

ICS 71. 100. 10
CCS H 30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 492—2021
代替 YS/T 492—2012

铝及铝合金成分添加剂

Element additive for aluminium and aluminium alloys

2021-08-21 发布

2022-02-01 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。

本文件代替 YS/T 492—2012《铝及铝合金成分添加剂》。与 YS/T 492—2012 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“牌号表示方法”(见 4.1, 2012 年版的 3)；
- b) 增加了“外形尺寸”和“典型图片”(见表 1)；
- c) 增加了添加剂的牌号(见表 1, 2012 年版的表 1)；
- d) 增加了“质量保证”(见第 5 章、附录 A)；
- e) 增加了铝型添加剂杂质元素的化学成分要求(见 6.1.1)；
- f) 更改了的“实收率”要求(见 6.4.1, 2012 年版的 4.3)；
- g) 增加了“实收曲线”的要求(见 6.4.2)；
- h) 增加了“抗摔性能”要求(见 6.5)；
- i) 更改了“断口组织”的要求，并增加了典型图片(见 6.6, 2012 年版 4.4)；
- j) 增加了“粉末含量”的要求(见 6.7)；
- k) 更改了化学成分分析方法(见 7.1、附录 B~附录 G, 2012 年版附录 A~附录 F)，删除了“锆添加剂的分析方法”(见 2012 年版的附录 G)，增加了“铝型添加剂杂质含量的测定”(见附录 H)；
- l) 更改了“实收率的测定方法”(见 7.4.1、附录 J, 2012 年版 5.4)；
- m) 增加了“实收曲线”测定方法(见 7.4.2、附录 K)；
- n) 增加“抗摔性能”测定方法(见 7.5)；
- o) 更改了“断口组织”的测定方法(见 7.6, 2012 年版的 5.6)；
- p) 增加了“粉末含量”测定方法(见 7.7)；
- q) 更改了“外观质量”检验方法(见 7.8, 2012 年版的 5.7)。

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：哈尔滨东盛金属材料有限公司、湖南金联星特种材料股份有限公司、郑州西盛铝业有限公司、徐州思源铝业有限公司、安美奇铝业(中国)有限公司、沧州东盛金属添加剂制造有限公司、东北轻合金有限责任公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、山东南山科学技术研究院有限公司、河北新立中有色金属集团有限公司、福建麦特新铝业科技有限公司、厦门厦顺铝箔有限公司、中铝瑞闽股份有限公司、沧州市东众特种合金制造有限公司、山东创新金属科技有限公司、西南铝业(集团)有限公司。

本文件主要起草人：王春阳、张忠凯、陈建春、李有望、吴欣凤、罗韶辉、周书红、马月、张春宇、宋诚、马明明、高业龙、葛素静、柯东杰、田小梅、吴永喜、赵晓光、杜恒安。

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2005 年首次发布为 YS/T 492—2005, 2012 年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

铝及铝合金成分添加剂

1 范围

本文件规定了铝及铝合金成分添加剂的产品分类、质量保证、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书与订货单(或合同)内容。

本文件适用于配制或调整铝及铝合金化学成分用添加剂(以下简称“添加剂”)。

2 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 3199 铝及铝合金加工产品包装、标志、运输、贮存

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7999 铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17432 变形铝及铝合金化学成分分析取样方法

GB/T 20975(所有部分) 铝及铝合金化学分析方法

YS/T 491 铝及铝合金用熔剂

3 术语和定义

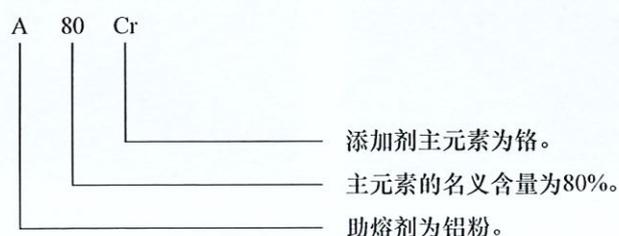
本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

4.1 牌号表示方法

添加剂牌号采用英文字母后缀两位数字和元素符号的形式表示。英文字母代表添加剂的种类,两位数字代表主元素的名义含量,元素符号代表添加剂的主元素。添加剂按照助熔剂类型分为三种:铝型(A)、氟铝酸钾型(F)和混合型(FA,铝粉和氟铝酸钾混合物)。

示例:



4.2 牌号、名称、类别、外形尺寸及典型图示

4.2.1 添加剂的牌号、名称、类别、外形尺寸见表1。

表1 牌号、名称、类别、外形尺寸

牌 号	名 称	类 别	外形尺寸 mm	
			圆饼状	异形
A75Fe、A80Fe、A85Fe、A90Fe、A95Fe	铝型铁添加剂	铝型	直径：5~90， 厚度：5~60	—
A75Mn、A80Mn、A85Mn、A93Mn	铝型锰添加剂			
A75Cu、A80Cu	铝型铜添加剂			
A75Cr、A80Cr	铝型铬添加剂			
A75Ti、A80Ti、A85Ti	铝型钛添加剂			
A80Ni	铝型镍添加剂			
F75Fe	氟铝酸钾型铁添加剂	氟铝酸钾型 ^a		
F75Mn	氟铝酸钾型锰添加剂			
F75Cu	氟铝酸钾型铜添加剂			
F75Cr	氟铝酸钾型铬添加剂			
F75Ti	氟铝酸钾型钛添加剂			
F75Ni	氟铝酸钾型镍添加剂			
FA80Fe	混合型铁添加剂	混合型 ^a		
FA80Mn	混合型锰添加剂			
FA80Cu	混合型铜添加剂			
FA80Cr	混合型铬添加剂			
FA80Ti	混合型钛添加剂			

^a 助熔剂中的氟铝酸钾会增加铝灰渣中的氟含量。

4.2.2 添加剂的典型图示见图1、图2。

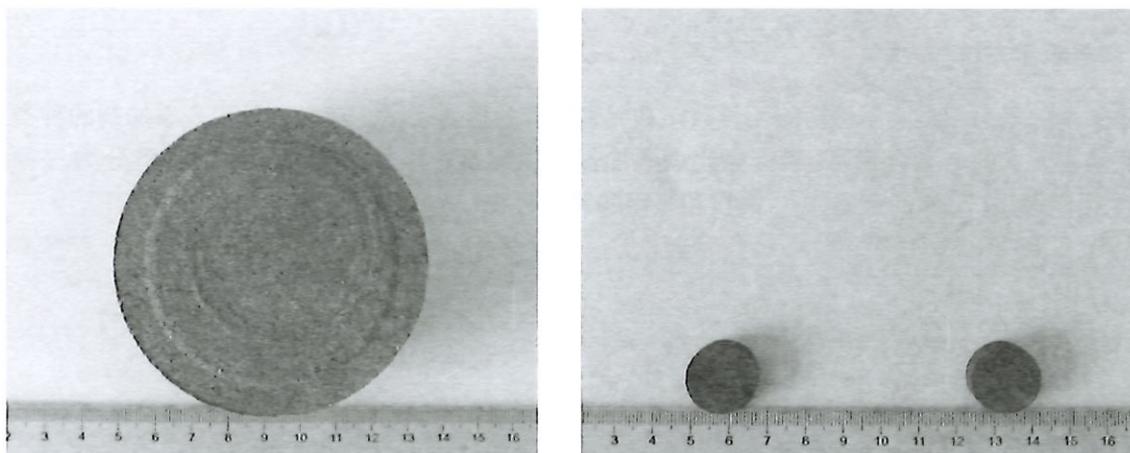


图1 圆饼状添加剂图示



图2 异形添加剂图示

4.2.3 需方需要其他牌号时,应由供需双方协商确定,并在订货单(或合同)中具体注明。

4.3 标记及示例

添加剂标记按产品名称、本文件代号、牌号、外形尺寸的顺序表示。标记示例如下:

示例 1:

A80Mn 牌号、直径为 80 mm、厚度为 20 mm 的圆饼状铝型锰添加剂。

标记:

铝型锰添加剂 YS/T 492-A80Mn- ϕ 80 \times 20

示例 2:

F75Fe 牌号、异形的氟铝酸钾型铁添加剂。

标记:

氟铝酸钾型铁添加剂 YS/T 492-F75Fe

5 质量保证

添加剂的质量保证见附录 A。

6 要求

6.1 化学成分

6.1.1 铝型添加剂

铝型铁、铝型锰、铝型铜、铝型铬、铝型钛、铝型镍添加剂的化学成分应分别符合表 2~表 7 的规定。

表 2 铝型铁添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%										
	主元素		杂质元素							其他	
	Fe	Si	Cu	Mn	Cr	Ni	Ti	F	单个	合计	
A75Fe	75 \pm 2	0.20	0.15	0.25	—	—	—	0.10	—	0.05	0.15
A80Fe	80 \pm 2	0.20	0.15	0.30	—	—	—	0.10	—	0.05	0.15

表 2 铝型铁添加剂化学成分(续)

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Fe	Si	Cu	Mn	Cr	Ni	Ti	F		单个	合计	
A85Fe	85±2	0.20	0.15	0.30	—	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A90Fe	90±2	0.20	0.15	0.30	—	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A95Fe	95±2	0.20	0.15	0.30	—	—	—	0.10	—	0.05	0.15	

注 1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注 2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注 3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注 4: “合计”表示不小于 0.010%的“其他”金属元素之和。

