

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 11 部分。

本标准是对 GB/T 6609.11—1986《氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定一氧化锰量》的修订,基本内容没有变化。

本标准非等效采用 ISO 3390:1976《主要用于铝生产的氧化铝 锰含量的测定 火焰原子吸收法》,主要技术差异有:

- 删除了 ISO 3390:1976 中的引言、引用文件、试验报告和附录;
- 增加了前言和精密度(重复性和允许差);
- 测定范围由 0.000 258%~0.006 46%扩大为 0.000 25%~0.008%;
- 溶样器从硅酸盐玻璃管改为聚四氟乙烯密封溶样器;
- 掩蔽剂由氰化钾改为酒石酸钾钠。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.11—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由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负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本标准主要起草人:王新亮、赵春晖、李春潮、李成霞、董良。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6609.11—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中一氧化锰含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中一氧化锰含量的测定。测定范围：0.000 25%~0.008%。

2 方法原理

试料在聚四氟乙烯密封溶样器中用盐酸恒温溶解后，在酒石酸钾钠掩蔽下，调节溶液的 pH 至 11.8，以三氯甲烷萃取 2-甲基-8 羟基喹啉锰络合物，使锰和干扰元素分离，在低温加热下使有机相干涸，残留物用稀盐酸溶解，在原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处，使用空气-乙炔火焰，测量其吸光度，以测定一氧化锰的含量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 三氯甲烷。

3.3 盐酸：(1+120)。

3.4 氢氧化钠溶液：500 g/L。

3.5 酒石酸钾钠溶液：200 g/L。

3.6 2-甲基-8 羟基喹啉溶液(20 g/L)：称取 2.0 g 2-甲基-8 羟基喹啉($C_{10}H_9NO$)溶解于 5 mL 的冰乙酸中，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.7 一氧化锰标准贮存溶液：称取 0.619 6 g 优级纯金属锰置于 150 mL 烧杯中，加入 12 mL 盐酸(1+1)，盖上表皿，温热至锰全部溶解，冷却至室温，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.8 mg 一氧化锰。

3.8 一氧化锰标准溶液：移取 10.00 mL 一氧化锰标准贮存溶液(3.7)置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.008 mg 一氧化锰。

4 仪器、装置及器具

4.1 pH 计。

4.2 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 原子吸收光谱仪，附锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，一氧化锰的特征浓度应不大于 0.030 μ g/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

4.4 聚四氟乙烯密封溶样器：见 GB/T 6609.7—2004 中图 1。

5 试样

- 5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。
5.2 试样应在 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h, 并置于干燥器(4.2)中, 冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.500 0 g 试样(5), 精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行二次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料作空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯密封溶样器(4.4)的反应杯中, 加入 20 mL 盐酸(3.1), 盖好盖, 放入聚四氟乙烯密封溶样器(4.4)中, 加盖, 将溶样器置于钢套中, 拧紧盖后置于烘箱中, 升温至 $240^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, 保温 6 h, 自然冷却至室温。

6.4.2 取出聚四氟乙烯反应杯, 将溶液移入 250 mL 烧杯中, 用水洗净反应杯, 洗涤水并入烧杯中, 盖好表皿, 放在低温电热板上蒸发到盐类刚刚析出为止。

6.4.3 取下烧杯, 加入 50 mL 水, 使盐类溶解, 加入 25 mL 酒石酸钾钠溶液(3.5), 在不断搅拌下, 缓慢加入 10 mL 氢氧化钠溶液(3.4), 直到析出的氢氧化铝沉淀完全溶解为止。应避免氢氧化钠过量, 加入 5 mL 2-甲基-8-羟基喹啉溶液(3.6), 搅拌使其溶解, 冷却至室温, 用氢氧化钠溶液(3.4)和盐酸(3.1)调节溶液的 pH 至 11.8。

6.4.4 将溶液移入 250 mL 分液漏斗中, 用 20 mL 三氯甲烷(3.2)萃取, 振荡 1 min, 分离有机相后, 再继续用 10 mL 三氯甲烷(3.2)萃取至有机相不呈绿色为止(通常要萃取 4~5 次)。将有机相收集于盛有 1 mL 盐酸(3.1)的烧杯中, 盖上表皿, 在低温电热板上蒸发至干。

6.4.5 取下烧杯, 用少量盐酸(3.3)溶解残留物, 并用盐酸(3.3)洗入 25 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 用盐酸(3.3)稀释到刻度, 混匀。

6.4.6 按照仪器最佳工作条件在原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处, 以水调零点, 试液与系列标准溶液同时测量其吸光度, 由工作曲线上查出相应的一氧化锰的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0.1, 0.4, 0.7, 1.0, 1.3, 1.6, 2.0 mL 一氧化锰标准溶液(3.8), 置于一组 25 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.3)稀释至刻度, 混匀。使用空气-乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处, 以水调零, 测量系列标准溶液的吸光度, 减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度, 以一氧化锰浓度(mg/mL)为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氧化铝中一氧化锰含量 $w(\text{MnO})(\%)$:

$$w(\text{MnO}) = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m_0 \times 10^3} \times 100$$

式中:

C_1 ——自工作曲线上查得的试液中一氧化锰的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

C_2 ——自工作曲线上查得的空白试验溶液中一氧化锰的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——测量时试液的总体积, 单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

8 精密度

8.1 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:

$w(\text{MnO})$	(%)	0.000 26	0.000 95	0.006 49
重复性限 r	(%)	0.000 10	0.000 24	0.000 52

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

%

$w(\text{MnO})$	允许差
0.000 25~0.000 60	0.000 23
>0.000 60~0.001 50	0.000 45
>0.001 5~0.004 0	0.000 8
>0.004~0.008	0.001

9 质量保证与控制

在分析时,应用国家标准样品或行业级标样进行校核,或每年至少校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。