

ICS 77.040.30
H 21

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 617.5—2007

铝、镁及其合金粉理化性能测定方法 第 5 部分：铝粉中油脂含量的测定

Determination of chemical compositions and physical properties of
aluminum powder, magnesium powder and Al-Mg alloy powder—
Part 5: Determination of grease content of aluminum powder

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 617《铝、镁及其合金粉理化性能测定方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：活性铝、活性镁、活性铝镁量的测定 气体容量法；
- 第 2 部分：铝镁合金粉中铝含量的测定 氟化物置换络合滴定法；
- 第 3 部分：水分的测定 干燥失重法；
- 第 4 部分：镁粉中盐酸不溶物量的测定 重量法；
- 第 5 部分：铝粉中油脂含量的测定；
- 第 6 部分：粒度分布的测定 筛分法；
- 第 7 部分：粒度分布的测定 激光散射/衍射法；
- 第 8 部分：松装密度的测定；
- 第 9 部分：铝粉附着率的测定；
- 第 10 部分：铝粉盖水面积的测定。

本部分为 YS/T 617 的第 5 部分。

本部分包含气体容量法和洗提重量法 2 种方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本部分主要起草人：韩书超、张继刚、赵玮、张琳玲。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

铝、镁及其合金粉理化性能测定方法

第5部分：铝粉中油脂含量的测定

方法1 气体容量法

1 范围

本方法规定了铝粉中油脂(硬脂酸)含量的测定方法。

本方法适用于干法球磨铝粉中硬脂酸含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~4.0%。

本方法不适用于分析湿法球磨铝粉,否则有着火甚至爆炸的可能。

2 方法提要

试料于氧气中燃烧,油脂(硬脂酸)中的碳被氧化成二氧化碳,用碱吸收之,用容量定碳仪测量碳的质量分数,换算为硬脂酸含量,据此测定铝粉中油脂(硬脂酸)含量。

3 试剂

3.1 氢氧化钾溶液(400 g/L)。

3.2 封闭溶液:250 g/L的氯化钠溶液,以1 g/L甲基橙溶液为指示剂,用硫酸(1+1)调节至溶液显红色并用二氧化碳气体饱和。

3.3 石英砂(850℃灼烧后待用)。

3.4 瓷舟(88型,850℃灼烧后待用)。

3.5 瓷管(850℃通氧灼烧)。

4 仪器

4.1 容量定碳仪:吸收器装氢氧化钾溶液(3.1),水准瓶内装封闭溶液(3.2)。

4.2 管式电炉及温度指示仪表,最高温度1250℃。

4.3 水银气压计。可精确至0.1 kPa。

4.4 镍铬丝制长钩。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.1000 g~0.4000 g铝粉,精确至0.0001 g。

5.2 测定次数

平行测定两份试料,取其平均值。

5.3 预试验

用与试料中硬脂酸量(以碳的质量分数计)相当的标准钢样检查仪器的可靠性。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于瓷舟(3.4)中,均匀撒入一层石英砂(3.3)。

5.4.2 将管式电炉(4.2)预热至850℃~900℃。

5.4.3 用镍铬丝制长钩(4.4)将瓷舟推入瓷管中最热部位,立即用带有通氧导管的胶塞塞紧瓷管,通氧

预热 30 s,转动量气管活塞,使气体进入量气管,当量气管内液面达到标尺零位附近时,关闭量气管活塞,停止供氧(整个供氧时间约需 1 min),用长钩取出瓷舟。

5.4.4 调整水准瓶内液面与量气管内液面位于同一水平,记下读数。

5.4.5 转动量气管活塞,升高水准瓶,使量气管内气体全部进入吸收器中,放下水准瓶,使气体再回到量气管中,如此反复二次。

5.4.6 待吸收器内气体回到量气管后,转动活塞,切断通路。调整水准瓶内液面与量气管内液面位于同一水平,记下读数并记录测定时的气压、温度。

注:气压计的玻璃管和水银受温度影响的校正系数,查气象常用表第二号第一表《气压读数温度订正表》。

6 分析结果的计算

按(1)式计算硬脂酸的质量分数:

$$w = \frac{1.33 AK}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w——硬脂酸的质量分数, %;
- A——量气管上标尺两次读数差,为碳的质量分数, %;
- K——温度和气压(订正后)的补正系数;
- 1.33——碳换算为硬脂酸的换算因数;
- m——试料的质量,单位克(g)。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得,见表 1。

