

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

编制说明

（预审稿）

中铝郑州有色金属研究院有限公司

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 273.2《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》的标准修订计划。2022 年 7 月，本项目得到工业和信息化部立项批准，项目编号：工信厅科函[2023]18 号 2023-0393T-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

中铝郑州有色金属研究院有限公司是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，依托国家轻金属质量监督检验中心主要负责我国铝镁及其合金 12 类 77 种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业部分分析检测等基础技术标准的起草工作。

作为本次标准主编单位，中铝郑州有色金属研究院有限公司在铝土矿分析检测方面积累了丰富的实践经验，在标准编制过程中，积极主动与参编单位及一些有代表性的企业联系调研，在广泛征求意见的基础上，确定了起草思路，牵头制定合适的技术方案，认真开展了前期试验研究，完成了项目建议书、立项报告、标准文本、编制说明的编写工作。

包头铝业有限公司、贵州兴仁登高新材料有限公司、陕西有色榆林新材料集团有限责任公司前期为项目提供了试验建议并提供了具有代表性的试验样品，并积极开展试验研究及验证工作。多氟多新材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司作为一验单位，参加了冰晶石灼减量的全部验证工作。内蒙古锦联铝材有限公司作为二验单位，为方法精密度的确定提供了详实、可靠的试验数据。

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 主要起草人及工作职责

起草人	单位	工作职责
彭展	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。
刘静、马慧侠	中铝郑州有色金属研究院有限公司	参编人员，负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。
单鑫	包头铝业有限公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。
刘建英	贵州兴仁登高新材料有限公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。

郝光云	陕西有色榆林新材料集团有限责任公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。
冀然	多氟多新材料股份有限公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。
陈建建	山东南山铝业股份有限公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。
姚永峰	内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的一验工作。
张伟南	内蒙古锦联铝材有限公司	参编人员，完成了冰晶石灼减量的二验工作。

（三）主要工作过程

1、预研阶段：标准主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心），多年从事冰晶石中多种化学成分的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验，也发现了现行标准中存在的一些不足之处。主编单位有关技术人员，在前期检测工作的基础上，深入一线企业进行调研，了解冰晶石中灼减量分析方法应用情况，先后与主要参编单位及一些一线企业技术人员深入讨论了标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，形成标准起草思路。

2、立项阶段：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 273.2《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》的标准修订计划。2022年7月，本项目得到工业和信息化部立项批准，项目编号：工信厅科函[2023]18号2023-0393T-YS。

3、起草阶段：

3.1 任务落实阶段

2021年4月在贵阳召开有色标委会任务落实会议，对项目进行了任务落实，确定由中铝郑州有色金属研究院为标准主编单位，包头铝业有限公司、贵州兴仁登高新材料有限公司、陕西有色榆林新材料集团有限责任公司、内蒙古锦联铝材有限公司、多氟多新材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司共7家单位为参编单位。之后主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司向标准使用单位发送了征求意见函，并将标准草案提交给各单位，在全国范围内广泛征集各企业单位对标准的意见和建议。根据征求意见反馈情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征求意见稿》，并确定了技术路线及试验方案，启动试验验证工作。

3.2 预审阶段

4、征求意见阶段

4.1 标准征求意见会议

4.2 标准发函征求意见情况

5、审查阶段

6、报批阶段

二、 标准编制原则

1) 根据国内外客户的检测要需求, 以满足我国冰晶石检测使用需要为原则, 不断提高标准的适用性;

2) 根据冰晶石分析检测的现状, 对现有技术方案进行优化, 力求做到标准所规定的方法简便、快速、精密度高;

3) 完全按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分: 标准的结构和编写》和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

修订后的标准在技术路线方面将更加完善, 能够更好的适应当前铝工业的生产和使用需要, 为我国铝工业的良好发展打下基础。

三、 标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

本次修订除技术内容的修订外, 为了响应整合相同分析方法标准的需求, 因此将 YS/T 273.1-2020 和 YS/T 273.2-2006 两个部分进行了整合, 整合后的标准为 YS/T 273.1 包含湿存水和灼减量含量的测定, 以更好的满足标准发展规划的要求。

3.1 湿存水含量的测定 ($W_{\text{Mol}} \leq 1.50\%$)

3.1.1 标准主要内容的确定

本次修订在 YS/T 273.1-2020 的基础上, 对内容进行整合, 除了编辑性修改, 标准文本内容基本无变化。

3.2 灼减量的测定 ($0.050\% \leq W_{\text{LoI}} \leq 5.00\%$)

