

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 630—2007

氧化铝化学分析方法 氧化铝杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods of alumina—
Determination of impurities in alumina—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司负责起草。

本标准由广州有色金属研究院、中国铝业股份有限公司郑州轻金属研究院参加起草。

本标准主要起草人：吴钢、全玉、黄健、梁倩、魏明献、董良、王振萍、王攀。

本标准主要验证人：熊晓燕、李跃平。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

氧化铝化学分析方法

氧化铝杂质含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了氧化铝中二氧化硅、三氧化二铁、氧化钠、氧化钾、氧化铜、氧化镁、氧化钙、三氧化二铬、五氧化二钒、氧化锌、二氧化钛、氧化锰、三氧化二镓含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中二氧化硅、三氧化二铁、氧化钠、氧化钾、氧化铜、氧化镁、氧化钙、三氧化二铬、五氧化二钒、氧化锌、二氧化钛、氧化锰、三氧化二镓含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

杂质	测定范围/%	杂质	测定范围/%
二氧化硅	0.005~0.30	三氧化二铬	0.000 3~0.10
三氧化二铁	0.005~0.30	五氧化二钒	0.000 2~0.10
氧化钠	0.01~1.30	氧化锌	0.000 4~0.10
氧化钾	0.004~0.30	二氧化钛	0.000 5~0.10
氧化铜	0.000 5~0.10	氧化锰	0.000 3~0.10
氧化镁	0.000 5~0.10	三氧化二镓	0.001~0.10
氧化钙	0.00 5~0.30	—	—

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(ISO 6353-1:1982 NEQ)

3 方法原理

在微波消解系统作用下,试料以硫酸高温高压消解,试液引入氩气等离子体中,在选定的最佳操作条件下,用电感耦合等离子光谱仪测定,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

4 试剂

4.1 氩气($\geq 99.99\%$)。

4.2 硫酸(1+2):优级纯。

4.3 硫酸(1+1):优级纯。

4.4 高纯铝($\geq 99.999\%$)。

4.5 铝基体溶液(20 mg/mL):称取 5.287 3 g 高纯铝(4.4)于 1 000 mL 烧杯中,加入 400 mL 硫酸(4.3),将烧杯置于电炉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,置于聚乙烯瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 20 mg 氧化铝。

4.6 标准贮存溶液:按 GB/T 602—2002 配制硅、铁、钠、钾、铜、镁、钙、铬、钒、锌、钛、锰、镓各元素的标

准溶液,其中硅、钾、钒、钛均为 100 $\mu\text{g/mL}$,铁、钠、铜、镁、钙、铬、锌、锰、镓均为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.7 混合标准溶液:移取铁、钙标准溶液(4.6)各 10.00 mL,钠标准溶液(4.6)50.00 mL,铜、镁、铬、锌、锰、镓标准溶液(4.6)各 5.00 mL,钒、钛标准溶液(4.6)各 50.00 mL,置于同一个 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入聚乙烯瓶中贮存。此溶液含铁、钙均为 40 $\mu\text{g/mL}$,含钠为 200 $\mu\text{g/mL}$,含铜、镁、铬、钒、锌、钛、锰、镓均为 20 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体光谱仪:氩等离子体光源。

5.2 干燥器:用新活性氧化铝做干燥剂。

5.3 微波消解仪:额定温度 300 $^{\circ}\text{C}$,消解罐体积 100 mL。

5.4 电子天平:感量为 0.000 1 g。

5.5 烘箱:300 $^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

6 试样

6.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

6.2 试样应在 300 $^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘箱中(5.5)烘 2 h,置于干燥器(5.2)中冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.200 0 g 试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 分析试液的制备

将试料置于聚四氟乙烯消解罐中,加入 12.0 mL 硫酸(4.2)于微波消解仪中在 242 $^{\circ}\text{C}$ 消解至试样完全溶解,取出消解罐,冷却至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水洗净消解罐,洗液并入容量瓶并稀释至刻度,混匀。

7.5 标准系列溶液的配制

7.5.1 移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL,10.00 mL 混合标准溶液(4.7)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,置于聚乙烯瓶中贮存。

7.5.2 移取 1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL,10.00 mL 硅标准溶液(4.6)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,置于聚乙烯瓶中贮存。

7.5.3 移取 1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL,10.00 mL 钾标准溶液(4.6)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,置于聚乙烯瓶中贮存。

7.6 测定

在选定的仪器最佳工作条件下,测定标准系列溶液(7.5)和分析试液(7.4)。

8 测定结果的计算

将标准系列溶液的含量直接输入相应计算机软件系统,根据标准系列溶液和分析试液的强度值,由计算机计算、校正并输出分析试液中待测元素的浓度($\mu\text{g/mL}$),并按公式(1)计算待测氧化物的质量分数:

$$w(\text{MeO}) = \frac{C_{\text{Me}} \cdot V \cdot n \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

C_{Me} ——仪器计算的分析试液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——分析试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

n ——各氧化物与其单质换算系数(如果标准溶液以氧化物计, $n=1$)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的测定值。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:

