

## 前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本部分为第 12 标准。

本标准是对 GB/T 6609.12—1986《氧化铝化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化锌量》的重新确认,除扩延了测量范围的上限和编辑性整理外,其内容基本没有变化,测量的上限从 0.01% 扩为 0.02%。

本标准非等效采用 ISO 2071:1976《主要用于铝生产的氧化铝 锌含量的测定 火焰原子吸收法》,主要技术差异有:

——删除了 ISO 2071:1976 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  $\geq 0.000 2\%$  修改为  $0.000 4\% \sim 0.020 0\%$ ;

——溶样器从硅酸盐玻璃管改为聚四氟乙烯密封溶样器。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.12—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研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司山东分公司起草。

本标准主要起草人:刘光升、邓金玲、苏献瑞。

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 6609.12—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氧化锌含量

### 1 范围

本标准规定了氧化铝中氧化锌含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化锌含量的测定。测定范围 0.000 4%~0.020 0%。

### 2 方法原理

试样在密封容器内加盐酸恒温溶解,使用乙炔-空气火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.3 nm 处测量其吸光度。铝基体对测定有影响,在绘制工作曲线时,以铝基体补偿的方式消除。

### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL):优级纯。

3.2 盐酸(2+1)。

3.3 铝基体溶液:称取 25.463 g 纯铝屑( $w(\text{Al})\geq 99.999\%$ ),预先用少量浓硝酸浸洗,再用水洗除硝酸后,以无水乙醇或丙酮冲洗两次,晾干),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 360 mL 盐酸(3.1),加入一滴高纯汞助溶,待反应平静后将烧杯置于电热板上缓缓加热至全部溶解为止。取下冷却,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 g 氧化铝。

3.4 氧化锌标准贮存液:称取 0.100 0 g 高纯氧化锌(预先在 1 000℃灼烧 1 h,并在干燥器中冷却至室温),置于 100 mL 烧杯中,加入 5.5 mL 盐酸(3.1)溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氧化锌。

3.5 氧化锌标准溶液:移取 50.00 mL 氧化锌标准贮存液(3.4)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 氧化锌。

### 4 仪器、装置及器具

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

4.2 原子吸收光谱仪,附锌空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,氧化锌的特征浓度应不大于 1.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度的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,最高段的吸光度之差值与最低段的吸光度之比,不小于 0.7。

### 5 试样

5.1 试样粒度应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在  $300\text{℃}\pm 10\text{℃}$  烘干 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.500 0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验,移取 5 mL 铝基体溶液(3.3),于 50 mL 容量瓶中,加入 4.2 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀,随同试液测定。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯密封溶样器(4.1)的反应杯中,加入 15 mL 盐酸(3.2),盖严。再将反应杯放入溶样器(4.1)中加盖。将溶样器放入钢套中盖紧,置于烘箱中升温至 240℃±3℃,保温 4 h,取出,自然冷却至室温,取出反应杯,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水洗净反应杯,洗液并入容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在仪器最佳工作条件下,以水调零,试液与系列标准液同时测量吸光度,由工作曲线查出相应的氧化锌浓度。

### 6.5 工作曲线的绘制

移取 0,3.00,6.00,9.00,12.00,15.00 mL 氧化锌标准溶液(3.5)置于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 5.00 mL 铝基体(3.3),4.2 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 213.3 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,以氧化锌浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按下式计算氧化锌含量  $w(\text{ZnO})(\%)$ :

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

式中:

$C_1$ ——自工作曲线查出的试液中氧化锌浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$C_2$ ——自工作曲线查出的随同试料空白溶液的氧化锌浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_0$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL)。

## 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( $r$ )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:

$w(\text{ZnO})$	(%)	0.000 4	0.001 5	0.009 9	0.015 8
重复性限 $r$	(%)	0.000 1	0.000 2	0.000 7	0.001 3

### 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

%

$w(\text{ZnO})$	允 许 差
0.000 4~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 5	0.000 6
>0.002 5~0.005 0	0.001 0
>0.005 0~0.007 5	0.001 2
>0.007 5~0.010 0	0.001 5
>0.010 0~0.015 0	0.001 8
>0.015 0~0.020 0	0.002 2

### 9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

---