表 3 铝型锰添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Mn	Si	Fe	Cu	Cr	Ni	Ti	F		单个	合计	
A75Mn	75±2	0.20	0.30	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A80Mn	80±2	0.20	0.30	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A85Mn	85±2	0.20	0.30	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A93Mn	93±2	0.20	0.30	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	

注 1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注 2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注 3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注 4: “合计”表示不小于 0.010%的“其他”金属元素之和。

表 4 铝型铜添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Cu	Si	Fe	Mn	Cr	Ni	Ti	F		单个	合计	
A75Cu	75±3	0.10	0.10	—	—	—	—	0.10	Pb;0.04	0.05	0.20	
A80Cu	80±3	0.10	0.10	—	—	—	—	0.10	Pb;0.04	0.05	0.20	

注 1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注 2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注 3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注 4: “合计”表示不小于 0.010%的“其他”金属元素之和。

表5 铝型铬添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Cr	Si	Fe	Cu	Mn	Ni	Ti	F		单个	合计	
A75Cr	75±2	0.30	0.50	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	
A80Cr	80±2	0.30	0.50	—	0.10	—	—	0.10	—	0.05	0.15	

注1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注4: “合计”表示不小于0.010%的“其他”金属元素之和。

表6 铝型钛添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Ti	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ni	F		单个	合计	
A75Ti	75±3	0.30	0.8	—	—	—	—	0.10	Mg:0.20	0.10	0.15	
A80Ti	80±3	0.30	0.8	—	—	—	—	0.10	Mg:0.20	0.10	0.15	
A85Ti	85±3	0.30	0.8	—	—	—	—	0.10	Mg:0.20	0.10	0.15	

注1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注4: “合计”表示不小于0.010%的“其他”金属元素之和。

表7 铝型镍添加剂化学成分

牌号	化学成分(质量分数)/%											
	主元素	杂质元素									其他	
	Ni	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ti	F		单个	合计	
A80Ni	80±2	—	0.10	—	—	0.05	—	0.10	Co:0.10	0.05	0.15	

注1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。
注2: 元素栏中“—”表示该位置不规定极限数值,对应元素为非常规分析元素。
注3: “其他”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。
注4: “合计”表示不小于0.010%的“其他”金属元素之和。

6.1.2 其他添加剂

6.1.2.1 氟铝酸钾型和混合型添加剂的化学成分中主元素含量应控制在名义含量的±3%以内。

6.1.2.2 需方需要其他牌号化学成分时,应由供需双方协商确定后在订货单(或合同)中注明。

6.2 水分

添加剂的水分含量应不大于 0.2%。

6.3 密度

圆饼状添加剂的密度应符合表 8 的规定。

表 8 圆饼状添加剂密度

牌 号	密度,不小于 g/cm ³
A75Fe、A80Fe、A85Fe、A90Fe、A95Fe、F75Fe、FA80Fe	3.7
A75Mn、A80Mn、A85Mn、A93Mn、F75Mn、FA80Mn	3.7
A75Cu、A80Cu、F75Cu、FA80Cu	4.0
A75Cr、A80Cr、F75Cr、FA80Cr	3.7
A75Ti、A80Ti、A85Ti、F75Ti、FA80Ti	2.7
A80Ni、F75Ni	3.7

6.4 实收效率

6.4.1 实收率

添加剂的实收率应符合表 9 的规定。

表 9 添加剂实收率

添加剂种类 ^a	实收率,不小于 %
铁添加剂	96
锰添加剂	97
铜添加剂/镍添加剂	95
铬添加剂	91
钛添加剂	92

^a 以主元素表示添加剂时,指包含铝型、氟铝酸钾型和混合型三种类型添加剂。

6.4.2 实收曲线

需方有要求时,应在订货单(或合同)中注明,供方应提供实收曲线。

6.5 抗摔性能

圆饼状铝型添加剂经摔落试验,重量损失应不超过 3%。

6.6 断口组织

添加剂断口组织不应有颗粒聚集物及夹杂物,典型图示见图 3~图 5。



图3 合格断口组织图示

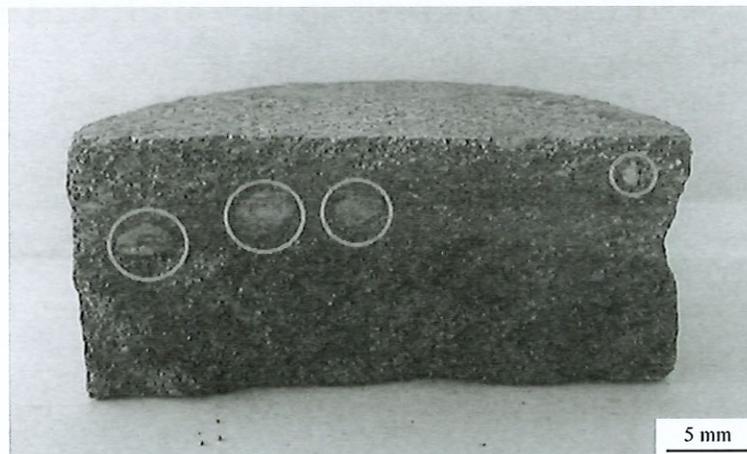


图4 不合格断口组织图示(存在颗粒聚集物)

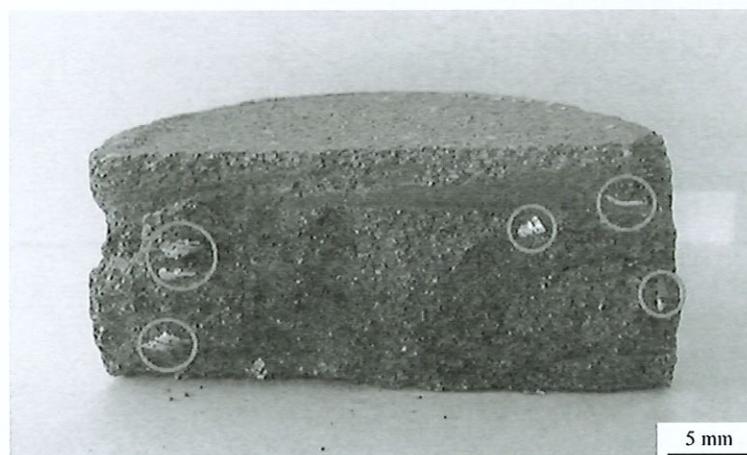


图5 不合格断口组织图示(存在夹杂物)

6.7 粉末含量

圆饼状铝型添加剂粉末含量应不超过 1%，其他型应不超过 3%。

6.8 外观质量

添加剂不应有潮解现象。

7 试验方法

7.1 化学成分

7.1.1 添加剂的主元素含量的分析方法应符合附录 B~附录 G 的规定。

7.1.2 铝型添加剂氟含量的分析方法由供需双方商定,其他杂质元素含量的分析方法应符合附录 H 的规定。

7.1.3 仅对表 2~表 7 中“其他”栏之外有数值规定的元素进行常规分析。当怀疑非常规分析元素的质量分数超出了本文件的限定值时,生产者可对这些元素进行分析,分析方法由供需双方协商确定。

7.1.4 分析数值的判定采用修约比较法,数值修约规则按 GB/T 8170 的规定进行,修约数位与本文件的表 2~表 7 的极限数位一致。

7.2 水分

添加剂的水分含量测定按附录 I 规定的方法进行检验。

7.3 密度

7.3.1 称取试样质量,记为 m_a 。

7.3.2 测量试样直径,记为 D ,测量试样厚度,记为 T 。

7.3.3 按式(1)计算试样的密度 ρ ,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

$$\rho = \frac{4m_a}{D^2 \times T \times \pi} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_a ——试样质量,单位为克(g);

D ——试样直径,单位为厘米(cm);

T ——试样厚度,单位为厘米(cm)。

计算结果表示到小数点后 1 位,按 GB/T 8170 的规定修约。

7.4 实收效率

7.4.1 实收率

添加剂的实收率测定按附录 J 规定的方法进行测定。

7.4.2 实收曲线

实收曲线按附录 K 规定的方法进行测定。

7.5 抗摔试验

7.5.1 称量试样质量,记为 m_b ,在 1.0 m 高度自由落下至水泥地面,选取最大块料,称量该最大块料的质量,记为 m_c 。

7.5.2 按式(2)计算试样质量损失 G ,数值以%表示。

$$G = \frac{m_b - m_c}{m_b} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_b ——自由落下前试样质量，单位为克(g)；

m_c ——自由落下后最大块料试样质量，单位为克(g)。

计算结果表示到个位，按 GB/T 8170 的规定修约。

7.6 断口组织

直径 40 cm 以上的圆饼状添加剂在试样直径部位开槽，槽深不大于厚度的 1/4，在凹槽背面敲击将试样一次折断，目测其断口组织中是否有颗粒聚集物及夹杂物。其他添加剂的断口组织检验方法由供需双方协商确定。

7.7 粉末含量

7.7.1 取一件试样，去除包装物，称量试样总质量，记为 m_d ；称量粉末质量，记为 m_e 。

7.7.2 按式(3)计算粉末含量 A，数值以%表示。

$$A = \frac{m_e}{m_d} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_e ——剩余粉末重量，单位为克(g)；

m_d ——试样总重量，单位为克(g)。

计算结果表示到个位，按 GB/T 8170 的规定修约。

7.8 外观质量

目视检查是否存在潮解现象。

8 检验规则

8.1 检验

8.1.1 添加剂应由供方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单(或合同)的规定，并填写质量证明书。

