



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.37—2009

氧化铝化学分析方法和物理性能 测定方法 第37部分:粒度小于 20 μm 颗粒含量的测定

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Part 37: Determination of the particles size content less than 20 μm

(ISO 23202:2006 Aluminium oxide used for the production of aluminium—
Determination of particles passing a 20 micrometre aperture sieve, MOD)

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 37 部分:粒度小于 20 μm
颗粒含量的测定
GB/T 6609.37--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 16 千字

2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37807 定价 16.00 元

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

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：镧-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。

本部分为 GB/T 6609 的第 37 部分。

本部分修改采用 ISO 23202:2006《用于铝生产用氧化铝——小于 20 μm 颗粒含量的测定》。

本部分修改采用 ISO 23202:2006 时,将其前言引言删除。同时在规范性引用文件中,分别用 GB/T 6609.2 和 GB/T 6609.23 代替 ISO 806:2004 和 ISO 802:1976。为方便对照,在附录 C 中列出了本部分的章条和对应的 ISO 23202:2006 章条的对照表。

本部分的附录 B 为规范性附录,附录 A 和附录 C 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。

本部分主要起草人:张树朝、褚丙武、郭永恒、李建平。

氧化铝化学分析方法和物理性能 测定方法 第37部分:粒度小于20 μm 颗粒含量的测定

1 范围

GB/T 6609的本部分规定了用湿筛法测定氧化铝中粒度小于20 μm颗粒含量的方法。
本部分适用于氧化铝中粒度小于20 μm颗粒含量的测定。测定范围:≤4%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 6609的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6609.2 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(GB/T 6609.2—2009,ISO 806:2004,MOD)

GB/T 6609.23 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 试样的制备和贮存(GB/T 6609.23—2004,ISO 802:1976,MOD)

ISO 3310-3 测试筛——技术要求和测试 第3部分:电成型筛

3 方法原理

用丙酮,使氧化铝样品筛分通过20 μm的电成型筛,在300℃烘干后计算筛上物料的含量。

4 试剂

4.1 丙酮:分析纯。

注意:丙酮易燃,应在通风厨中使用。

4.2 干燥剂:五氧化二磷、活性氧化铝或分子筛适用,硅胶不适用。

警告:五氧化二磷是有毒物质,说明书上应涉及到此物质的安全期限。

4.3 乙醇:工业纯。

5 仪器

5.1 筛子:筛子符合ISO 3310-3的要求,直径为75 mm~150 mm,筛网孔径为20 μm的电成型筛。孔为圆型的,筛子的材质需要合适的网格以保持足够的强度。筛子的材料应满足不受化学侵蚀,且在110℃下不发生机械损坏。网格应紧密束缚在筛子的框架上,以防止粒子从连接处通过。

注意:通常有2种合适的网孔,317#和570#,570#网孔的开口面积约为17%,而317#的为3.5%,因此570#筛子比317#效率高但是容易脆断。

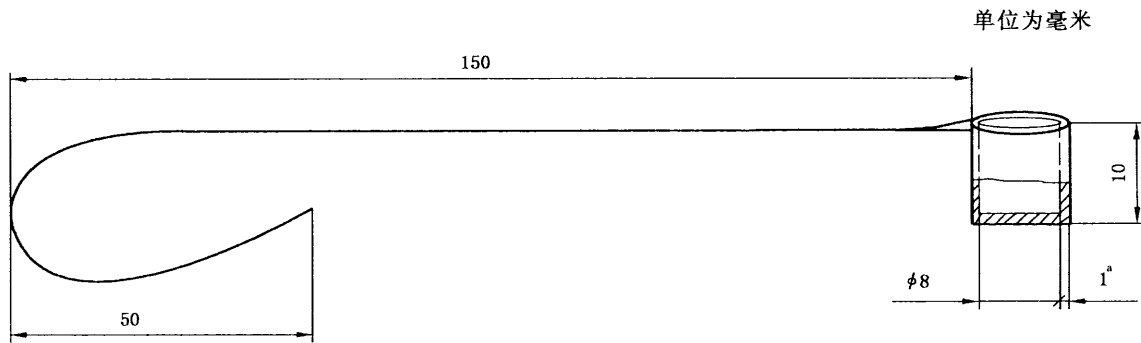
5.2 筛子刷:耐丙酮,任何刷子上的油漆都要清除干净。

注1:硬毛刷子不适用,它可能导致结果偏高并且损坏筛孔。

注2:黑毛的刷子比较好用,它可以清楚看出刷子上是否附着有氧化铝。

5.3 烘箱:带空气循环的可以控制300℃±10℃。

- 5.4 真空干燥器:可加热铝槽(见 GB/T 6609.2),放干燥剂托盘。托盘内可放置大约 250 g 干燥剂。
- 5.5 铂金坩埚:直径约 35 mm, 高约 40 mm 的坩埚,容积为 25 mL,带盖。每次测定 2 套坩埚和盖子(A 和 B),在 300 °C ± 10 °C 保温 30 min,取出,在有干燥剂加热槽中冷却。
- 5.6 洗瓶:可以装丙酮聚乙烯瓶子。
- 5.7 超声波水槽。
- 5.8 取样勺:有不锈钢或者黄铜把手,一次能称取 0.5 g 氧化铝(见图 1)。



