

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 13 部分。

本标准是对 GB/T 6609.13—1986《氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钙量》的重新确认,除编辑性整理外,其内容基本没有变化。

本标准非等效采用 ISO 2069:1976《主要用于铝生产的氧化铝 钙含量的测定 火焰原子吸收法》。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.13—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贵州分公司起草。

本标准主要起草人:钟燕、胡新、林蔚柏。

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 6609.13—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钙含量

1 范围

本标准规定厂氧化铝中氧化钙含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化钙含量的测定。测定范围:0.005%~0.150%。

2 方法原理

试样于聚四氟乙烯密封溶样器中,加盐酸恒温溶解后,在消电离剂钠离子和释放剂锶盐的存在下,使用一氧化二氮—乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 422.7nm 处测定氧化钙吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 钠溶液:称取 18.859 g 氯化钠(预先于 300℃ 烘干 2 h,并于干燥器(4.3)中冷却至室温),用适量水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钠。

3.3 氯化锶溶液:称取 100 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀,贮于聚乙烯瓶中。

3.4 铝基体溶液:称取 10.588 g 高纯铝屑(99.999%,预先用少许浓硝酸浸泡,用水洗去硝酸,以丙酮冲洗两次,晾干)置于 500 mL 烧杯中,加入 160 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$),1 滴纯汞,待剧烈反应停止后,将烧杯置于电加热板上缓慢加热至溶解完全,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40 mg 氧化铝。

3.5 氧化钙标准贮存溶液:称取 1.784 7 g 基准碳酸钙(预先在 250℃ 烘干 2 h,并于干燥器(4.3)中冷却至室温)置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 水和 20 mL 盐酸(3.1),待溶解完全后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

3.6 氧化钙标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存液(3.5),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氧化钙。

3.7 氧化钙标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.6),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 氧化钙(用时配制)。

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,附一氧化二氮—乙炔燃烧器及钙空心阴极灯。

凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,Ca 的特征浓度应不大于 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密性: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 0.8。

4.3 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h, 置于干燥器(4.3)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

称取 0.500 0 g 高纯氧化铝($\text{CaO} < 0.000 5\%$), 精确至 0.000 1 g, 随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯溶解器(4.1)的反应杯中, 加入 8.0 mL 盐酸(3.1), 盖严, 装入聚四氟乙烯密封溶解器(4.1)中, 加盖。将溶解器(4.1)装入钢套中, 上紧钢套盖。置于烘箱中升温至 $240^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, 保温 5 h, 取出, 自然冷却至室温。

6.4.2 取出反应杯, 将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 用水洗净反应杯, 洗涤液并入容量瓶中(当试料中氧化钙含量大于 0.06% 时, 用水稀释至刻度, 混匀。分取 20.00 mL 于 50 mL 的容量瓶中), 加入 5 mL 氧化锶溶液(3.3)、4 mL 钠溶液(3.2), 用水稀释至刻度, 混匀。

6.4.3 按仪器工作条件于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处, 使用一氧化二氮—乙炔火焰, 以水调零点, 试液与系列标准溶液同时测量其吸光度, 从对应基体浓度的工作曲线上查得相应的氧化钙浓度。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0.2, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.0, 40.0, 45.0, 50.0 mL 钙标准溶液(3.7)置于一组 50 mL 容量瓶中, 加入 12.5 mL 铝基溶液(3.4)、5 mL 氧化锶溶液(3.3) 4 mL 钠溶液(3.2), 用水稀释至刻度, 混匀。于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处, 以水调零, 测量其吸光度, 减去零浓度标准溶液的吸光度, 以氧化钙的浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氧化钙含量 $w(\text{CaO})(\%)$:

$$w(\text{CaO}) = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot V_2}{m_0 \cdot V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中:

C_1 ——自工作曲线上查得的氧化钙浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_2 ——自工作曲线上查得的随同试料空白溶液中氧化钙浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测量时试液的总体积, 单位为毫升(mL);

m_0 ——试样的质量, 单位为克(g);

V_1 ——分取试液体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——试液总体积, 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:

$w(\text{CaO})$	(%)	0.006 8	0.012	0.018
重复性限 r	(%)	0.001 2	0.002	0.004

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

%

$w(\text{CaO})$	允 许 差
0.005~0.010	0.003
>0.010~0.030	0.006
>0.030~0.060	0.010
>0.060~0.100	0.015
>0.10~0.15	0.03

9 质量保证与控制

分析时,应用国家标准样品或行业级标样,每周或每两周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。