8.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量或外形尺寸的异议，应在收到产品之日起一个月内提出，属于其他性能的异议，应在收到产品之日起三个月内提出。如需仲裁，可委托供需双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

8.2 组批

添加剂应成批提交验收，每批应由同一混料容次、外形尺寸的添加剂组成。

8.3 计重

产品应检斤计重。

8.4 检验分类

产品检验分为出厂检验和定期检验。

8.5 检验项目

8.5.1 出厂检验、定期检验项目应符合表 10 的规定。

表 10 检验项目

检 验 项 目		出厂检验	定期检验
化学成分		√	—
水分		√	—
密度		—	√
实收效率	实收率	—	√
	实收曲线	—	√
抗摔性能		√	—
断口组织		—	√
粉末含量		—	√
外观质量		√	—

注：“√”表示检验项目；“—”表示非检验项目。

8.5.2 供方每六个月至少应进行一次定期检验。

8.6 取样

添加剂取样应符合表 11 的规定。

表 11 取样规定

检 验 项 目		取 样 规 定	要求的章条号	试验方法的章条号
化学成分		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.1	7.1
水分		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.2	7.2
密度		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.3	7.3
实收效率	实收率	按批取相应数量产品,每块产品作为一个样品	6.4.1	7.4.1
	实收曲线	每批产品抽取样品总量不小于 2 kg,至少包含一块产品	6.4.2	7.4.2
抗摔性能		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.5	7.5
断口组织		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.6	7.6
粉末含量		每批中抽取两块产品,每块产品作为一个样品	6.7	7.7
外观质量		每批中抽取四块产品,每块产品作为一个样品	6.8	7.8

8.7 检验结果的判定

8.7.1 任一样品的化学成分不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品不合格,则判该批产品不合格。

8.7.2 任一样品的水分不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品不合格,则判该批产品不合格。

8.7.3 任一样品的密度不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品不合格,则判该批产品不合格。

8.7.4 任一批次的实收率不合格时,应从该批产品(包括该不合格批次代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品不合格,则判该批产品不合格。

8.7.5 任一样品的抗摔性能不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品断口不合格,则判该批产品不合格。

8.7.6 任一样品的断口不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品断口不合格,则判该批产品不合格。

8.7.7 任一样品的粉末含量不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品断口不合格,则判该批产品不合格。

8.7.8 任一样品的外观质量不合格时,应从该批产品(包括该不合格样品代表的那批产品)中另取双倍数量的样品进行重复试验。重复试验结果全部合格,则判该批产品合格。若重复试验结果中仍有样品不合格,则判该批产品不合格。经供需双方商定,允许供方逐件检验,合格者交货。

9 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

9.1 标志

9.1.1 产品标志

在检验合格的产品上打印如下内容标识(或贴含有如下内容的标签):

- a) 供方名称和地址;
- b) 产品名称;
- c) 供方质检部门的检印(或质检人员的签名或印章);
- d) 牌号;
- e) 外形尺寸;
- f) 产品批号或生产日期;
- g) 净重;
- h) “防潮”字样;
- i) 保质期;
- j) 本文件编号。

9.1.2 包装箱标志

添加剂的包装箱标志应符合 GB/T 3199 的规定。

9.2 包装

添加剂宜用牛皮纸或铝箔包装。包装物的颜色标识按添加剂种类进行区分,具体颜色标识应符合表 12 的规定。

表 12 添加剂的颜色标识

添加剂种类	颜色标识
铁添加剂	绿色
锰添加剂	灰色
铜添加剂	橙色
铬添加剂	蓝色
钛添加剂	红色
镍添加剂	黄色

9.3 运输和贮存

添加剂成品宜以吨为单位用木质托盘作为转运介质,不建议直接用吨包转运。添加剂在运输过程中不能破损及散包,应贮存在通风、干燥的库房内。在贮存期内不得有潮解现象,贮存期不得超过六个月。对贮存期超过六个月的产品,经检验合格后仍可使用。其他运输和贮存的要求应符合 GB/T 3199 的规定。

9.4 质量证明书

每批添加剂应附有产品质量证明书,其上注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 牌号;
- d) 外形尺寸;
- e) 产品批号或生产日期;
- f) 净重(或件数);
- g) 各项分析项目的检验结果;
- h) 供方质检部门的检印;
- i) 本文件编号。

10 订货单(或合同)内容

订购本文件所列产品的订货单(或合同)内应包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 牌号;
- c) 外形尺寸;
- d) 化学成分;
- e) 净重(或件数);
- f) 其他特殊要求;
- g) 本文件编号。

附录 A

(资料性)

质量保证

A.1 原材料

A.1.1 主元素

添加剂主元素要求见表 A.1。

表 A.1 主元素要求

主元素	要求
Fe	见 YB/T 5308 或 GB/T 19743—2005 中水雾化纯铁粉
Mn	见 YB/T 051
Cu	见 GB/T 13587—2006 中 1 号铜米和 2 号铜米
Cr	见 GB/T 3211
Ti	见 YS/T 654
Ni	见 YS/T 717

A.1.2 助熔剂

A.1.2.1 铝粉

添加剂助熔剂中铝粉要求见 GB/T 2085.1 和 GB/T 2085.4。

A.1.2.2 氟铝酸钾

添加剂助熔剂中氟铝酸钾的化学成分要求见表 A.2。其他要求及检验方法应由供需双方协商确定后在订货单(或合同)中注明。

表 A.2 氟铝酸钾化学成分

化学成分 ^a (质量分数)					
%					
K	Al	F	Fe	H ₂ O	其他单个
27~33	17~20	46~54	0.5	0.5	0.05
注 1: 表中元素含量为单个数值时,元素含量为最高限。					
注 2: “其他单个”表示表中未规定极限数值的元素和未列出的金属元素。					

A.2 工艺

A.2.1 混料工艺

A.2.1.1 混料过程宜使用专用设备,匀速搅拌至物料均匀。

A.2.1.2 铝型产品和其他类型宜分别使用混料设备,避免铝型产品中混入氟铝酸钾成分。

A.2.1.3 更换品种之前宜充分清理混料设备,避免引入其他杂质成分。

A.2.2 压制工艺

A.2.2.1 宜使用自动化程度较高的四柱液压机设备生产添加剂,对压力、压制时间等工艺进行准确控制。

A.2.2.2 外观尺寸出现较大变化时,宜更换压制模具,以保证添加剂产品外观完整。

A.3 其他

A.3.1 用于食品及包装行业、电器、电子设备行业的铝合金产品生产用添加剂中 Pb、As、Cd、Hg 元素限量要求见 GB/T 3190 的规定。

A.3.2 需方对添加剂中 Mg、Sn、Zn、V、B、C、N、O、S、Se 元素有特殊要求时,由供需双方协商确定并在订货单(或合同)中具体注明其要求。

附 录 B
(规范性)
铁添加剂中铁含量的测定

B.1 方法提要

在酸性溶液中,以重铬酸钾标准溶液直接滴定二价铁离子,过量的重铬酸钾将二苯胺磺酸钠指示剂氧化为紫色,即为终点,以此测定铁含量。测定范围:72%~98%。

B.2 试剂

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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/T 6682 规定的三级水。

B.2.1 盐酸(1+1)。

B.2.2 硫磷混合酸:300 mL 硫酸(1+3)中,缓慢加入 100 mL 磷酸($\rho=1.69$ g/mL),混匀。

B.2.3 二氯化锡溶液(40 g/L):称取 4.0 g 二氯化锡,加 40 mL 盐酸(B.2.1),加水稀释至 100 mL,加热至溶液澄清,冷却后移入试剂瓶中,放入两粒锡粒。

B.2.4 二氯化汞(饱和溶液):称取约 45 g 二氯化汞,加 100 mL 温水(约 60 °C~70 °C)溶解后稍冷,移入试剂瓶中。

B.2.5 二苯胺磺酸钠溶液(4 g/L)。

B.2.6 重铬酸钾标准滴定溶液(0.003 mol/L):称取 0.8826 g 基准重铬酸钾(预先在 160 °C 烘干 2 h,置于干燥器中冷却至室温)于烧杯中,加适量水使之溶解,移入 1 L 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

B.3 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

B.4 测定**B.4.1 试料**

称取 0.50 g 试样(B.3),精确至 0.0001 g,记为 m_{Fe} 。

B.4.2 平行试验

独立地进行二次测定,取其平均值。

B.4.3 试验步骤

B.4.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(B.2.1)加热至溶解完全。冷却后过滤于 250 mL 容量瓶中,定容,混匀。

B.4.3.2 移取 10.00 mL 上述溶液(B.4.3.1)于 400 mL 锥形烧杯中,补加 15 mL 盐酸(B.2.1),加热至近沸,滴加二氯化锡溶液(B.2.3)至黄色退尽,并过量 1 滴,冷却。加 5 mL 二氯化汞溶液(B.2.4),摇动

试液至丝状沉淀出现,并放置 3 min~4 min,加 100 mL 水、18 mL 硫磷混合酸(B. 2. 2)、3 滴二苯胺磺酸钠溶液(B. 2. 5),用重铬酸钾标准滴定溶液(B. 2. 6)滴定至紫色为终点。

