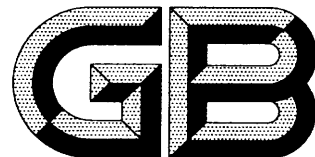


ICS 71.100.10
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.2—2009
代替 GB/T 6609.1—2004, GB/T 6609.2—2004

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分:300℃和1 000℃质量损失的测定

Chemical analysis methods and determination of physical performance of
aluminium hydroxide—Part 2: Determination of loss of
mass at 300 °C and 1 000 °C

(ISO 806:2004, Aluminium oxide used for the production of primarily
aluminium—Determination of loss of mass at 300 °C and 1 000 °C, MOD)

2009-04-15 发布

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 37 部分:

- 第 1 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素含量;
- 第 2 部分:300 °C 和 1 000 °C 质量损失的测定;
- 第 3 部分:钼蓝光度法测定二氧化硅含量;
- 第 4 部分:邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量;
- 第 5 部分:氧化钠含量的测定;
- 第 6 部分:火焰光度法测定氧化钾含量;
- 第 7 部分:二安替吡啉甲烷光度法测定二氧化钛含量;
- 第 8 部分:二苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬含量;
- 第 9 部分:新亚铜灵光度法测定氧化铜含量;
- 第 10 部分:苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量;
- 第 11 部分:火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量;
- 第 12 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化锌含量;
- 第 13 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量;
- 第 14 部分:铜-茜素络合酮分光光度法测定氟含量;
- 第 15 部分:硫氰酸铁光度法测定氯含量;
- 第 16 部分:姜黄素分光光度法测定三氧化二硼含量;
- 第 17 部分:钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量;
- 第 18 部分:N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量;
- 第 19 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;
- 第 20 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量;
- 第 21 部分:丁基罗丹明 B 分光光度法测定三氧化二镓含量;
- 第 22 部分:取样;
- 第 23 部分:试样的制备和贮存;
- 第 24 部分:安息角的测定;
- 第 25 部分:松装密度的测定;
- 第 26 部分:有效密度的测定 比重瓶法;
- 第 27 部分:粒度分析 筛分法;
- 第 28 部分:小于 60 μm 的细粉末粒度分布的测定 湿筛法;
- 第 29 部分:吸附指数的测定;
- 第 30 部分:X 射线荧光光谱法测定微量元素含量;
- 第 31 部分:流动角的测定;
- 第 32 部分: α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法;
- 第 33 部分:磨损指数的测定;
- 第 34 部分:三氧化二铝含量的计算方法;
- 第 35 部分:比表面积的测定 氮吸附法;
- 第 36 部分:流动时间的测定;
- 第 37 部分:粒度小于 20 μm 颗粒含量的测定。

GB/T 6609.2—2009

本部分为 GB/T 6609 的第 2 部分。

本部分修改采用 ISO 806:2004《用于生产铝的氧化铝——300 °C 和 1 000 °C 质量损失的测定》。

本部分修改采用 ISO 806:2004 时,删除了其前言、引言和引用文件。为方便对照,在附录 B 中列出了本部分的章条和对应的 ISO 806:2004 章条的对照表。

本部分代替 GB/T 6609.1—2004《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 重量法测定水分》和 GB/T 6609.2—2004《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 重量法测定灼烧失量》。

本部分与 GB/T 6609.1—2004 和 GB/T 6609.2—2004 相比主要变化如下:

——增加了“试剂”、“检验报告”、“仪器分析”三章;

——内容上与 ISO 806:2004 相对应。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:中国铝业股份有限公司山东分公司。

本部分主要起草人:石磊、席欢、薛宁、都红涛、田蕊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.1—1986、GB/T 6609.1—2004;

——GB/T 6609.2—1986、GB/T 6609.2—2004。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第2部分:300℃和1000℃质量损失的测定

1 范围

GB/T 6609 的本部分规定了氧化铝在 300℃ 和 1000℃ 下质量损失的测定方法。依照惯例,用水分(MOI)表示 300℃ 的质量损失,用灼减(LOI)表示 1000℃ 的质量损失。

