

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.4—2008
代替YS/T 568.4—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 铝含量的测定 铬天青 S—氯化十四烷基吡啶光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of aluminium content
—Chronic azurol-S –tetradrcylpyridine chloride spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 568.4-2006《氧化锆、氧化钪中铝量的测定》（原 GB/T 2590.4-1981。）

本部分与 YS/T 568.4-2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款。
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：刘英、李满芝、臧慕文

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.4-1981、YS/T 568.4-2006

氧化锆、氧化钪化学分析方法 铝含量测定

铬天青 S—氯化十四烷基吡啶分光光度法

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中铝含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中铝含量的测定。测定范围：0.005%~0.2%。

2 方法提要

试料以硫酸、硫酸铵溶解，用 N—苯甲酰—N—苯基羟胺三氯甲烷溶液萃取分离主体锆、钪及铁、钛等干扰元素。分离后，残留的铁用邻菲罗啉、抗坏血酸掩蔽。在 pH 5.8 的乙酸—乙酸钠介质中，铝与铬天青 S、氯化十四烷基吡啶形成有色络合物，于分光光度计波长 630nm 处，测其吸光度。

若试样中含有少量铀、钍，可在显色时加入碳酸钠溶液消除影响。

3 试剂

3.1 硫酸铵，优级纯

3.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)：优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)：优级纯。

3.4 三氯甲烷。

3.5 盐酸(1+19)。

3.6 氨水(1+1)。

3.7 铬天青 S(0.3g/L)—氯化十四烷基吡啶(2g/L)溶液：称取 0.3g 铬天青 S 和 2g 氯化十四烷基吡啶，分别溶于少量水中，然后合并，用水稀释至 1000mL，混匀。

3.8 邻菲罗啉溶液(10g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(10g/L)：用时现配。

3.10 2,4—二硝基酚溶液(1g/L)：称取 0.1g 2,4—二硝基酚溶于 100mL 乙醇中。

3.11 乙酸—乙酸钠缓冲溶液(pH 5.8)：称取 90.2g 无水乙酸钠，溶于水中，加入 6.0mL 冰乙酸，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

3.12 N—苯甲酰—N—苯基羟胺(BPHA)三氯甲烷溶液(25g/L)：称取 10g BPHA，溶于 400mL 三氯甲烷中。

3.13 铝标准溶液：

3.13.1 称取 1.0000g 金属铝[w(Al)>99.9%]，置于聚乙烯烧杯中，加入 20mL 水、3g 氢氧化钠，待其完全溶解后，用盐酸(ρ 1.19)慢慢中和至出现沉淀，并过量 20mL，不断搅拌使其溶解。冷却，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 铝。

3.13.2 移取 25.00mL 溶液(3.13.1)置于 250mL 容量瓶中，加入 0.5mL 盐酸(ρ 1.19)，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 铝。

3.13.3 移取 25.00mL 溶液(3.13.2)，置于 250mL 容量瓶中，加入 0.5mL 盐酸(ρ 1.19)，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 铝。

4 仪器

分光光度计

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.0001g。

表 1

铝的质量分数 w/%	试料量 m/g	试液总体积 V/mL	分取试液体积 V ₁ /mL
0.005~0.01	0.20	100	20
>0.01~0.05	0.20	100	20
>0.05~0.1	0.10	100	10
>0.1~0.2	0.10	250	10

5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 100mL 干烧杯中，加入 3mL 硫酸(3.2)和 2g 硫酸铵(3.1)，盖上表皿，在电炉上加热至试料完全溶解。冷却，用水吹洗表皿及杯壁，按表 1，用水移入相应容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

5.4.2 按表 1 移取溶液(使铝量为 1~8μg)，置于 50 或 100mL 分液漏斗中，加入 10mL 25g/L BPHA 三氯甲烷溶液(3.12)，剧烈振荡 2 分钟。静置分层后，弃去有机相，重复萃取一次。加入 10mL 三氯甲烷(3.4)，振荡 0.5min，静置分层后，弃去有机相。将水相放入 50mL 烧杯中，用少量水洗涤分液漏斗，洗涤液并入烧杯中，低温加热至冒白烟，取下，趁热沿杯壁滴加 20 滴硝酸(3.3)，再加热至冒浓厚白烟，取下。冷却，沿杯壁吹入少量水，混匀。微热溶解盐类，冷却后用水移入 50mL 容量瓶中，使溶液体积约为 15mL。

5.4.3 加入 2 滴 2,4-二硝基酚溶液(3.10)，用氨水(3.6)调节至溶液变黄，再滴加盐酸(3.5)至黄色恰好消失。加入 2mL 邻菲罗啉溶液(3.8)，摇匀。加入 2mL 抗坏血酸溶液(3.9)，摇匀。沿瓶壁加入 5mL 铬天青 S 一氯化十四烷基吡啶溶液(3.7)，轻轻摇匀。加入 5mL 乙酸—乙酸钠缓冲溶液(3.11)，用水稀释至刻度，摇匀。

5.4.4 试液放置 15min 后，移入 1cm 吸收皿中，以不加铝标准溶液的显色液作参比，在分光光度计上，于波长 630nm 处，测其吸光度。减去随同试料的空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铝量。

5.5 工作曲线的绘制：

移取 0, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00mL 铝标准溶液(3.13.3)，分别置于一组 50mL 容量瓶中，加水使体积约为 15mL，以下按分析步骤 5.4.3 操作，试液放置 15min 后，移入 1cm 吸收皿中，以不加铝标准溶液的显色液作参比，在分光光度计上，于波长 630nm 处，测其吸光度，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铝的质量分数(%)：

$$w(\text{Al}) = \frac{V \cdot m_1}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的铝量， g；

m_0 ——试料的质量， g。

V ——试液总体积， mL。

V_1 ——分取试液体积， mL。

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)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

铝质量分数 $w / \%$	重复性限 $r / \%$
注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。	

7.2 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

铝质量分数 $w / \%$	允许差 $\Delta / \%$

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。