B. 5 试验数据处理

B. 5. 1 铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 记,按式(B. 1)计算:

$$w_{Fe} = \frac{c_{K_2Cr_2O_7} V_{K_2Cr_2O_7} M_{Fe} \times 6 \times 25}{1000m_{Fe}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中:

- $c_{K_2Cr_2O_7}$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_{K_2Cr_2O_7}$ ——滴定消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M_{Fe} ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_{Fe} = 55.85$);
- 6 ——1 mol 重铬酸钾可还原 6 mol 硫酸亚铁;
- 25 ——试料稀释倍数;
- m_{Fe} ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附录 C

(规范性)

锰添加剂中锰含量的测定

C.1 方法提要

用硫酸和过氧化氢溶液溶解试样。盐酸羟胺保持锰为二价,氟化钠掩蔽铝、铁等元素,在氨性溶液中,用 EDTA 标准溶液与锰络合,以铬黑 T 为指示剂,用锌标准溶液滴定过量的 EDTA 标准溶液至紫色为终点,以此测定锰含量。测定范围:72%~96%。

C.2 试剂

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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/T 6682 规定的三级水。

C.2.1 过氧化氢(1.10 g/mL)。

C.2.2 硫酸(1+4)。

C.2.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

C.2.4 氟化钠(饱和溶液):称取约 55 g 氟化钠,加 1000 mL 水,加热煮沸 30 min 至溶解完全。冷却后将上层溶液移入试剂瓶中。

C.2.5 锌标准溶液(0.025 mol/L):称取 1.6348 g 金属锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$),加 15 mL 浓盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$),溶解后移入 1 L 容量瓶中,定容,混匀。

C.2.6 EDTA 标准溶液($c_{\text{EDTA}} \approx 0.05 \text{ mol/L}$):

——配制:称取 18.6120 g EDTA 于 1 L 烧杯中,加水适量,加热溶解,冷却后,用脱脂棉过滤于 1 L 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

——标定:移取 30.00 mL 锌标准溶液(C.2.5)于 400 mL 锥形烧杯中,加水 50 mL、六次甲基四胺溶液(300 g/L)(C.2.9)10 mL、二甲酚橙-氯化钠固体指示剂(C.2.10)少许,用 EDTA 标准溶液(C.2.6)滴定至溶液呈亮黄色为终点。

——计算:EDTA 标准溶液的实际浓度以 c_{EDTA} 记,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(C.1)计算:

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{c_{\text{Zn}} V_{\text{Zn}}}{V_{\text{EDTA}}} \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

c_{Zn} ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{Zn} ——移取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{EDTA} ——滴定锌标准溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后四位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

C.2.7 缓冲溶液(pH=10):取 60 g 氯化铵溶于水中,加 570 mL 氨水($\rho = 0.9 \text{ g/mL}$),稀释至 1 L,混匀。

C.2.8 铬黑 T 指示剂(5 g/L):称取 0.50 g 铬黑 T 于玻璃乳钵中,量取 100 mL 三乙醇胺,先加少许于乳钵中研磨调匀,30 min 后倒入余下的三乙醇胺,继续研磨调匀后移入试剂瓶中。

C.2.9 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。

C.2.10 二甲酚橙-氯化钠固体指示剂:称取 1 g 二甲酚橙和 99 g 氯化钠于玻璃研钵中,混合研细,保存

于试剂瓶中。

C.3 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

C.4 测定

C.4.1 试料

称取 0.50 g 试样(C.3),精确至 0.0001 g,记为 m_{Mn} 。

C.4.2 平行试验

独立地进行二次测定,取其平均值。

C.4.3 试验步骤

C.4.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硫酸(C.2.2)、1 mL 过氧化氢(C.2.1),加热煮沸至溶解完全,冷却。过滤于 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

C.4.3.2 分取 25.00 mL 上述溶液(C.4.3.1)于 400 mL 锥形烧杯中,加 10 mL 盐酸羟胺溶液(C.2.3),加热至 40 °C~50 °C,加入 50 mL 氟化钠溶液(C.2.4),冷却,加入 20.00 mL EDTA 标准溶液(C.2.6)、20 mL 缓冲溶液(C.2.7),混匀。再加 2 滴~3 滴铬黑 T 指示剂三乙醇胺溶液(C.2.8),用锌标准溶液(C.2.5)滴定至紫色为终点。

C.5 试验数据处理

C.5.1 锰含量以锰的质量分数 w_{Mn} 记,按式(C.2)计算:

$$w_{Mn} = \frac{(c_{EDTA}V'_{EDTA} - c_{Zn}V'_{Zn})M_{Mn} \times 10}{1000m_{Mn}} \times 100\% \dots\dots\dots(C.2)$$

式中:

- c_{EDTA} ——EDTA 标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V'_{EDTA} ——加入 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- c_{Zn} ——锌标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V'_{Zn} ——滴定消耗锌标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- M_{Mn} ——锰的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_{Mn} = 54.94$);
- 10 ——试料稀释倍数;
- m_{Mn} ——试料的质量,单位为克(g)。

结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附录 D
(规范性)
铜添加剂中铜含量的测定

D.1 方法提要

在弱酸性溶液中,用焦磷酸钠掩蔽铁、盐酸羟胺消除氮氧化物。加入碘化钾,铜离子与碘离子反应析出等当量的碘。以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘,以此测定铜含量。测定范围:72%~93%。

D.2 试剂

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/T 6682 规定的三级水。

D.2.1 氟化铵。

D.2.2 焦磷酸钠(固体)。

D.2.3 硝酸(1+1)。

D.2.4 碘化钾溶液(150 g/L)。

D.2.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

D.2.6 硫氰酸钾溶液(100 g/L)。

D.2.7 硫代硫酸钠储备溶液(1 mol/L):称取 130 g 五水合硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于锥形烧瓶中,加入新煮沸并冷却的蒸馏水适量使其溶解,加 5 g 碳酸钠,溶解完全后用脱脂棉过滤于 500 mL 容量瓶中,以新煮沸并冷却的蒸馏水稀释至 500 mL,混匀后与棕色试剂瓶中,放置两周后使用。

D.2.8 淀粉溶液(10 g/L)。称取 1.00 g 淀粉,加水少许浸润均匀,加沸水 100 mL,并加热至溶液澄清。

D.2.9 铜标准溶液(0.02 mol/L):称取 1.2709 g 金属铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$),加 40 mL 硝酸(D.2.3),煮沸除去氮氧化物,冷却至室温后移入 1 L 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(或铜标准储存液稀释一定刻度)。

D.2.10 硫代硫酸钠标准溶液($c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \approx 0.02 \text{ mol/L}$):

——配制:移取 20 mL 硫代硫酸钠储备溶液(D.2.7)过滤于 1 L 棕色容量瓶中,以新煮沸并冷却的蒸馏水稀释至刻度,混匀。

——标定:移取 20.00 mL 铜标准溶液(D.2.9)于 250 mL 锥形烧杯中,加 10 mL 盐酸羟胺溶液(D.2.5)、10 mL 碘化钾溶液(D.2.4),放置 30 s,用配好的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液显淡黄色时,加 10 mL 硫氰酸钾溶液(D.2.6)、1 mL 淀粉溶液(D.2.8),继续滴定至溶液蓝色消失为终点。

——计算:硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度以 $c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ 记,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(D.1)计算:

$$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{c_{\text{Cu}} V_{\text{Cu}}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

c_{Cu} ——铜标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{Cu} ——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——滴定铜标准溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后四位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

D.3 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

D.4 测定**D.4.1 试料**

称取 1.00 g 试样(D.3),精确至 0.0001 g,记为 m_{Cu} 。

D.4.2 平行试验

独立地进行三次测定,取其平均值。

D.4.3 试验步骤

D.4.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(D.2.3) [铝型添加剂溶样时可加 1 g 氟化铵(D.2.1)助溶],加热至溶解完全,煮沸除尽氮氧化物,加 2 g 焦磷酸钠(D.2.2),溶解后冷却。过滤于 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

D.4.3.2 分取 10.00 mL 上述溶液(D.4.3.1)于 250 mL 锥形烧杯中,加入 20 mL 水、10 mL 盐酸羟胺溶液(D.2.5)、10 mL 碘化钾溶液(D.2.4),放置 30 s,用硫代硫酸钠标准溶液(D.2.10)滴定至淡黄色,加 10 mL 硫氰酸钾溶液(D.2.6)、1 mL 淀粉溶液(D.2.8),此时溶液为蓝色,继续用硫代硫酸钠标准溶液(D.2.10)滴定至蓝色消失即为终点。

D.5 试验数据处理

D.5.1 铜含量以铜的质量分数 w_{Cu} 记,按式(D.2)计算:

$$w_{\text{Cu}} = \frac{c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} V'_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} M_{\text{Cu}} \times 25}{1000 m_{\text{Cu}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{D.2})$$

式中:

$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V'_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ —— 滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

M_{Cu} —— 铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_{\text{Mn}} = 63.546$);

25 —— 试料稀释倍数;

m_{Cu} —— 试料的质量,单位为克(g)。

结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 E
(规范性)
铬添加剂中铬含量的测定

E.1 原子吸收光谱法

E.1.1 方法提要

在酸性溶液中,直接喷雾,被空气-乙炔燃烧激发产生基态原子蒸气层,吸收铬空心阴极灯发射的特征辐射光波。吸收的强度与铬量成正比,借此测定铬含量。测定范围:72%~83%。此方法为仲裁方法。