3.2.1 标准主要内容的确定

本次修订在 YS/T 273.2-2006 的基础上, 对重量法测定冰晶石中灼减量进行了优化, 主要修订内容如下:

3.2.1.1 标准题目的修改

本次将题目中“灼烧减量”改为“灼减量”, 同时题目中加入“重量法”, 明确测定方法原理, 同时由于合并了 YS/T 273.1 的内容, 最终修订原标准题目为《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》。

3.2.1.2 测量范围的修改

2006 年版本冰晶石灼减量的测量范围为 $\leq 6.00\%$, 根据中铝郑州研究院质检中心第三方实验室数据, 3 年内的冰晶石灼减量数据约 95% 在 $1\% \sim 2\%$, 考虑了 GB/T 4291-2017 中冰晶石

产品标准的 CH-0 和 CM-1 最大灼减量 2.5%，再加上本次修订内容是将试样的预处理由原始试样改为在 110℃ 下干燥 2h 后，去除了样品的湿存水，因此修订满足相关要求，将此次灼减量的测量上限由原标准的 6% 改为 5%；由于有部分再生冰晶石样品的灼减量为 0.1%~0.5%，最终将下限修改为 0.050%。

3.2.1.3 试样要求的修改

2006 年版本要求使用符合 YS/T 273.2-13 中 3.2 的要求（原始试样），因此 2006 年版本实际上测定的是水分和灼减量之和，另外 2006 版实际上参考的是 ISO 3392-1976(已废止)，该国际标准明确规定采用 110℃ 预先干燥样品。

选取两个冰晶石样品冰 3#和冰 4#，同一样品，一份进行 110℃ 预先干燥 2h，一份未干燥的原始样品，分别在 550℃ 下进行灼减量测定，并重复做两次试验，各个单位测定结果如表 2 所示。

表 2 前处理试验

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	冰 3#	1.71	1.88	-0.17
		1.68	1.78	-0.10
	冰 4#	3.50	3.90	-0.40
		3.52	3.70	-0.18
包头铝业	冰 3#	1.72	1.87	-0.15
		1.70	1.82	-0.12
	冰 4#	3.54	3.91	-0.37
		3.53	3.73	-0.20
多氟多	冰 3#	1.746	1.820	-0.074
		1.743	1.841	-0.098
	冰 4#	3.466	3.735	-0.269
		3.475	3.745	-0.270
兴仁登高	冰 3#	1.73	1.88	-0.15
		1.75	1.87	-0.12
	冰 4#	3.55	3.92	-0.37
		3.53	3.82	-0.29
霍煤鸿骏	冰 3#	1.83	1.98	-0.15
		1.84	1.91	-0.07
	冰 4#	3.62	3.94	-0.32
		3.60	3.80	-0.20
南山铝业	冰 3#	1.72	1.81	-0.09
		1.75	1.77	-0.02
	冰 4#	3.51	3.57	-0.06
		3.54	3.58	-0.04

陕西榆林	冰 3#	1.72	1.87	-0.15
		1.74	1.84	-0.10
	冰 4#	3.47	3.83	-0.36
		3.46	3.79	-0.33

结论：不同称量状态的同一个样品经过 550℃灼烧差距较大，差值普遍在 0.1%以上，最高达到 0.40%，可见原始样品具有极大的不确定性，由于包装状态的好坏，运输过程时间长短，空气湿度南北方地区及季节差异较大等原因，原始样品的状态难以保持一致，由于 2006 年版本的数据实际是水分和灼减量之和，因此数据也难以保证良好的重复性。鉴于此，本次修订将试样要求改为 **110℃预先干燥状态**，参考 ISO 3392-1976（已废止）的试样要求符合 ISO 1619-1976（现行）中 3.3 中样品经研磨后筛选，直至全部通过 0.125mm 筛孔（120 目）的筛子的要求，为了保证在干燥过程中样品能够充分干燥，因此增加了样品需研磨通过 120 目标标准筛。

3.2.2 样品比对及精密度结果

将冰 1#、冰 2#、冰 3#和冰 5#四个冰晶石样品在 110℃下预先干燥 2h，分别称取 2.5g 样品于预先在 550℃下恒重的铂坩埚中，在 550℃高温炉上灼烧 30min 进行灼烧减量的测定（具体步骤参考标准文本）。选取了不同含量梯度 4 个冰晶石样品分别测定 11 次，不同单位的结果见下表 2。

