ICS 77.120.10

中国有色金属工业协会

中国有色金属学会

202×-××-××实施

202×-××-××发布

铝灰渣化学分析方法

第5部分：氯含量的测定

Chemical analysis methods of aluminium slags and ash —

Part 5: Determination of chlorine content

（送审稿）

 T/CNIA XXX—202X

团体标准

CCS H 12

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 1179《铝灰渣化学分析方法》的第5部分。YS/T 1179《铝灰渣化学分析方法》已经发布了以下部分：

——第1部分：氟含量的测定；

——第2部分：金属铝含量的测定 气体容量法 ；

——第3部分：碳、氮含量的测定；

——第4部分：硅、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

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）提出并归口。

本文件起草单位：云南文山铝业有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、重庆国创轻合金研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、文山壮族苗族自治州检验检测认证院、河北新立中有色金属集团有限公司、河北三益再生资源利用有限公司、韶关质量计量监督检测所、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、山东创新金属科技有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司。

本文件起草人：段昌祥、朱杨昆、李志刚、黄葡英、高珺、赵晖、张惠琳、高铁燕、臧永奕、潘正伟、孔令丽、葛素静、袁齐、左鸿毅、XXX、XXX、XXX。

引 言

铝灰渣是铝电解和铝加工过程中产生的产物，铝灰渣化学成分测定方法标准保证对铝灰渣进行有效鉴别和分类处置，从而指导铝电解、铝加工企业和铝再生企业对铝灰渣进行安全高效合理的资源回收利用，促进铝工业持续发展。YS/T 1179 《铝灰渣化学分析方法》目的在于描述铝灰渣中可溶氟、总氟、金属铝、碳、氮、硅、镁、钙、氯等不同化学元素成分的测定方法。本系列方法在满足行业对铝灰渣生产过程中的工艺指导和对铝灰渣的资源回收利用的要求，在增加检测结果的可靠性和实用性等方面具有重要意义。

YS/T 1179《铝灰渣化学分析方法》由5部分构成。

——第1部分：氟含量的测定；

——第2部分：金属铝含量的测定 气体容量法 ；

——第3部分：碳、氮含量的测定；

——第4部分：硅、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第5部分：氯含量的测定。

本部分描述了采用滴定法测定铝灰渣中氯的方法。氯是铝灰渣中的重要元素，在铝灰渣处理过程中，氯离子既是一种可回收的资源，也是铝灰渣回收利用生产工艺、设备及环保要求的重要管控指标。氯含量的测定，对指导铝灰渣的鉴定、分类、处置与资源化利用具有重要意义。

铝灰渣化学分析方法

第5部分：氯含量的测定

1. 范围

本文件描述了铝灰渣中氯含量的测定方法。

本文件适用于铝灰渣中氯含量的分析。测定范围：0.50%～26.00%。

1. 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 8005.4 铝及铝合金术语第4部分：回收铝

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

T/CNIA 0226 铝及铝合金熔铸废水、废气、废渣控制规范

1. 术语和定义

GB/T 8005.4和T/CNIA 0226界定的术语和定义适用于本文件。

1. 方法概述

将试样过筛、研磨，得到铝豆与筛下试样，将筛下试样用碱分解，热水浸取，以硝酸银标准溶液滴定，计算筛下试样的氯离子含量，以此推算出试样氯离子含量。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T6682规定的二级水。

5.1 氢氧化钠。

5.2 硝酸溶液（1+9）。

5.3 硝酸溶液（1+99）。

5.4 氢氧化钠溶液（2g/l）。

5.5 氯化钠标准溶液（CNaCl=0.02000mol/L）：称取在500℃~600℃下灼烧40min~50min的氯化钠（优级纯）1.1690g，溶于水中，在容量瓶中稀释至1000mL。

5.6 硝酸银标准滴定溶液的配制和标定：

——配制：称取3.4g于105℃~110℃烘干半小时的硝酸银（精确到0.0001g），溶于水中，在容量瓶中稀释至1000mL，贮于棕色瓶中。

——标定：用移液管移取25.00mL氯化钠标准溶液（5.5）于250mL锥形瓶中，加水25mL,加三滴酚酞指示剂，用稀硝酸溶液（5.3）及氢氧化钠溶液（5.4）调至红色消失。各加入1mL铬酸钾指示剂（5.7），在不断的摇动下用硝酸银标准滴定溶液滴定至亮黄色消失为终点。随同做空白试验。

——计算：硝酸银标准滴定溶液浓度*C1*按公式（1）计算，数值以摩尔每升（mol/L）表示。计算结果表示至小数点后四位，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