E.1.2 试剂

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/T 6682 规定的三级水。

E.1.2.1 过氧化氢(1.10 g/mL)。

E.1.2.2 盐酸(1+1)。

E.1.2.3 铬标准溶液(1.0 mg/mL):称取 1.00 g 金属铬粉($w_{Cr} \geq 99.99\%$),加 20 mL 盐酸(E.1.2.2),加热至溶解完全,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。(或铬标准储存液)

E.1.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铬空心阴极灯。

E.1.4 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

E.1.5 测定

E.1.5.1 试料

称取 0.50 g 试样(E.1.4),试样精确至 0.0001 g,记为 m_{Cr} 。

E.1.5.2 平行试验

独立地进行二次测定,取其平均值。

E.1.5.3 试验步骤

E.1.5.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(E.1.2.2)、1 mL 过氧化氢(E.1.2.1)后加热溶解至完全,冷却,过滤于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

E.1.5.3.2 分取 5.00 mL 上述溶液(E.1.5.3.1)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,于波长 357.9 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量铬的吸光度,将所测试液吸光度减去随同试料所做的空白试验溶液吸光度后,从工作曲线上查得相应的铬的质量浓度(ρ)。

E.1.5.4 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液(E.1.2.3)于一组 100 mL 容量瓶中用水稀至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液和“零”浓度溶液(不加铬标准溶液者)的吸光度。以铬的质量浓度为横坐标,吸光度(减去系列标

准溶液中“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

E.1.6 试验数据处理

E.1.6.1 铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 记,按式(E.1)计算:

$$w_{Cr} = \frac{\rho V_{Cr}}{1000 m_{Cr} V'_{Cr}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铬质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{Cr} ——试料溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m_{Cr} ——试料的质量,单位为克(g);

V'_{Cr} ——移取试液的体积,单位为毫升(mL)。

结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

E.2 硫酸亚铁铵滴定法

E.2.1 方法提要

在酸性溶液中,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将铬(Ⅲ)氧化为铬(Ⅵ),以盐酸还原同时被氧化的锰(Ⅶ),以邻苯氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。测定范围:72.0%~83.0%。

E.2.2 试剂

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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/T 6682 规定的三级水。

E.2.2.1 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)

E.2.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

E.2.2.3 硝酸(1+1)。

E.2.2.4 盐酸(1+3)。

E.2.2.5 硫酸(1+4)。

E.2.2.6 硫酸-磷酸混合酸:于 300 mL 水中,在不断搅拌下缓慢加入 100 mL 磷酸(E.2.2.1)和 200 mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL),混匀。

E.2.2.7 硝酸银溶液(10 g/L):贮于棕色瓶。

E.2.2.8 硫酸锰溶液(10 g/L)。

E.2.2.9 过硫酸铵溶液(200 g/L):现用现配。

E.2.2.10 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)标准溶液(0.003 mol/L):称取 0.8826 g 基准重铬酸钾(预先在 160 °C 烘干 2 h,置于干燥器中冷却至室温)于烧杯中,加适量水使之溶解,移入 1000 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

E.2.2.11 硫酸亚铁铵标准溶液($c_{(NH_4)_2Fe(SO_4)_2} \approx 0.02$ mol/L)

——配制:称取 7.84 g 六水合硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,在搅拌下缓慢加入 50 mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL),使其溶解完全,冷却至室温,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀;用时标定。

——标定:移取 20.00 mL 重铬酸钾标准溶液(E.2.2.10)于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸-磷酸混合酸(E.2.2.6)、80 mL 水,用硫酸亚铁铵标准溶液(E.2.2.11)滴定至溶液呈黄绿色,加

3 滴邻苯氨基苯甲酸溶液(E. 2. 2. 12), 放置 1 min, 继续用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点(临近终点时充分震荡)。

——计算: 硫酸亚铁铵标准溶液的实际浓度以 $c_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2}$ 记, 数值以摩尔每升(mol/L)表示, 按式(E. 2)计算:

$$c_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2} = \frac{c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 6}{V_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2}} \dots\dots\dots(\text{E. 2})$$

式中:

$c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ ——重铬酸钾标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ ——重铬酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

6 ——1 mol 重铬酸钾可还原 6 mol 硫酸亚铁铵;

$V_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2}$ ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后四位, 数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

E. 2. 2. 12 邻苯氨基苯甲酸溶液(2 g/L): 称取 0. 2 g 邻苯氨基苯甲酸(N-苯代邻氨基苯甲酸、苯基邻氨基苯甲酸)于 300 mL 烧杯中, 加入 1. 0 g 无水碳酸钠, 加入 100 mL 水, 微热溶解, 冷却, 混匀; 贮于滴瓶中。

E. 2. 3 试样

将样品敲碎后, 用四分法缩分至所需要量。

E. 2. 4 测定

E. 2. 4. 1 试料

称取 0. 50 g 试样(E. 2. 3), 试样精确至 0. 0001 g, 记为 m'_{Cr} 。

E. 2. 4. 2 平行试验

独立地进行二次测定, 取其平均值。

E. 2. 4. 3 试验步骤

E. 2. 4. 3. 1 将试料置于 400 mL 烧杯中, 加入 20 mL 磷酸(E. 2. 2. 1), 加热溶解试料并发生少量白烟, 放冷至溶液仍保持流动性, 加入 20 mL 硫酸(E. 2. 2. 5)、5 mL 硝酸(E. 2. 2. 2)加热至冒烟以驱尽氮氧化物, 冷却, 加 30 mL 水, 混匀, 过滤于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

E. 2. 4. 3. 2 分取 5. 00 mL 上述试液(E. 2. 4. 3. 1)于 400 mL 锥形瓶中, 加入 10 mL 硝酸(E. 2. 2. 3), 20 mL 硫酸-磷酸混合酸(E. 2. 2. 6), 加水至 200 mL, 加入 5 mL 硝酸银溶液(E. 2. 2. 7)、0. 5 mL 硫酸锰溶液(E. 2. 2. 8)、20 mL 过硫酸铵溶液(E. 2. 2. 9), 摇匀。加热煮沸至溶液出现稳定的紫红色后, 继续煮沸 5 min, 取下稍冷。加入 5 mL 盐酸(E. 2. 2. 4), 煮沸至紫红色消失后, 继续煮沸 8 min~10 min, 冷却至室温。

E. 2. 4. 3. 3 用硫酸亚铁铵标准溶液(E. 2. 2. 11)滴定至溶液呈黄绿色, 加入 3 滴邻苯氨基苯甲酸溶液(E. 2. 2. 12), 放置一分钟, 继续用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点(临近终点时充分震荡)。

E. 2. 5 试验数据处理

E. 2. 5. 1 铬含量以铬的质量分数 ω_{Cr} 记, 按式(E. 3)计算:

$$\omega_{\text{Fe}} = \frac{c_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2} \cdot V'_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2} \cdot M_{\text{Cr}} \times 50}{1000 \times 3m'_{\text{Cr}}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{E. 3})$$

式中:

- $c_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2}$ —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V'_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2}$ —— 消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M_{Cr} —— 铬的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_{\text{Fe}} = 51.996$);
- 50 —— 稀释倍数;
- 3 —— 1 mol 铬(VI)被还原为铬(III)可消耗 3 mol 硫酸亚铁铵;
- m'_{Cr} —— 试料的质量,单位为克(g)。

结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 F
(规范性)
钛添加剂中钛含量的测定

F.1 方法提要

在酸性溶液中,钛与过氧化氢生成黄色络合物,测定其吸光度,借此测定钛含量。测定范围:72%~88%。

F.2 试剂

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/T 6682 规定的三级水。

F.2.1 过氧化氢(1.10 g/mL)。

F.2.2 硫酸(1+1)。

F.2.3 钛标准溶液(1.00 mg/mL)。

F.3 仪器

分光光度计。

F.4 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

F.5 测定

F.5.1 试料

称取 0.30 g 试样(F.4),试样精确至 0.0001 g,记为 m_{Ti} 。

F.5.2 平行试验

独立地进行三次测定,取其平均值。

F.5.3 试验步骤

F.5.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(F.2.2)加热,滴加过氧化氢(F.2.1)煮至溶液无色,冷却。过滤于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

F.5.3.2 分取 5.00 mL 上述溶液(F.5.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硫酸(F.2.2)及 10 滴过氧化氢(F.2.1)用水稀释至刻度,混匀。

F.5.3.3 取部分上述溶液(F.5.3.2)移入 1 cm 吸收池中,以水为空白,在分光光度计上 430 nm 处与工作曲线同时测量其吸光度。

F.5.4 工作曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中依次加入 0 mL、1.50 mL、2.50 mL、3.50 mL、4.50 mL、5.50 mL 钛标准溶

液(F. 2. 3),各加 15 mL 硫酸(F. 2. 2)、10 滴过氧化氢(F. 2. 1),用水稀释至刻度,混匀。在分光光度计上 1 cm 吸收池,以水为空白,430 nm 处测量其吸光度。以钛量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

F. 6 试验数据处理

F. 6. 1 钛含量以钛的质量分数 w_{Ti} 记,按式(F. 1)计算:

$$w_{Ti} = \frac{m'_{Ti} V_{Ti}}{1000 m_{Ti} V'_{Ti}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (F. 1)$$

式中:

m'_{Ti} ——自工作曲线上查得的钛量,单位为毫克(mg);

V_{Ti} ——试料溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m_{Ti} ——试料的质量,单位为克(g);

