

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准第 20 部分。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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郑州研究院起草。

本标准由中国铝业股份有限公司广西分公司、中国铝业股份有限公司山西分公司参加起草。

本标准主要起草人:陈静、张炜华、张树朝、石磊。

本标准主要验证人:蒋炜、高风光、杨韵屏、黄安平。

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镁含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中氧化镁含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化镁含量的测定。测定范围：0.001%~0.025%。

2 方法原理

试料于聚四氟乙烯密封容器中，加盐酸恒温溶解，在释放剂锶盐存在下，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处测量其吸光度。

大量的氧化铝基体对测定有影响，在系列标准溶液中加入等量的氧化铝和释放剂锶盐减少其影响。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)：优级纯。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 氯化锶溶液(100 g/L)，称取 84 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)(3.3.1)，用水溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。

注：氯化锶提纯方法——称取约 500 g 分析纯(或化学纯)氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，放入 1 000 mL 烧杯中，加入 500 mL 水，加热溶解。继续加热浓缩至总体积 200 mL。取下，在冷水浴上冷却至约 50℃，加无水乙醇 600 mL ~700 mL，搅拌 10 min，静置 10 min。抽滤分离至近干。将沉淀物放回原烧杯，加无水乙醇洗涤数次。将沉淀物置于干净滤纸上，于 25℃ 下晾干。

3.4 铝基体溶液：称取 13.235 g 高纯铝屑(99.999%，预先用少量稀硝酸浸泡，用水洗去硝酸，以丙酮冲洗两次，晾干)置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 盐酸(3.1)，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 50 mg 氧化铝。

3.5 氧化镁标准贮存溶液：准确称取 1.000 0 g 基准氧化镁(预先经 800℃ 灼烧恒重)于 200 mL 烧杯中，加少量水，用 15 mL 盐酸(3.2)溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镁。

3.6 氧化镁标准溶液：分取 10.00 mL 氧化镁标准贮存溶液(3.5)于 1 000 mL 容量瓶中，加入盐酸(3.1)5 mL，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 氧化镁。用时配制。

4 仪器、装置及器具

4.1 原子吸收光谱仪，附空气-乙炔燃烧器及镁空心阴极灯。

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，氧化镁的特征浓度应不大于 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密性：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。

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℃±10℃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(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(3.1),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℃±3℃,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50 mL容量瓶中,用水洗净反应杯,洗涤液并入容量瓶中,加入10.0 mL氯化锶(3.3),用水稀释至刻度,混匀。当试料中氧化镁含量大于0.01%时将试液移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。分取20.00 mL于50 mL容量瓶中,加入5.0 mL氯化锶溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按仪器工作条件在原子吸收光谱仪上,于波长285.2 nm处,使用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零点,试液与系列标准溶液同时测量其吸光值,从对应基体浓度的工作曲线上查得相应的氧化镁浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 氧化镁含量在0.001%~0.01%范围内时,移取0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL氧化镁标准溶液(3.6)置于一组50 mL容量瓶中,加入10.00 mL铝基体溶液(3.4),10.0 mL氯化锶溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,以水调零点,测量其吸光度。以氧化镁浓度(μg/mL)为横坐标,以减去零浓度溶液后的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2 氧化镁含量在0.01%~0.025%时,移取0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL氧化镁标准溶液(3.6)置于一组50 mL容量瓶中,加入4.0 mL铝基体溶液(3.4),5.0 mL氯化锶溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,以水调零点,测量其吸光度。以氧化镁浓度(μg/mL)为横坐标,以减去零浓度溶液后的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氧化镁含量 $w(\text{MgO})(\%)$:

$$w(\text{MgO}) = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-4}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中:

C_1 ——自工作曲线上查得的试料中氧化镁浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

C_2 ——自工作曲线上查得的空白溶液中氧化镁浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——测量时试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,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差法求得:

$w(\text{MgO})(\%)$ 0.001 4 0.004 6 0.010 1 0.025

重复性限 $r(\%)$ 0.000 3 0.000 7 0.000 9 0.003

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

%

$w(\text{MgO})$	允许差
0.001 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.010 0	0.002 5
>0.010 0~0.025 0	0.004 0

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。