表 2 冰晶石灼减量数据总汇

		冰 1#	冰 2#	冰 3#	冰 5#
郑州研究院	测量值	0.10, 0.079, 0.080	0.27, 0.28, 0.32	1.75, 1.72, 1.72	3.79, 3.84, 3.82
		0.095, 0.10, 0.10	0.31, 0.27, 0.31	1.77, 1.67, 1.68	3.86, 3.75, 3.81
		0.10, 0.079, 0.093	0.29, 0.30, 0.34	1.68, 1.67, 1.72	3.85, 3.87, 3.81
		0.10, 0.084	0.32, 0.27	1.74, 1.71	3.84, 3.77
包头铝业	平均值	0.092	0.30	1.71	3.82
	标准偏差	0.0082	0.020	0.027	0.030
包头铝业	测量值	0.088, 0.096, 0.085	0.29, 0.25, 0.35	1.70, 1.74, 1.73	3.82, 3.89, 3.85
		0.079, 0.089, 0.095	0.30, 0.28, 0.33	1.71, 1.75, 1.71	3.90, 3.82, 3.79
		0.093, 0.090, 0.086	0.31, 0.30, 0.29	1.73, 1.70, 1.69	3.85, 3.79, 3.86
		0.099, 0.094	0.29, 0.35	1.70, 1.74	3.92, 3.88
包头铝业	平均值	0.090	0.30	1.72	3.85
	标准偏差	0.0046	0.023	0.018	0.035
多氟多	测量值	0.096, 0.073, 0.098	0.26, 0.31, 0.31	1.75, 1.74, 1.63	
		0.098, 0.096, 0.11	0.31, 0.31, 0.28	1.60, 1.60, 1.66	
		0.10, 0.097, 0.11	0.30, 0.29, 0.31	1.68, 1.71, 1.71	
		0.10, 0.096	0.29, 0.31	1.65, 1.74	
多氟多	平均值	0.10	0.30	1.68	

	标准偏差	0.0055	0.013	0.046	
兴仁登高	测量值	0.092, 0.095, 0.10	0.31, 0.33, 0.32	1.74, 1.73, 1.75	3.88, 3.85, 3.83
		0.12, 0.10, 0.091	0.34, 0.31, 0.33	1.77, 1.74, 1.77	3.84, 3.83, 3.83
		0.099, 0.10, 0.10	0.34, 0.33, 0.32	1.73, 1.74, 1.73	3.82, 3.81, 3.82
		0.11, 0.095	0.33, 0.35	1.75, 1.74	3.83, 3.80
	平均值	0.10	0.33	1.74	3.83
	标准偏差	0.0054	0.010	0.011	0.014
霍煤鸿骏	测量值	0.088, 0.076, 0.10	0.36, 0.30, 0.35	1.82, 1.87, 1.85	3.84, 3.93, 3.89
		0.076, 0.096, 0.084	0.32, 0.29, 0.33	1.78, 1.85, 1.80	3.88, 3.87, 3.88
		0.10, 0.092, 0.088	0.34, 0.34, 0.32	1.86, 1.84, 1.82	3.86, 3.90, 3.87
		0.084, 0.096	0.31, 0.30	1.83, 1.77	3.89, 3.92
	平均值	0.089	0.32	1.83	3.88
	标准偏差	0.0070	0.019	0.026	0.020
南山铝业	测量值	0.077, 0.095, 0.083	0.33, 0.28, 0.32	1.77, 1.77, 1.73	
		0.092, 0.10, 0.096	0.31, 0.32, 0.31	1.76, 1.72, 1.75	
		0.10, 0.10, 0.084	0.33, 0.32, 0.31	1.81, 1.83, 1.82	
		0.095, 0.088	0.32, 0.32	1.80, 1.77	
	平均值	0.092	0.31	1.78	
	标准偏差	0.0067	0.0095	0.029	
陕西榆林	测量值	0.092, 0.10, 0.088	0.31, 0.32, 0.32	1.72, 1.74, 1.74	3.78, 3.75, 3.82
		0.088, 0.10, 0.088	0.30, 0.30, 0.31	1.74, 1.76, 1.75	3.80, 3.85, 3.80
		0.096, 0.10, 0.11	0.30, 0.32, 0.32	1.75, 1.74, 1.70	3.82, 3.82, 3.85
		0.11, 0.10	0.31, 0.32	1.72, 1.71	3.84, 3.83
	平均值	0.10	0.31	1.73	3.81
	标准偏差	0.0064	0.0074	0.015	0.023
锦联铝材	测量值	0.095, 0.079, 0.079	0.29, 0.32, 0.28	1.76, 1.79, 1.76	3.68, 3.70, 3.72
		0.075, 0.079, 0.081	0.39, 0.30, 0.29	1.79, 1.74, 1.77	3.84, 3.76, 3.76
		0.085, 0.080, 0.089	0.30, 0.33, 0.29	1.76, 1.74, 1.72	3.88, 3.93, 3.93
		0.092, 0.095	0.28, 0.31	1.74, 1.75	3.95, 3.96
	平均值	0.084	0.31	1.76	3.83
	标准偏差	0.0061	0.022	0.017	0.095
总平均值		0.093	0.31	1.74	
r/%		0.021	0.051	0.082	
R/%		0.024	0.060	0.14	