本部分适用于焙烧的氧化铝中质量损失的测定。300℃ 质量损失的测定范围:0.2%~5%; 1000℃ 质量损失的测定范围:0.1%~2%。

本部分规定在测量样品 MOI 和 LOI 值时,需提供测量结果的原始数据。为了提高样品的分析精密密度,样品应该在分析前进行空气平衡,空气平衡能显著影响 MOI 和 LOI 的测量结果。空气平衡的步骤和造成的影响见附录 A。

本部分还将涉及到仪器分析方法。

2 方法原理

将氧化铝样品置于 300℃ $\pm$ 10℃ 烘干 2 h,根据质量损失计算水分(MOI)。然后将样品置于 1000℃ $\pm$ 10℃ 灼烧 2 h,根据质量损失计算灼减(LOI)。

3 试剂

警告:由于存在爆炸的危险,禁止在烘箱里使高氯酸镁再生。高氯酸镁和五氧化二磷是危险物品,应该表明该物质的安全信息。

干燥剂。可任意选用以下三种试剂中的一种作为干燥剂:

- a) 五氧化二磷;
- b) 活性氧化铝;
- c) 高氯酸镁。

注:活性氧化铝的活化:将活性氧化铝置于 300℃ $\pm$ 10℃ 加热烘干 12 h,取出,在使用之前应该在干燥器里冷却至少 4 h。使用时该氧化铝应每天都进行活化处理。

4 仪器

4.1 真空干燥器(见图 1):包括一个可以放置 4 个铂坩埚的氧化铝加热架和干燥剂。

图 2 所示的是金属耐热架:直径约 150 mm,深度为 30 mm。干燥器应该具有一定的尺寸,使空气能够流通而不受限制(见图 1)。干燥器的盖子进口处应配有一个装有粒状干燥剂的除湿阱。

4.2 铂坩埚(带铂盖):直径约 35 mm,深度约 40 mm,体积约 25 mL。

4.3 烘箱:300℃ $\pm$ 2℃,配有空气流通机械设备。

注:利用自然空气对流的烘箱不大可能达到需要的温度控制。

4.4 高温炉:温度可控制在 1000℃ $\pm$ 10℃。

4.5 天平:感量 0.000 1 g。

4.6 热重分析仪:如果需要(见第 10 章)。

GB/T 6609.2—2009

5 样品处理与制备

氧化铝是多相混合物,大多数具有活性,易从大气中迅速吸收水气。因此,需要使其尽量减少暴露在大气中,样品采集后应立即密封在密闭容器中,容器中留有一些空间可以使样品混合。除非迅速制备样品或者尽量使其减少暴露在实验室空气中,否则计算得到的水分结果和灼减结果都是不准确的。分析前先把样品容器上下翻动使样品混匀。在称取样品后,立即将剩余样品密封。不要使用任何二次取样的样品或者重新混合样品容器中的样品。

6 分析步骤

6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 测定

6.2.1 铂坩埚和盖的准备:将铂坩埚和盖(4.2)置于高温炉(4.4)中,控制温度 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 15 min。取出铂坩埚和盖,稍冷,置于真空干燥器(4.1)中,冷却 10 min。称量,精确至 $0.000\,1\text{ g}$,记录其质量(m_1)。

6.2.2 300 °C 质量损失(水分含量)的测定:向铂坩埚中加入 $5\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ 试料,盖上铂盖,称量,精确至 $0.000\,1\text{ g}$,记录其质量(m_2)。立即把铂坩埚和样品置于烘箱中(4.3)。取下铂盖,放在干燥器(4.1)中或者置于烘箱中。使烘箱升温到 $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,在该温度下保持 120 min。取出铂坩埚,迅速地放在干燥器的耐热架中,盖上铂盖,冷却 10 min。