 ..................................................（1）

式中：

*C2* —氯化钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V2* —分取氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V1* —试液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V0* —空白消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.7 铬酸钾指示剂（100g/L）：称取10g铬酸钾溶于少量水中，滴加硝酸银溶液至有红色沉淀生成。摇匀，静置12h，然后过滤并用水将滤液稀释至100mL。

5.8 酚酞指示剂：称取0.1g酚酞溶于50mL无水乙醇，再加水稀释到100mL。

1. 仪器与设备

6.1 滴定管，棕色，量程按所消耗的标准滴定溶液选取，滴定溶液的体积应在滴定管量程的10%~80%范围内。

6.2 分析天平：感量为0.0001g。

6.3 马弗炉，工作温度400℃±10℃。

6.4 镍坩埚，30mL。

1. 试样

按附录A制样，得到铝豆和筛下试样。

1. 试验步骤

8.1 试料

称取0.50 g筛下试样，精确至0.0001 g。

8.2 测定次数

独立地进行两次测定，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 1.0g氢氧化钠（5.1）放入镍坩埚中，铺平，放入试料，覆盖3.0g氢氧化钠（5.1），将镍坩埚置于马弗炉中，从常温缓慢升温至200℃，恒温10min后，升温至400℃±10℃，保持30min~40min熔融试料，取出，将熔融物均匀摇动，稍冷。

8.4.2 用水将镍坩埚外底部冲洗干净后，将镍坩埚放入250 mL聚四氟乙烯烧杯中，在烧杯中加入150mL水，在电热板上加热浸取熔融物，待浸取完全后取出坩埚，用水冲洗坩埚，将浸出液及洗液全部转移到250mL塑料容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 将容量瓶中的试液干过滤，移取50mL滤液于500 mL锥形瓶中，加入2滴~3滴酚酞指示剂，用硝酸溶液（5.2）调至红色消失，用氢氧化钠溶液（5.4）调至溶液微红，再用硝酸溶液（5.3）调至红色消失。加入1mL铬酸钾指示剂，用硝酸银标准溶液（5.6）滴定至亮黄色消失为终点。

1. 试验数据处理

9.1 筛下试样的氯含量以氯的质量分数*w*1 计，数值以%表示，按公式（2）计算：

 ...............................................（2）

式中：

*C*1——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*3——试液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——空白消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*5——滴定时分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——试料质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

9.2 试样的氯含量以氯的质量分数*w2*计，数值以%表示，按公式（3）计算：

  ........................................................（3）

式中：

*w*1—筛下试样中的氯含量，数值以%表示;

*m2*—筛下试样的质量，单位为克（g）；

*m1*—铝豆的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

1. 精密度

10.1 重复性

筛下试样在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值的相对误差不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限(r)按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

1. 表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCl*/ % | 0.57 | 2.49 | 5.69 | 11.39 | 16.54 | 21.02 | 25.64 |
| *r* / % | 0.15 | 0.22 | 0.28 | 0.38 | 0.37 | 0.35 | 0.39 |

10.2 再现性

筛下试样在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值的相对误差不超过再现性限（R），超过重复性限（R）的情况不超过5%。再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得：

1. 表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCl*/ % | 0.57 | 2.49 | 5.69 | 11.39 | 16.54 | 21.02 | 25.64 |
| *R* / % | 0.17 | 0.24 | 0.40 | 0.67 | 0.39 | 0.55 | 0.48 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

a）试验对象；

b）本文件编号；

c）使用的方法；

d）分析结果及其表示；

e）与基本试验步骤的差异。

f）观察到的异常现象。

g）试验日期。

附 录 A

（规范性）

试样制备

A.1 方法概述

对粒度大于0.25 mm的铝灰渣采用振动磨进行破碎后，过筛，得到铝豆和筛下试样。

A.2 仪器与设备

A.2.1 振动磨，碳化钨磨盘。

A.2.2 天平，感量为0.01 g。

A.2.3 标准筛，孔径为0.25 mm。

A.3 制样

A.3.1 当样品量低于500 g时，取全部铝灰渣作为试样。

A.3.2 当样品量高于500 g时，采用四分法将铝灰渣缩分至400 g~500 g作为试样。

A.3.3 试样全部过标准筛。将筛上物放入震动磨，磨制15 s后，使用标准筛进行筛分，分离出铝豆，用天平称量其质量*m*1（精确至0.01 g）。将两次筛下物合并，作为筛下试样，用天平称量其质量*m*2（精确至0.01 g）。