

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 19 部分。

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山西分公司起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国铝业股份有限公司平果分公司参加起草。

本标准主要起草人:高风光、黄安平、贺誉清、董银宽、李彩贞。

本标准主要验证人:陈静、蒋炜、张炜华、杨韵屏。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准为首次发布。

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锂含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中氧化锂含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化锂含量的测定。测定范围：0.005%~0.040%。

2 方法原理

试样于聚四氟乙烯密封容器中，加盐酸恒温溶解，使用乙炔-空气贫燃火焰，于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处测量其吸光度。

大量的氧化铝基体和高钠对测定有影响，在系列标准溶液中加入等量的氧化铝和氧化钠以抵消其影响。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)：优级纯。

3.2 盐酸：(1+1)，优级纯。

3.3 氧化钠溶液：(1 mg/mL)。

3.4 铝基体溶液：称取 10.585 3 g 高纯铝($\geq 99.99\%$)，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 240 mL 盐酸(3.2)、1 滴纯汞，待剧烈反应停止后，将烧杯置于电热板上缓慢加热至完全溶解，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 氧化锂标准贮存溶液：称取 2.473 4 g 预先在 $280^{\circ}\text{C} \pm 100^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 并在干燥器中冷却至室温的碳酸锂(光谱纯)置于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(3.2)溶解，加热驱走 CO_2 气，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化锂。

3.6 氧化锂标准溶液：分取 50.00 mL 氧化锂标准贮存溶液(3.5)于 1 000 mL 容量瓶中，加入盐酸(3.2)5 mL，用水稀至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 氧化锂。

4 仪器、装置及器具

4.1 原子吸收光谱仪附锂空心阴极灯。(燃料气为乙炔，纯度 $\geq 99.99\%$)。

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，氧化锂的特征浓度不大于 $2.0 \mu\text{g/mL}$ 。

——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，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与最低段的吸光度之差之比，应不低于 0.7。

4.2 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 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 试样预先在 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h, 置于干燥器(4.2)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(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯密封溶样器(4.3)的反应杯中, 加入 8.0 mL 盐酸(3.2), 盖严, 装入聚四氟乙烯密封溶样器(4.3)中, 加盖, 将溶样器装入钢套中, 上紧钢套盖。置于烘箱中升温至 $240^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, 保温 6 h, 取出, 自然冷却至室温。

6.4.2 取出反应杯, 将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水洗净反应杯, 洗涤液并入容量瓶中, 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 670.8 nm 处, 用空气-乙炔贫燃火焰, 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锂浓度。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.50, 2.00 mL 氧化锂标准溶液(3.6)置于一组 50 mL 容量瓶中, 加入 6.25 mL 铝基体溶液(3.4)、1.25 mL 氧化钠溶液(3.3)、1.5 mL 盐酸(3.2), 用水稀释至刻度, 混匀。调整好仪器工作条件, 于波长 670.8 nm 处, 用空气-乙炔贫燃火焰测量吸光度, 以氧化锂浓度为横坐标, 以减去零浓度溶液的吸光度值为纵坐标, 绘制吸光度对浓度的工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氧化锂含量 $w(\text{Li}_2\text{O})(\%)$:

$$w(\text{Li}_2\text{O}) = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中:

C_1 ——自工作曲线上查得的样品中氧化锂浓度, 单位为微克/毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_2 ——自工作曲线上查得的空白中氧化锂浓度, 单位为微克/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)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:

$w(\text{Li}_2\text{O})$	(%)	0.009 4	0.026 6	0.034 8
重复性限	r (%)	0.000 8	0.000 5	0.000 4

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

%

$w(\text{Li}_2\text{O})$	允许差
0.005~0.010	0.001
>0.010~0.020	0.003
>0.020~0.040	0.005

9 质量保证与控制

每次分析或每年至少一次,应用标准样品或控制样品对本部分的有效性进行校核,当失效时应找出原因。纠正错误后重新进行校核。