在不干扰测定的情况下通过湿气阱缓慢地释放干燥器中的真空。立即称量铂坩埚和盖,精确到 $0.000\,1\text{ g}$,记录其质量(m_3)。

注:当干燥器的盖子打开或称量时,铂坩埚尽量减少暴露在空气中,防止干燥样品快速地吸收湿气。

6.2.3 1 000 °C 质量损失(灼减损失)的测定:将装有干燥样品的铂坩埚和盖置于高温炉中,移去铂盖,置于干燥器中或者放在高温炉中。使高温炉升温至 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$,在该温度下保持 120 min。取出铂坩埚,迅速置于干燥器的耐热架中,盖上铂盖,冷却 30 min。

在不干扰测定的情况下通过湿气阱缓慢地释放干燥器中的真空。立即称量铂坩埚和盖,精确至 $0.000\,1\text{ g}$,记录其质量(m_4)。

注:当干燥器的盖子打开或称量时,铂坩埚尽量减少暴露在空气中,防止干燥样品快速地吸收湿气。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算 300 °C 的质量损失含量(%):

$$w_{300} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——经过处理(6.2.1)的空铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_2 ——盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_3 ——在 300 °C 灼烧后盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g)。

7.2 1 000 °C 的质量损失可以分为是否在 300 °C 干燥,分别采用式(2)和式(3)计算。

按式(2)计算未干燥样品在 1 000 °C 灼烧质量损失量(300 °C 到 1 000 °C,用 $\Delta 1\,000$ 表示):

$$w_{\Delta 1\,000,u} = \frac{m_3 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——经过处理(6.2.1)的空铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_2 ——盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_3 ——在 300 °C 灼烧后盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_4 ——在 1 000 °C 灼烧后盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g)。

按式(3)计算干燥样品在 1 000 °C 灼烧质量损失量(300 °C 到 1 000 °C,用 $\Delta 1\ 000$ 表示):

$$w_{\Delta 1\ 000,d} = \frac{m_3 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——经过处理(6.2.1)的空铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_2 ——盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_3 ——在 300 °C 灼烧后盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g);

m_4 ——在 1 000 °C 灼烧后盛有试样的铂坩埚和盖的质量,单位为克(g)。

计算结果应精确到 0.01%。

8 精密度

分析了 5 批氧化铝样品,其水分含量范围:0.5%~3.0%,灼烧质量损失范围:0.7%~0.9%。每个样品由 6 个实验室分别提供 4 个试验结果。灼烧质量损失是对于干燥样品计算的。实验室内部与实验室之间计算出的精密度数据(置信度为 95%)见表 1。

表 1

质量损失	结果范围 %	人工分析		仪器分析	
		重复性 r	再现性 R	重复性 r	再现性 R
300 °C (水分)	<1	0.07(5)	0.21	0.04	0.22
	≥1	0.05	0.12	0.04	0.20
1 000 °C (灼烧质量损失)	全部	0.06	0.12	0.03	0.07

9 检验报告

检验报告应包括下列内容:

- 1) 样品的确认;
- 2) 本部分编号;
- 3) 300 °C 质量损失(水分)与 1 000 °C 灼烧质量损失是用试样的质量百分数表示,说明样品是否按照“原始”或者“空气平衡”基准处理;
- 4) 1 000 °C 灼烧质量损失的结果计算时,样品是否在 300 °C 干燥;
- 5) 实验的日期;
- 6) 在实验过程中观察到的影响实验结果的异常现象。