V'_{Ti} ——移取试液定容体积,单位为毫升(mL)。

结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 G
(规范性)
镍添加剂中镍含量的测定

G.1 方法提要

试样用混合酸溶解,用氟化钠掩蔽铝、铁等干扰元素。在弱酸性溶液中,加入过量的 EDTA 标准溶液络合试液中的镍离子,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准溶液滴定剩余 EDTA,测定镍含量。测定范围:77%~83%。

G.2 试剂

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/T 6682 规定的三级水。

G.2.1 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

G.2.2 盐酸(1+1)。

G.2.3 混合酸:300 mL 硝酸(1+1)与 100 mL 盐酸(G.2.2)混合。

G.2.4 氟化钠(饱和溶液):称取 55 g 氟化钠于烧杯中,加入 1000 mL 水,加热煮沸 30 min,冷却,将上层溶液移入试剂瓶中。

G.2.5 六次甲基四铵溶液(300 g/L)。

G.2.6 对硝基酚溶液(2 g/L)。

G.2.7 锌标准溶液(0.025 mol/L):称取 1.6348 g 金属锌($w_{Zn} \geq 99.99\%$)于烧杯中,加入 30 mL 盐酸(1+1)(G.2.2),加热溶解完全,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

G.2.8 EDTA 标准溶液($c'_{EDTA} \approx 0.025$ mol/L):

——配制:称取 9.3 g EDTA 于烧杯中,加入 500 mL 水,加热溶解完全,冷却,过滤于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

——标定:移取 20.00 mL 锌标准溶液(G.2.7)于 400 mL 锥形烧杯中,加入 50 mL 水,加入 10 mL 六次甲基四铵溶液(G.2.5),加入少量二甲酚橙—氯化钠固体指示剂(G.2.9),用 EDTA 标准溶液(G.2.8)滴定至红色消失溶液呈亮黄色为终点。

——计算:EDTA 标准溶液的实际浓度以 c'_{EDTA} 记,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(G.1)计算:

$$c_{EDTA} = \frac{c_{Zn} V_{Zn}}{V_{EDTA}} \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中:

c_{Zn} —— 锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{Zn} —— 移取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{EDTA} —— 滴定锌标准溶液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后四位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

G.2.9 二甲酚橙—氯化钠固体指示剂:称取 1 g 二甲酚橙和 99 g 氯化钠于玻璃研钵中,混合研细,保存于试剂瓶中。

G.3 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

G.4 测定

G.4.1 试料

称取 0.50 g 试样(G.3), 试样精确至 0.0001 g, 记为 m_{Ni} 。

G.4.2 平行试验

独立地进行二次测定, 取其平均值。

G.4.3 试验步骤

G.4.3.1 将试料置于 250 mL 烧杯中, 加入 25 mL 混合酸(G.2.3), 加热至试样溶解完全, 冷却, 过滤于 250 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。

G.4.3.2 移取 10.00 mL(G.4.3.1)试液于 400 mL 锥形瓶中, 加入 40 mL 水, 加入 10 mL 氟化钠溶液(G.2.4), 1 滴对硝基酚溶液(G.2.6), 用氨水(G.2.1)中和至黄色, 再用盐酸(1+1)(G.2.2)调至无色并过量 2 滴, 加入 10 mL 六次甲基四胺溶液(G.2.5), 加入 20.00 mL EDTA 标准溶液(G.2.8), 加入少量二甲酚橙-氯化钠固体指示剂(G.2.9), 用锌标准溶液(G.2.7)滴定至红色为终点, 计算镍含量。

G.5 试验数据处理

G.5.1 镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 记, 按式(G.2)计算:

$$w_{\text{Ni}} = \frac{(c_{\text{EDTA}} V_{\text{EDTA}} - c_{\text{Zn}} V'_{\text{Zn}}) \times M_{\text{Ni}} \times 25}{1000 m_{\text{Ni}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (G.2)$$

式中:

c_{EDTA} —— EDTA 标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V'_{EDTA} —— 加入 EDTA 标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

c_{Zn} —— 锌标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V'_{Zn} —— 滴定消耗锌标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

M_{Ni} —— 镍的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_{\text{Ni}} = 58.69$);

25 —— 稀释倍数;

m_{Ni} —— 试料的质量, 单位为克(g)。

结果表示到小数点后一位, 数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 H

(规范性)

铝型添加剂杂质含量的测定

H.1 方法提要

试料用相应的酸溶解,稀释至一定体积。采用电感耦合等离子体发射光谱仪,于推荐的分析线波长处分别测量硅、铁、铜、锰、镁、铬、镍、钛、铅、钴的发射强度,按工作曲线法计算各被测元素的质量浓度,得出各被测元素的含量。铝型铁添加剂测定范围见表 H.1、铝型锰添加剂测定范围见表 H.2、铝型铜添加剂测定范围见表 H.3、铝型铬添加剂测定范围见表 H.4、铝型钛添加剂测定范围见表 H.5、铝型镍添加剂测定范围见表 H.6。

表 H.1 铝型铁添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.030~0.30
Cu	0.020~0.20
Mn	0.040~0.40
Cr	0.010~0.10
Ni	0.010~0.10
Ti	0.010~0.10

表 H.2 铝型锰添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.030~0.30
Fe	0.040~0.40
Cu	0.010~0.10
Cr	0.015~0.15
Ni	0.010~0.10
Ti	0.010~0.10

表 H.3 铝型铜添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.015~0.15
Fe	0.015~0.15
Mn	0.010~0.10
Cr	0.010~0.10

表 H.3 铝型铜添加剂中杂质测定范围(续)

元 素	测定范围 %
Ni	0.010~0.10
Ti	0.010~0.10
Pb	0.010~0.10

表 H.4 铝型铬添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.040~0.40
Fe	0.070~0.70
Cu	0.010~0.10
Mn	0.015~0.15
Ni	0.010~0.10
Ti	0.010~0.10

表 H.5 铝型钛添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.040~0.40
Fe	0.100~1.00
Cu	0.015~0.15
Mn	0.015~0.15
Cr	0.015~0.15
Ni	0.015~0.15
Mg	0.030~0.30

表 H.6 铝型镍添加剂中杂质测定范围

元 素	测定范围 %
Si	0.010~0.10
Fe	0.015~0.15
Cu	0.010~0.10
Mn	0.010~0.10
Cr	0.010~0.10
Ti	0.010~0.10
Co	0.015~0.15

H.2 试剂

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/T 6682 规定的二级水。

- H.2.1 盐酸(1+1)。
- H.2.2 硝酸(1+1)。
- H.2.3 混合酸 1:300 mL 盐酸(H.2.1)与 100 mL 硝酸(H.2.2)混合。
- H.2.4 混合酸 2:300 mL 硝酸(H.2.2)与 100 mL 盐酸(H.2.1)混合。
- H.2.5 硫酸(1+1)。
- H.2.6 过氧化氢(1.10 g/mL)。
- H.2.7 硅标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。
- H.2.8 铜标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。
- H.2.9 锰标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。
- H.2.10 铬标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。
- H.2.11 镍标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。
- H.2.12 铁标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。
- H.2.13 铅标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。
- H.2.14 镁标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。
- H.2.15 钛标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。
- H.2.16 钴标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。
- H.2.17 铝型铁添加剂用 A80Fe 混合标准溶液:移取硅标准贮存溶液(H.2.7)15 mL、铜标准贮存溶液(H.2.8)10 mL、锰标准贮存溶液(H.2.9)20 mL、铬标准贮存溶液(H.2.10)5 mL、镍标准贮存溶液(H.2.11)5 mL、钛标准贮存溶液(H.2.15)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸 1(H.2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 150 μg 硅、100 μg 金属铜、200 μg 金属锰、50 μg 金属铬、50 μg 金属镍、50 μg 金属钛。
- H.2.18 铝型锰添加剂用 A80Mn 混合标准溶液:移取硅标准贮存溶液(H.2.7)15 mL、铁标准贮存溶液(H.2.12)20 mL、铬标准贮存溶液(H.2.10)7.5 mL、铜标准贮存溶液(H.2.8)5 mL、镍标准贮存溶液(H.2.11)5 mL、钛标准贮存溶液(H.2.15)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸 1(H.2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 150 μg 硅、200 μg 金属铁、75 μg 金属铬、50 μg 金属铜、50 μg 金属镍、50 μg 金属钛。
- H.2.19 铝型铜添加剂用 A80Cu 混合标准溶液:移取硅标准贮存溶液(H.2.7)7.5 mL、铁标准贮存溶液(H.2.12)7.5 mL、铅标准贮存溶液(H.2.13)5 mL、锰标准贮存溶液(H.2.9)5 mL、铬标准贮存溶液(H.2.10)5 mL、镍标准贮存溶液(H.2.11)5 mL、钛标准贮存溶液(H.2.15)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(H.2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 75 μg 硅、75 μg 金属铁、50 μg 金属铅、50 μg 金属锰、50 μg 金属铬、50 μg 金属镍、50 μg 金属钛。
- H.2.20 铝型铬添加剂用 A80Cr 混合标准溶液:移取硅标准贮存溶液(H.2.7)20 mL、铁标准贮存溶液(H.2.12)35 mL、锰标准贮存溶液(H.2.9)7.5 mL、铜标准贮存溶液(H.2.8)5 mL、镍标准贮存溶液(H.2.11)5 mL、钛标准贮存溶液(H.2.15)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(H.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 200 μg 硅、350 μg 金属铁、75 μg 金属锰、50 μg 金属铜、50 μg 金属镍、50 μg 金属钛。
- H.2.21 铝型钛添加剂用 A80Ti 混合标准溶液:移取硅标准贮存溶液(H.2.7)20 mL、镁标准贮存溶液(H.2.14)15 mL、铁标准贮存溶液(H.2.12)50 mL、铜标准贮存溶液(H.2.8)7.5 mL、镍标准贮存溶液(H.2.11)7.5 mL、锰标准贮存溶液(H.2.9)7.5 mL、铬标准贮存溶液(H.2.10)7.5 mL 于 100 mL 容量