^a 壁厚。

图 1 典型取样勺

6 取样和试样的制备

依据 GB/T 6609.23,准备 50 g 的试样,特别小心细颗粒通过灰尘损失。将试样放置在不超过总体积 75% 的密闭容器内,手动或者自动混匀。然后保持静止,使细颗粒沉淀下来。用取样勺分取试样,可多次分取到需要的量,然后手动混合样品。

注:平口或者震动的抹刀不能用,这样可能会把样品粒度分割开。

7 步骤

7.1 检查筛子

首先检查筛孔,确保没有断裂,也没有过多的堵塞。举起筛子对着光源,可以看见堵塞的部分呈现黑色。

如果有超过 30% 的筛孔都堵塞了,应该按照 7.2 的要求进行清洗,较大的断裂肉眼可以看见,对于比较小的断裂需要放大观看,一般采用立体显微镜;扫描整个筛孔确定断裂处。

注意:银焊剂可以成功修复筛孔的断裂,在放大情况下检查筛孔,在断裂处用焊剂覆盖修补。

7.2 清洗筛子

将筛子浸入装有 50% 乙醇溶液或甲醇溶液的烧杯中,将烧杯放入超声波水槽中超声 10 min,取出筛子检查堵塞情况。如果堵塞网孔超过 30% 应重复超声。

注:超声时应将筛子放在水槽边部以防损坏。

7.3 操作步骤

7.3.1 用取样勺(5.8)取样,称取 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样(第 6 章),精确至 $0.0001\text{ g}(m_1)$,将称好的试料转入干净的 $20\text{ }\mu\text{m}$ 的筛子上(5.1)。

7.3.2 称量干燥过的带盖铂金坩埚(5.5 A 和 B),重量分别为 (m_2) 和 (m_3) 。用取样勺称取 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 的试料放入到 A 坩埚中,称量样品和坩埚的质量 (m_4) ,精确至 0.0001 g 。A 坩埚测试样品用于水分的校正,在 7.3.6 之前将称量好的试料放在干燥器内保存,B 坩埚用于筛分试料的干燥,两份测试试料须同时进行称量。

注:带盖铂金坩埚使用时按 5.5 进行处理。

7.3.3 在通风橱内,用约 50 mL 的丙酮润湿筛子上试料。然后用洗瓶(5.6)喷射丙酮水流来冲洗筛子上的样品并同时用筛子刷(5.2)清洗,洗掉筛壁上的氧化铝。将用过的丙酮收集处置。刷洗的力量要足够的大,使得丙酮能顺利通过刷子清洗各个筛孔。

注:尽量小心不要在冲洗时由于飞溅造成样品损失。

7.3.4 筛洗 10 min 保证所有筛孔上的氧化铝都能被洗到并且刷到,用刷子刷掉筛子内壁上的样品,同时洗掉刷子上附着的氧化铝。单次测定的所用清洗试料的丙酮的量在 400 mL 以上,如果用得少就不能保证所有的试料被清洗通过筛孔。低体积的丙酮的用量意味着,由于清洗和检查的不确切或细粉量过多导致筛孔堵塞(7.2)。在细粉太多情况下,应重新清洗筛子(7.2),并且用 1 g 的试料重新进行测定。

7.3.5 将筛网上的试料用丙酮洗涤转移坩埚 B 中,在通风橱中将样品蒸干,防止样品洒落。

注 1:此步骤可在装玻璃漏斗的漏斗架上完成。

注 2:红外灯可以用来蒸干丙酮。

7.3.6 将坩埚 A 和坩埚 B 在烘箱(5.3)中于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h。

警告:在丙酮没有完全蒸干时,不要将坩埚置于烘箱中。

7.3.7 从烘箱中取出坩埚,盖上盖子,放在真空干燥器中,抽真空,冷却至室温,称量坩埚 A 和坩埚 B 重量(m_5 和 m_6),精确至 0.000 1 g。

8 测定结果的计算:

按式(1)计算通过 20 μm 筛孔的质量分数 w_{20} (%) :

$$w_{20} = 100 - \left[\frac{(m_6 - m_3) \times (m_4 - m_2)}{m_1 \times (m_5 - m_2)} \times 100 \right] \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——筛分前试料质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚 A 的质量,单位为克(g);

m_3 ——空坩埚 B 的质量,单位为克(g);

m_4 ——坩埚 A 和 300 $^{\circ}\text{C}$ 烘干前试料质量,单位为克(g);

m_5 ——300 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后坩埚 A 和试料质量,单位为克(g);

m_6 ——300 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后坩埚 B 和 +20 μm 的试料质量,单位为克(g);