表 1

硬脂酸的质量分数 / %	重复性限 r / %
0.242	0.070 8
1.73	0.392 7
3.59	0.663 9

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

硬脂酸的质量分数 / %	允许差 / %
0.10~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.40
>2.00~4.00	0.70

8 质量保证

每次分析样品前,进行一次氧气分析,以判定过程是否正常。当过程失控时,应采用措施找出原因并纠正错误。

方法2 洗提重量法

9 范围

本方法规定了铝粉中油脂含量的测定方法。

本方法适用于干法球磨铝粉中未知组分极性油脂的测定。测定范围(质量分数):0.20%~4.0%。

10 方法提要

试料以热丙酮处理,油脂溶解于丙酮中,于70℃~75℃水浴中蒸发至干,烘干、恒重、称量,以测定油脂含量。

11 试剂

丙酮。

单位为毫米

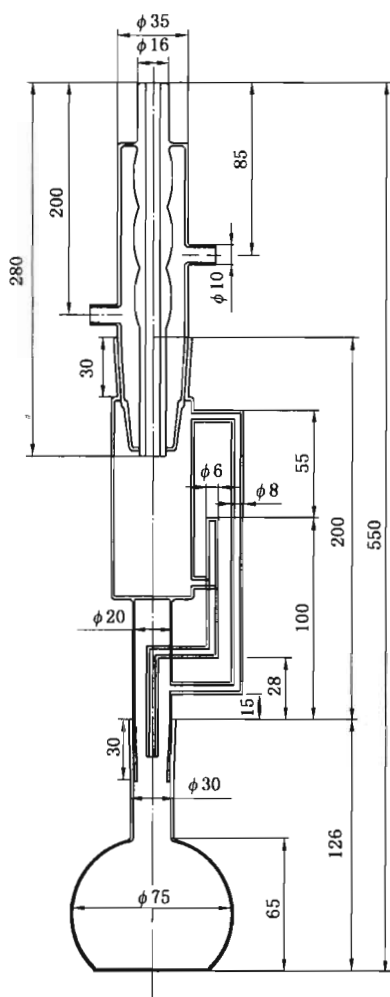


图1 脂肪洗提器装置图

12 仪器

12.1 脂肪洗提器(150 mL,见图1)。由冷凝管、洗提器、蒸馏瓶三部分组成。

12.2 烧杯(100 mL)。

13 分析步骤

13.1 试料

称取 0.500 g 试样,精确至 0.001 g。

13.2 测定次数

平行测定两份试料,取其平均值。

13.3 测定

13.3.1 将试料(13.1)置于已卷好 $\phi 9$ cm 的滤纸筒中,置于脂肪洗提器(12.1)中,使滤纸上缘低于洗提器旁管上口。

13.3.2 于蒸馏瓶中加入丙酮(11)50 mL,立即将洗提器与冷凝管、蒸馏瓶连接好,使冷凝管下口对准试料。

13.3.3 放入已升温至 70℃ 的恒温水浴中,固定在支架上,接通冷却水。

13.3.4 蒸馏至丙酮回流后,继续蒸馏 5 min,取出,卸下冷凝管,用镊子将滤纸取出,将系统中所有丙酮溶液移入已恒重的烧杯(12.2)中,用丙酮洗系统 2~3 次,并入烧杯中。

13.3.5 将烧杯置于 70℃ 水浴中蒸发至干。取出,于 105℃ 烘干箱中烘干 5 min,置于干燥器中冷却至恒重,称量。

14 分析结果的计算

按公式(2)计算油脂的质量分数:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w ——油脂的质量分数, %;

m_1 ——烧杯和油脂的质量,单位克(g);

m_2 ——烧杯的质量,单位克(g);

m_0 ——试料的质量,单位克(g)。

15 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

油脂的质量分数/%	允许差/%
$\geq 0.20 \sim 4.00$	0.15

16 质量保证

分析过程发生异常或投入新丙酮时,进行丙酮的不挥发物分析,以判定过程的有效性。当过程失控时,分析原因采取措施,并重新进行分析。

17 检测报告

检测报告应包括以下内容：

- a) 本部分名称、编号以及方法名称；
 - b) 检测样品的必要说明；
 - c) 检测结果；
 - d) 本部分未规定的操作或可能影响结果的任何情况。
-

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝、镁及其合金粉理化性能测定方法
第5部分：铝粉中油脂含量的测定
YS/T 617.5—2007

*

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 11 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号：155066·2-17839 定价 14.00 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



YS/T 617.5—2007