瓶中,混匀。此溶液 1 mL 含有 200 μg 硅、150 μg 金属镁、500 μg 金属铁、75 μg 金属铜、75 μg 金属镍、75 μg 金属锰、75 μg 金属铬。

H. 2.22 铝型镍添加剂用 A80Ni 混合标准溶液:移取铁标准贮存溶液(H. 2.12)7.5 mL、钴标准贮存溶液(H. 2.16)7.5 mL、硅标准贮存溶液(H. 2.7)5 mL、铜标准贮存溶液(H. 2.8)5 mL、锰标准贮存溶液(H. 2.9)5 mL、铬标准贮存溶液(H. 2.10)5 mL、钛标准贮存溶液(H. 2.15)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸 2(H. 2.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 75 μg 金属铁、75 μg 金属钴、50 μg 硅、50 μg 金属铜、50 μg 金属锰、50 μg 金属铬、50 μg 金属钛。

H. 2.23 金属铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.24 金属铁($w_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.25 金属锰($w_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.26 金属铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.27 金属铬($w_{\text{Cr}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.28 金属钛($w_{\text{Ti}} \geq 99.99\%$)。

H. 2.29 金属镍($w_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$)。

H.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪,分辨率 <0.005 nm(200 nm 处)。

H.4 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至需要量。

H.5 测定

H.5.1 试料

称取 0.50 g 试样(H.4),精确至 0.0001 g,记为 m_x 。

H.5.2 平行试验

独立地进行二次测定,取其平均值。

H.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

H.5.4 试验步骤

将试料置于 250 mL 烧杯中,根据所检测的添加剂类型,按照表 H.7 加入溶剂,低温加热溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用电感耦合等离子体发射光谱仪按表 H.8 推荐的分析线同时测定试液和标准系列溶液。

H.5.5 标准系列溶液的配制

H.5.5.1 铝型铁添加剂曲线:称取 5 份 0.40 g 金属铁(H.2.24),精确至 0.0001 g,各加入 0.10 g 金属铝(H.2.23),精确至 0.0001 g。加入 25 mL 混合酸 1(H.2.3)溶解后,移入 250 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL A80Fe 混合标准溶液(H.2.17),用水稀释至刻度,混匀。

表 H.7 溶剂

添加剂类型	溶 剂
铝型铁添加剂、铝型锰添加剂	25 mL 混合酸 1(H. 2. 3)
铝型铜添加剂	30 mL 硝酸(H. 2. 2)
铝型铬添加剂	25 mL 盐酸(H. 2. 1)和 1 mL 过氧化氢(H. 2. 6)
铝型钛添加剂	25 mL 硫酸(H. 2. 5)
铝型镍添加剂	25 mL 混合酸 2(H. 2. 4)

表 H.8 推荐的待测元素分析线

元 素	Si	Cu	Mn	Fe	Cr	Ni	Pb	Mg	Co	Ti
谱线波长 λ nm	288. 158 251. 611	324. 754	259. 373 257. 610	259. 940 239. 562	267. 715 283. 563	231. 604	220. 353	285. 213 279. 553	228. 616 238. 892	334. 941 337. 280

H. 5. 5. 2 铝型锰添加剂曲线:称取 5 份 0. 40 g 金属锰(H. 2. 25), 精确至 0. 0001 g, 各加入 0. 10 g 金属铝(H. 2. 23), 精确至 0. 0001 g。加入 25 mL 混合酸 1(H. 2. 3)溶解完全后, 移入 250 mL 移取容量瓶中, 分别加入 0 mL、1. 00 mL、3. 00 mL、5. 00 mL、10. 00 mL A80Mn 混合标准溶液(H. 2. 18), 用水稀释至刻度, 混匀。

H. 5. 5. 3 铝型铜添加剂曲线:称取 5 份 0. 40 g 金属铜(H. 2. 26), 精确至 0. 0001 g, 各加入 0. 10 g 金属铝(H. 2. 23), 精确至 0. 0001 g。加入 30 mL 硝酸(H. 2. 2)溶解后, 移入 250 mL 移取容量瓶中, 分别加入 0 mL、1. 00 mL、3. 00 mL、5. 00 mL、10. 00 mL A80Cu 混合标准溶液(H. 2. 19), 用水稀释至刻度, 混匀。

H. 5. 5. 4 铝型铬添加剂曲线:称取 5 份 0. 40 g 金属铬(H. 2. 27), 精确至 0. 0001 g, 各加入 0. 10 g 金属铝(H. 2. 23), 精确至 0. 0001 g。加入 25 mL 盐酸(H. 2. 1)和 1 mL 过氧化氢(H. 2. 6)溶解后, 移入 250 mL 移取容量瓶中, 分别加入 0 mL、1. 00 mL、3. 00 mL、5. 00 mL、10. 00 mL A80Cr 混合标准溶液(H. 2. 20), 用水稀释至刻度, 混匀。

H. 5. 5. 5 铝型钛添加剂曲线:于试样同时称取 5 份 0. 40 g 金属钛(H. 2. 28), 精确至 0. 0001 g, 各加入 0. 10 g 金属铝(H. 2. 23), 精确至 0. 0001 g。加入 25 mL 硫酸(H. 2. 5)溶解后, 移入 250 mL 移取容量瓶中, 分别加入 0 mL、1. 00 mL、3. 00 mL、5. 00 mL、10. 00 mL A80Ti 混合标准溶液(H. 2. 21), 用水稀释至刻度, 混匀。

H. 5. 5. 6 铝型镍添加剂曲线:于试样同时称取 5 份 0. 40 g 金属镍(H. 2. 29), 精确至 0. 0001 g, 各加入 0. 10 g 金属铝(H. 2. 23), 精确至 0. 0001 g。加入 25 mL 混合酸 2(H. 2. 4)溶解后, 移入 250 mL 移取容量瓶中, 分别加入 0 mL、1. 00 mL、3. 00 mL、5. 00 mL、10. 00 mL A80Ni 混合标准溶液(H. 2. 22), 用水稀释至刻度, 混匀。

H. 5. 6 试验数据处理

H. 5. 6. 1 待测元素(Si、Fe、Cu、Mn、Cr、Ni、Ti、Pb、Mg、Co)的含量以待测元素的质量分数 w_x 计, 按式(H. 1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_x}{1000000m_x} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(H. 1)$$

式中:

ρ_1 —— 试样溶液的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 —— 空白溶液的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_x ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m_x ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 I
(规范性)
添加剂水分含量的测定

I.1 原理

将试料加热至一定温度并保温至试样恒重,通过测量加热前后试样质量,计算出失去的水分。测定范围:0.01%~0.50%。

I.2 试样

将样品敲碎后,用四分法缩分至所需要量。

I.3 测定

I.3.1 试料

称取 5.00 g 试样(I.2),精确至 0.0001 g。

I.3.2 平行试验

独立地进行两次测定,取其平均值。

I.3.3 试验步骤

I.3.3.1 将称量瓶盖部分打开,置于 110 °C±5 °C 的烘箱中保温 1 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min,称量,精确至 0.0001 g。重复烘干,称量至恒重。记录最后一次称量结果为 m_0 。

I.3.3.2 将试料置于恒重的称量瓶中,盖上瓶盖称重,精确至 0.0001 g,记录称量结果为 m_1 。将瓶盖部分打开,置于 110 °C±5 °C 的烘箱中保温 2 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min,盖严瓶盖称量,精确至 0.0001 g。重复烘干,称量至恒重,记录最后一次称量结果为 m_2 。

I.4 试验数据处理

I.4.1 水分以水的质量分数 w_{H_2O} 计,按式(I.1)计算:

$$w_{H_2O} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (I.1)$$

式中:

m_1 ——烘干前盛有试料的称量瓶及盖的质量,单位为克(g);

m_2 ——烘干后盛有试料的称量瓶及盖的质量,单位为克(g);

m_0 ——烘干后称量瓶及盖的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

I.4.2 允许差

两次测定结果之差应小于 0.15%。

附 录 J
(规范性)
实收率的测定

J.1 方法概述

铝合金熔炼时,在添加剂加入前、后分别取样分析化学成分,根据两次分析结果计算溶于铝合金中的主元素质量。根据加入的添加剂质量与主元素名义含量计算出加入的主元素质量。计算溶于铝合金中的主元素质量与加入的主元素质量比值,即添加剂实收率。