10 仪器分析

现代热重分析仪的发展允许对冶金级氧化铝的水分含量及灼减损失进行自动分析。

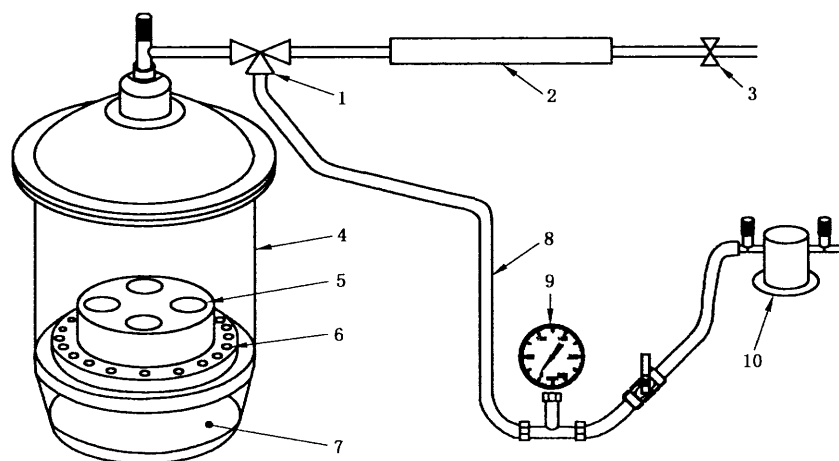
为确保热重分析仪的使用不会产生任何分析正确性及精度的损失,因此在应用前,必须理解分析的下列几个方面。

人工分析时,参数是很重要的,例如 300 °C 与 1 000 °C 时时间的设定,烘箱的控制温度为 300 °C ± 2 °C,高温炉应控制在 1 000 °C ± 10 °C,天平能够精确称量到 0.000 1 g 以及能够称量铂坩埚和试样的

总质量,这对于运用热重仪器进行分析是很重要的。

此外,热重分析仪需要一定时间达到 300 ℃。在这段时间里,炉子里的空气需要干燥,有必要用干燥的空气净化炉子。为了不与人工分析产生较大偏离,在干燥空气中,炉子达到 300 ℃的时间不应超过 15 min,到达 1 000 ℃的时间不能超过 20 min。

假如使用热重分析仪所得到的结果与人工分析具有相等的准确性,那么热重分析仪的使用是可以接受的,用热重分析仪得到的试料的精密度数据见表 1。



- 1——三通阀门;
- 2——湿气阱;
- 3——空气阀门;
- 4——干燥器;
- 5——耐热架;
- 6——多孔板;
- 7——干燥剂;
- 8——真空管;
- 9——真空表;
- 10——真空泵。