计算结果精确至小数点后一位数字。

9 精密度

按照 95% 的置信度水平,通过该方法得到的结果,其实验室内重复性(r)和实验室之间的再现性(R)结果见表 1。

注:测试的程序结果参照附录 A。

表 1

质量百分数/%(绝对值)	
重复性限(r)	再现性限(R)
0.24	0.47

10 质量控制

在每个样品批次都应作一次参考样品,应该特别注意将样品混合均匀再取样,以保证从瓶子中获得的参考样品是连续和完整的。

如果标准样品的测定结果超出了允许的范围,就应该检查筛子是否堵塞或者断裂(7.1)。如果筛孔是好的,则重复测定,必要的话,换一瓶新的标准样品重新测定。

持续一致的超差可能是因为筛子的 20 μm 筛孔做的不合格,那么就需要按照附录 B 进行筛子的检查。

11 检验报告

检验报告应包含下列内容:

- a) 本部分编号;
- b) 试样名称;
- c) 取样的日期;
- d) 测定的日期;
- e) 按照百分数表示试样的一20 μm 的质量,精确至 0.1%。

附录 A
(资料性附录)
试验结果

由 7 家独立实验室,对 4 个不同的氧化铝样品进行分析。按照 95% 的置信度水平计算 20 μm 孔筛,实验室内重复性(r)和实验室之间的再现性(R)见表 A.1。

表 A.1 使用测试样品得到的精密度数据

样品	-20 μm 含量	重复性限 r	再现性限 R
1#	0.69	0.24	0.30
2#	2.08	0.21	0.46
3#	3.74	0.32	0.71
4#	1.02	0.20	0.39
平均		0.24	0.47

附录 B
(规范性附录)
试验筛有效孔径的测定

B.1 范围

本附录规定了 20 μm 试验筛有效孔径的测定方法。

B.2 有效孔径

有效孔径是指将试样粒度分布截切的试验筛尺寸,由筛中较大孔来确定。有效孔径对于解决纷争的目的是很有用的。孔堵塞和孔裂可能会导致标准样品测定值的偏离,假设此状况不会发生,则筛子的有效孔径可以用作诊断筛子故障。例如,如果标准样品的一 20 μm 含量高,则筛子的有效孔径大于 20 μm,或存在孔的损坏。

B.3 原理

用具有良好球形特点的标准微粒进行筛分。有效孔径为通过筛子的质量百分数,与标准微粒尺寸分布相关联。

B.4 试剂和仪器**B.4.1 仪器**

仪器与本标准第 5 章一致。

B.4.2 试剂

有证标准样品(CRM):合适的 NIST 球形微粒 CRM、SRM1003b 或可溯源到 NIST 的材料¹⁾。

B.5 操作步骤

按以下步骤重复两次:

B.5.1 混合 CRM,从瓶子的不同部分称取 1 g±0.1 g。

B.5.2 采用微型旋流器将整个样品分成几个测试部分。

B.5.3 将标准材料测试部分放在清洁的、干燥铂金坩埚内于 110 °C±5 °C 下至少干燥 2 h。在干燥器内冷却,称重,精确至±0.000 1 g。

B.5.4 将冷却的测试部分转移至筛子,同 7.3 步骤中描述的进行湿筛。

B.6 测定结果计算

按式(B.1)计算通过 20 μm 筛孔的质量分数 w_{20} (%):

$$w_{20} = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

m_1 ——干燥测试部分的质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

m_3 ——坩埚和保留在筛子上的干燥测试部分的质量,单位为克(g)。

有效孔径应按如下步骤测定:

如果 CRM 没有提供累积微粒尺寸分布图,使用 CRM 鉴定过的颗粒尺寸数据描绘出对比颗粒直径范围 $16\ \mu\text{m}\sim 24\ \mu\text{m}$ 的百分数图,通过这些点画出一条平滑的曲线。

读取穿过筛子的质量百分数相应的尺寸,精确至 $0.1\ \mu\text{m}$ 。两次的结果应当在 $1.0\ \mu\text{m}$ 内,否则,重复一次有效孔径测量,数据在 $1\ \mu\text{m}$ 内再进行平均。

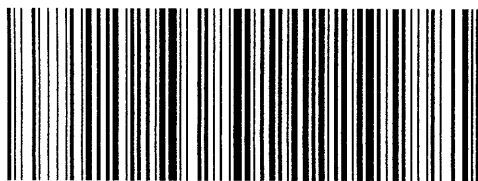
计算平均结果,取一位小数。如果平均有效孔径落在 $19\ \mu\text{m}\sim 21\ \mu\text{m}$ 内,说明筛子适合使用。

附 录 C
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 17500:2006 章条编号对照表

表 C.1

本部分章条编号	对应的 ISO 17500:2006 章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4,5
5	6
6	7
7	8
8	9
9	10
10	11
11	12
附录 A	附录 A
附录 B	附录 B
附录 C	—



GB/T 6609.37-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37807

定价: 16.00 元

打印日期: 2010年2月26日