J.2 试剂

J.2.1 覆盖剂:应符合 YS/T 491 的规定,牌号宜选用 NK5048F2A。

J.2.2 精炼剂:应符合 YS/T 491 的规定,牌号宜选用 NK4847F5A。

J.3 仪器设备

J.3.1 电子秤:感量为 1 kg。

J.3.2 熔化炉:熔化炉温度不小于 1000 ℃,精度±15 ℃。

J.3.3 取样勺:应符合 GB/T 17432 的规定。

J.3.4 取样模具:应符合 GB/T 17432 的规定。

J.4 试验步骤

J.4.1 称样

J.4.1.1 用电子秤(J.3.1)称量投料总质量,记为 m_3 。

J.4.1.2 用电子秤(J.3.1)称量添加剂的质量,记为 m_4 。

J.4.2 取化学成分分析用试样

熔体中加入添加剂前,用取样勺(J.3.3)舀取适量熔液,按照 GB/T 17432 的规定,注入已经加热的取样模具(J.3.4)中。冷却后将模具中试样取出。

J.4.3 第一次化学成分分析

将试样(J.4.2)按 GB/T 20975 或 GB/T 7999 规定的方法进行化学成分分析,仲裁方法采用 GB/T 20975 规定的方法,主元素的含量记为 C_1 。

J.4.4 熔化、保温

J.4.4.1 炉料熔化直到表面有一层铝液时,宜撒入一层覆盖剂(J.2.1),熔剂用量 2‰~4‰,减少熔体氧化。

J.4.4.2 在熔体温度不低于 720 ℃时,将添加剂投入熔化炉(J.3.2),15 min 后,加入精炼剂(J.2.2)进行精炼,熔剂用量 2‰~4‰,充分搅拌,用扒渣工具扒出熔液中的铝渣。

J. 4.5 取化学成分分析用试样

用取样勺(J. 3. 3)舀取适量熔液,按照 GB/T 17432 的规定,注入已经加热的取样模具(J. 3. 4)中。冷却后将模具中试样取出。

J. 4.6 第二次化学成分分析

将试样(J. 4. 5)按 GB/T 20975 或 GB/T 7999 规定的方法进行化学成分分析,仲裁方法采用 GB/T 20975 规定的方法,主元素的含量记为 C_2 。

J. 5 结果计算

按式(J. 1)计算实收率 y_1 ,数值以百分比(%)表示。

$$y_1 = \frac{(C_2 - C_1)m_3}{Xm_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (J. 1)$$

式中:

C_2 ——加入添加剂后主元素含量,单位为百分比(%);

C_1 ——加入添加剂前主元素含量,单位为百分比(%);

m_3 ——投料总质量,单位为千克(kg);

X ——添加剂的名义含量,单位为百分比(%);

m_4 ——添加剂质量,单位为千克(kg)。

计算结果表示到个位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

附 录 K
(规范性)
实收曲线的绘制

K.1 方法概述

在实验室条件下,将铝锭投入熔化炉中熔化,加入添加剂,每隔一段时间制取一个化学成分分析试样,计算不同时间下主元素的实收率,绘制实收率随时间变化的实收曲线。

K.2 主要工具和设备

K.2.1 电子秤:感量为 0.05 kg。

K.2.2 熔化电炉:熔化电炉温度不小于 1000 °C,精度±15 °C,炉子容量宜不小于 40 kg。宜采用石墨坩埚进行熔炼。

K.2.3 取样勺:应符合 GB/T 17432 的规定。

K.2.4 取样模具:应符合 GB/T 17432 的规定。

K.3 试验步骤

K.3.1 称量铝锭质量

用电子秤(K.2.1)称量投入熔化炉中的铝锭质量,记为 m_5 。宜选用 Al99.70 牌号铝锭。

K.3.2 熔化铝锭

熔化铝锭(K.3.1),升温到表 K.1 规定的试验温度。

表 K.1 添加剂产品试验温度

添加剂种类	试验温度/ °C	试验温度偏差/ °C
铁添加剂、铜添加剂、镍添加剂	746	±6
锰添加剂	732	
铬添加剂	732	
钛添加剂	760	

K.3.3 精炼和除渣

熔化到指定温度后,用氩气除气 10 min,静置 2 min。然后清除浮渣,并称量浮渣质量,记为 m_6 。

K.3.4 取样

取样进行化学成分分析,作为加入添加剂前的主元素含量,并记录所取样品质量,记为 m_7 。

K.3.5 计算铝液重量

铝液重量以 m_8 计,数值以千克(kg)表示,按式(K.1)计算:

$$m_8 = m_5 - (0.6m_6 + m_7) \quad \dots\dots\dots (K.1)$$

式中:

m_5 ——投入熔化炉中的铝锭质量,单位为千克(kg);

0.6 ——系数,表示炉渣中的含铝量为60%;

m_6 ——浮渣质量,单位为千克(kg);

m_7 ——样品质量,单位为千克(kg)。

计算结果表示到小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

K.3.6 计算添加剂加入量

K.3.6.1 添加主元素的目标含量如表 K.2 所示。

表 K.2 添加主元素的目标含量

元素	目标含量 %
Fe	0.75
Mn	1.20
Cr	0.20
Cu	3.00
Ti	0.20
Ni	1.00

K.3.6.2 按式(K.2)计算添加剂加入量 m_9 ,数值以千克(kg)表示:

$$m_9 = \frac{C_4 m_8}{X} \quad \dots\dots\dots (K.2)$$

式中:

X ——添加剂的名义含量,单位为百分比(%);

C_4 ——添加主元素的目标含量,单位为百分比(%).

计算结果表示到小数点后一位,按 GB/T 8170 的规定修约。

K.3.6.3 加入添加剂

用铝箔包裹需添加的添加剂投入到铝液内,同时启动计时器,搅拌 30 s,记录反应情况(如火焰、气泡等)。

K.3.6.4 取样

在 1 min、2 min、4 min、6 min、10 min、20 min、30 min 时取样,记录试样质量 m_7 ,按式(K.1)计算 m_8 ,取样前搅拌 10 s。在 10 min 和 30 min 取样前还需清除浮渣,并记录浮渣质量 m_6 ,按式(K.1)计算 m_8 。

K.3.6.5 成分分析

对不同时间取得的样品进行成分分析。

K.4 实收率的计算

按式(K.3)计算实收率 y_2 ,数值以百分比(%)表示:

$$y_2 = \frac{(C_6 - C_5)m_8}{Xm_9} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(K.3)$$

式中：

C_6 ——加入添加剂后主元素含量，单位为百分比(%)；

C_5 ——加入添加剂前主元素含量，单位为百分比(%)。

计算结果表示到小数点后一位，数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

K.5 绘制实收率曲线

以添加剂加入时间为横坐标、实收率为纵坐标绘制吸收率曲线图。典型实收率曲线示例见图 K.1～图 K.3。

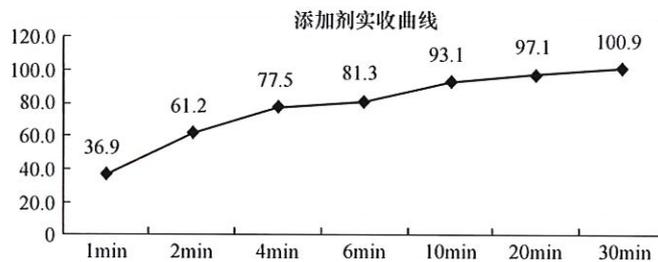


图 K.1 铝型锰添加剂实收曲线示例

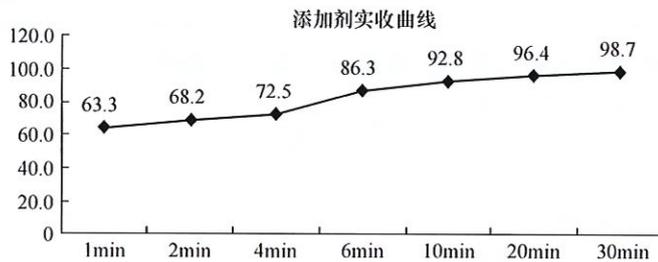


图 K.2 混合型锰添加剂实收曲线示例

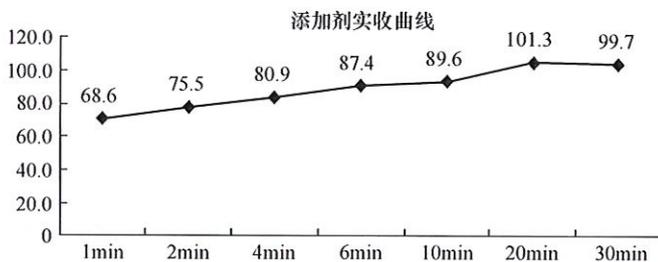


图 K.3 氟铝酸钾型锰添加剂实收曲线示例

参 考 文 献

- [1] GB/T 19743—2005 粉末冶金用水雾化纯铁粉、合金钢粉
- [2] GB/T 2085.1 铝粉 第1部分:空气雾化铝粉
- [3] GB/T 2085.4 铝粉 第4部分:氮气雾化铝粉
- [4] GB/T 3190 变形铝及铝合金化学成分
- [5] GB/T 3211 金属铬
- [6] GB/T 13587—2006 铜及铜合金废料
- [7] YB/T 051 电解金属锰
- [8] YB/T 5308 粉末冶金用还原铁粉
- [9] YS/T 654 钛粉
- [10] YS/T 717 雾化镍粉





中华人民共和国有色金属
行业标准
铝及铝合金成分添加剂
YS/T 492—2021

*

冶金工业出版社出版发行
北京市东城区嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009
北京建宏印刷有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 3 字数 85 千字
2022年3月第一版 2022年3月第一次印刷

*

统一书号:155024·3053 定价:120.00元

155024·3053



9 715502 430538 >