图 1 氧化铝耐热架和干燥器

GB/T 6609.2—2009

单位为毫米

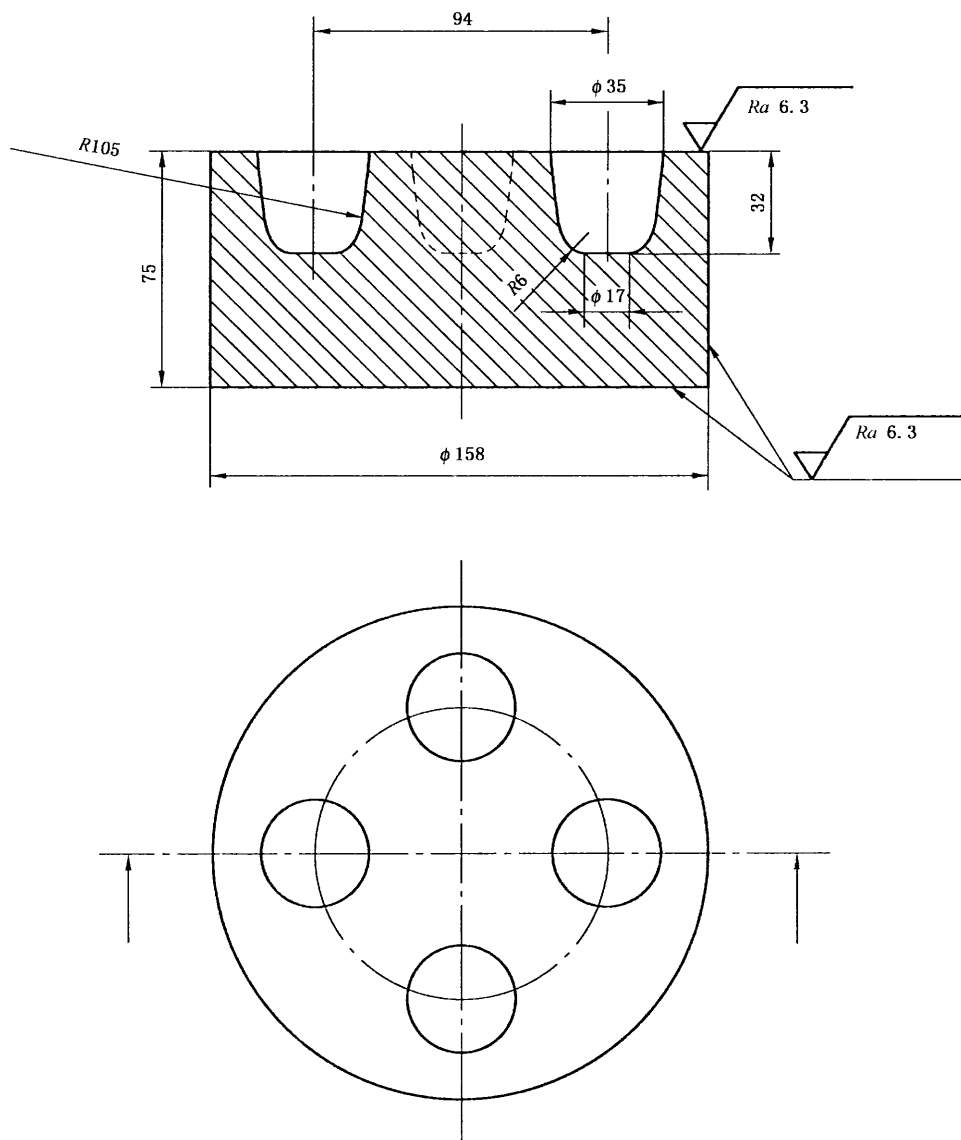


图 2 耐热架设计图

附 录 A

(规范性附录)

利用空气平衡样品的样品制备程序及其影响

第 5 章中利用空气平衡来制备样品是可选择样品制备程序。这个程序提高了分析精密度,但导致了样品中测得的水分及灼烧质量损失结果的偏大,这对于散装氧化铝是不适宜的。

空气平衡制备样品的程序如下:

(1) 将样品摊成不超过 5 mm 的薄层,暴露在实验室大气中 2 h 以上,然后混匀,并在分析前分出试验部分。

(2) 每次测试用试验样品约为 300 g。

(3) 一次称取约 50 g 样品,置于密封容器中用于水分分析。

空气平衡的影响如表 A.1 所示。

表 A.1 冶金级氧化铝暴露在空气中的影响

暴露时间 min	300 °C 质量损失 (水分) %	1 000 °C 质量损失 (灼烧质量损失) %
0	0.18	0.75
10	0.60	0.80
20	0.95	0.86
30	1.30	0.89
60	2.02	0.91
90	2.40	0.92
120	2.70	0.90
240	3.05	0.93

样品由于从实验室空气中吸收水分造成在 300 °C 和 1 000 °C 质量损失的变化需要引起关注。在延长 300 °C 干燥时间后,1 000 °C 时的灼烧质量损失的结果也不能被校正。

GB/T 6609.2—2009

附 录 B

(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 806:2004 章条编号对照表

表 B. 1

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	3
3	4
4	5
5	6
6	7
7	8
8	9
9	10
10	11
附录 A	附录 A
附录 B	—

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法
第 2 部分:300 ℃和 1 000 ℃质量损失的测定
GB/T 6609.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

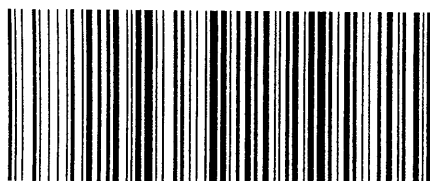
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

*

书号:155066·1-37781 定价 16.00 元



GB/T 6609.2—2009

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

打印日期:2010年2月26日