表 2

氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%	氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%
二氧化硅	0.012 4	0.001 5	三氧化二铬	0.000 7	0.000 2
	0.029 1	0.002 3		0.002 3	0.000 3
	0.055 6	0.002 8		0.004 0	0.000 4
三氧化二铁	0.007 8	0.001 0	五氧化二钒	0.000 8	0.000 2
	0.017 1	0.002 1		0.002 3	0.000 3
	0.045 7	0.002 5		0.003 9	0.000 4
氧化钠	0.289	0.018	氧化锌	0.002 8	0.000 3
	0.416	0.021		0.016 6	0.001 6
	0.602	0.030		0.036 9	0.002 0
氧化钾	0.009 4	0.001 7	二氧化钛	0.000 9	0.000 2
	0.021 9	0.002 7		0.002 3	0.000 4
	0.078 9	0.006 3		0.003 8	0.000 5
氧化铜	0.001 3	0.000 3	氧化锰	0.000 9	0.000 2
	0.003 0	0.000 4		0.002 8	0.000 3
	0.005 0	0.000 5		0.004 9	0.000 4
氧化镁	0.002 7	0.000 3	三氧化二镓	0.009 2	0.000 4
	0.006 9	0.000 5		0.013 4	0.000 6
	0.013 7	0.001 3		0.040 5	0.001 7
氧化钙	0.017 0	0.001 7	—	—	—
	0.026 1	0.001 9		—	—
	0.049 5	0.002 5		—	—

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 列出的允许差。

表 3

氧化物	质量分数/%	允许差/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
二氧化硅	0.005 0~0.010	0.003 5	氧化铜	0.000 5~0.100	0.000 15
	0.010~0.030	0.005	氧化镁	0.000 5~0.100	0.003
	0.030~0.060	0.007	三氧化二铬	0.000 3~0.100	0.000 5
	0.060~0.100	0.010	五氧化二钒	0.000 2~0.100	0.000 8
	0.100~0.150	0.012	氧化锌	0.000 4~0.100	0.003
	0.150~0.300	0.016	二氧化钛	0.000 5~0.100	0.002
			氧化锰	0.000 3~0.100	0.005
三氧化二铁	0.005~0.015	0.004	氧化钙	0.005~0.010	0.003
	0.015~0.030	0.005		0.010~0.030	0.060
	0.030~0.060	0.006		0.030~0.060	0.010
	0.060~0.100	0.010		0.060~0.100	0.015
	0.100~0.300	0.015		0.10~0.300	0.03
氧化钠	0.010~0.04	0.008	三氧化二镓	0.001~0.005	0.001
	0.04~0.15	0.02		0.005~0.030	0.002
	0.15~0.40	0.05		0.030~0.060	0.003
	0.40~0.70	0.06		0.060~0.100	0.005
	0.70~1.30	0.07			
氧化钾	0.004 0~0.010	0.001 8			
	0.010~0.020	0.004			
	0.020~0.040	0.007			
	0.040~0.080	0.010			
	0.080~0.300	0.015			

10 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当实验异常时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用全谱直读等离子体光谱仪测定氧化铝中杂质元素,推荐分析线见表 A.1。

表 A.1

元素	Si	Fe	Na	K	Cu	Mg	Ca
分析线/nm	251.612	259.940	589.592	766.491	324.754	280.271	393.366
元素	Cr	V	Zn	Ti	Mn	Ga	—
分析线/nm	267.716	292.464	213.856	334.941	257.610	294.364	—

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
氧化铝化学分析方法
氧化铝杂质含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 630—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

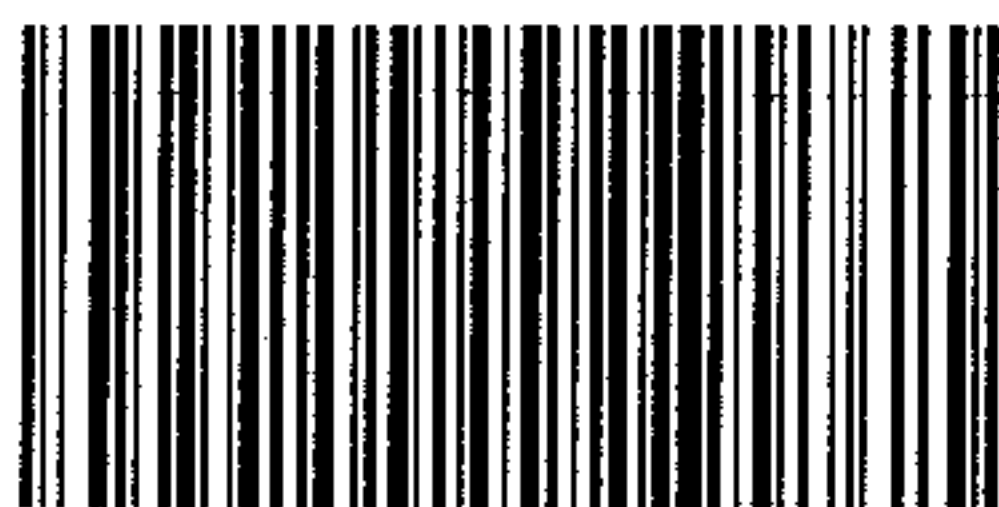
*

书号:155066·2-17873 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 630-2007