3.2.3 结论

在实践及参考大量其他国家标准的基础上，对原标准的技术方案进行了优化，优化后的方法更加合理，易于操作。准确度及精密度验证标准本方法具有良好的准确度和精密度，故推荐使用本方法作为YS/T 273.1《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》的测量方案。

四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

冰晶石是铝电解生产中的一种重要原料，随着铝电解工业的发展以及环保要求的不断提高，我国的铝电解工业对冰晶石质量的要求也越来越严格，其中冰晶石的灼烧减量逐渐成为一项重要的检验指标。

冰晶石灼烧减量是指冰晶石物料在高温环境下质量损失的百分比，主要是冰晶石的结晶水和生产过程中残留的能高温分解的化学物质。铝电解生产是在高温的环境中进行的，冰晶石所含的结晶水在高温下会导致电解过程中的氟化物发生水解，生成 HF 气体，这不仅会降低物料利用率，也会在一定程度上造成环境污染，而残留的高温分解的化学物质也会增加环境污染并造成物料飞扬。在冰晶石产品标准 GB/T 4291-2017 中，对冰晶石的灼烧减量也有明确要求，其含量的高低是评价冰晶石产品质量的重要指标之一。因此建立一种准确测量冰晶石中灼烧减量的标准方法，用以指导冰晶石的生产和贸易是十分重要。

（二）项目的可行性简述

目前，冰晶石灼烧减量尚没有国际检测标准。国际标准为 ISO 3392-1976《天然和人造冰晶石和工业用氟化铝-水分测定-电位法》和 ISO 3393-1979《天然和人造冰晶石和工业用氟化铝-水分含量的测定-重量法》目前都已处于废止状态。其中，ISO 3392-1976 采用电位法测定总水分含量（灼减量），该方法较为繁琐；而 ISO 3393-1979 所测定的水分为 110℃ 时的质量损失（湿存水）。我国的冰晶石检测标准，早期借鉴国际标准起草了电位法测定总水分含量，由于方法实用性不强，很少被使用，因此 2006 年起草了现行的 YS/T 273.2-2006 灼烧减量的检测标准，但该检测标准中存在一个关键性问题，即方法没有要求对试样进行预先干燥处理。通常情况下灼烧减量不应该包含湿存水，因为湿存水会受空气等环境的影响，其含量的大小不是稳定的数值，即便同一样品，在不同的环境中，湿存水的含量也可能存在较大差异，但现行标准中并没有要求试样的预先干燥处理，这将导致标准在应用过程中会对冰晶石灼烧减量是否包含湿存水存在异议，另外由于现在对标准整合的新要求。综上所述，现行标准已经不能满足目前分析检测工作的需要，因此有必要对 YS/T 273.1-2020 和 YS/T 273.2-2006 进行修订，以更好的满足目前我国冰晶石检测和质量控制的要求。修订的标准将进一步完善我国冰晶石分析检测标准体系，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。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

国际上及其他发达国家均没有相应的冰晶石中灼减量测定的相关标准。本标准实施后，进一步规范和完善了我国冰晶石分析检测标准体系，将在指导冰晶石企业生产和减少贸易纠纷方面发挥重要作用。

六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准未采用国际标准和国外先进标准。

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的协调配套情况。

本标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求；在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议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、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向冰晶石使用企业以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由国家标准化委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.过渡办法：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 273.1-2020 和 YS/T 273.2-2006。

十二、其他应予以说明的事项

无。

《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》编制组

2024 年 1 月