中湿存水含量和灼减量，本次修订调整了冰晶石产品的灼减量测定范围，重新确定了灼减量测定的试样状态，更好的满足冰晶石分析检测需求。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第1部分：湿存水含量和灼减量的测定

重量法

1 范围

本文件规定了冰晶石湿存水含量和灼减量的测定方法。用 MOI 表示冰晶石的湿存水含量，用 LOI 表示冰晶石的灼减量。

本文件适用于冰晶石湿存水含量的灼减量的测定，湿存水含量测定范围： $\leq 1.50\%$ ，灼减量的测定范围： $0.050\% \sim 5.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 仪器及设备

- 4.1 称量瓶（含盖子）：直径 45 mm，扁型。
- 4.2 分析天平：感量为 0.0001g。
- 4.3 烘箱：控制温度 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.4 铂坩埚：直径约 30mm，高 40mm，配有铂盖。
- 4.5 高温炉：控制温度 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.6 干燥器。

5 湿存水含量测定

5.1 原理

试料在 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h，由干燥前后试料质量的差值计算湿存水含量。

5.2 试样

试样为储存于密封容器中的原始试样，称样前充分混合均匀。

5.3 试验步骤

5.3.1 试料

称取 5 g 试样(5.2)，精确至 0.0001 g。

5.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.3.3 测定

5.3.3.1 将称量瓶和盖(4.1)放在 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(4.3)内烘干 2 h，并于干燥器中冷却至室温称量并反复进行直至恒重，将称量瓶带盖称量，精确至 0.0001 g。记下质量(m_1)。

5.3.3.2 将试料(5.3.1)放入已干燥且恒重的称量瓶中，均匀的铺在称量瓶的底部，记录试料的质量，精确至 0.0001 g，记下质量(m_2)。

5.3.3.3 将盛有试料的称量瓶置于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(4.3)中，将盖架在瓶顶上(勿盖严)。烘 2 h 后，取出，盖上称量瓶盖，置于干燥器内冷却至恒重，记录称量瓶及其盖恒重的质量(m_3)，精确至 0.0001 g。

5.4 试验数据处理

湿存水的含量以湿存水的质量分数 $W_{(MOI)}$ 表示，按式(1)计算：

$$W_{(MOI)} = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——称量瓶及其盖的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试料的质量，单位为克（g）。

m_3 ——烘干后盛有试料的称量瓶及其盖的质量，单位为克（g）；

计算结果保留至小数点后两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

5.5 精密度

5.5.1 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 ）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 湿存水含量的重复性限（ r ）

ω %	0.099	0.50	1.23
r %	0.020	0.03	0.15

5.5.2 再现性

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 ）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 湿存水含量的再现性限（ R ）

ω %	0.099	0.50	1.23
R %	0.030	0.05	0.20

6 灼减量测定

6.1 原理

试料在 $550 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 5 \text{ } ^\circ\text{C}$ 灼烧 30 min，由灼烧前后试料质量的差值计算灼减量。

6.2 试样

取研磨通过 120 目标准筛的样品，于 $110 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 5 \text{ } ^\circ\text{C}$ 的烘箱(4.3)中干燥 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温后，备用。

6.3 试验步骤

6.3.1 试料

称取2.5 g 试样(6.2)，精确至0.0001 g。

6.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3.3 测定

6.3.3.1 开启高温炉(4.5)，将炉温升至550℃±5℃，温度恒定20min。

6.3.3.2 将铂坩埚和盖(4.4)置于高温炉(6.3.3.1)中，灼烧30 min，取出，置于干燥器(4.6)中冷却至室温，称量。重复灼烧至恒重，记录铂坩埚和盖的质量，精确至0.0001g，质量记为(m_4)。

6.3.3.3 将试料(6.3.1)置于已恒重的铂坩埚中，使试料均匀的铺盖在铂坩埚底部，记录试料的质量，精确至0.0001 g，记下质量(m_5)。

6.3.3.4 将盛有试料的铂坩埚迅速放入高温炉中，使其置于热电偶测温端的正下方，于550℃±5℃条件下灼烧30 min，取出，盖好铂盖，置于干燥器(4.6)内，冷却至室温，记录含料的铂坩埚和盖的质量，精确至0.0001 g，记录其质量(m_6)。

6.3.3.5 同时测定的试料不超过5个。

6.4 试验数据处理

灼减量以灼减的质量分数 $W_{(LOI)}$ 表示，按式(2)计算：

$$W_{(LOI)} = \frac{m_4 + m_5 - m_6}{m_5} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_4 ——恒重后铂坩埚及其盖的质量，单位为克(g)；

m_5 ——试料的质量，单位为克(g)。

m_6 ——灼烧后盛有试料的铂坩埚及其盖的质量，单位为克(g)；

计算结果保留至小数点后两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

6.5 精密度

6.5.1 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)情况不超过5%。重复性限(r)按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 灼减量的重复性限(r)

ω %				
r %				

6.5.2 再现性

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)情况不超过5%。再现性限(R)按表4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 灼减量的再现性限 (R)

ω %				
R %				

7 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本试验步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。