

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 629.3—2007

---

## 高纯氧化铝化学分析方法 氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

**Chemical analysis methods of high purity alumina—  
Determination of sodium oxide—  
Flame atomic absorption spectrophotometric 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

YS/T 629《高纯氧化铝化学分析方法》共分为 5 个部分：

——YS/T 629.1《二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法》；

——YS/T 629.2《三氧化二铁含量的测定 甲基异丁酮萃取邻二氮杂菲光度法》；

——YS/T 629.3《氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

——YS/T 629.4《氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

——YS/T 629.5《氧化钙、氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

本部分为第 3 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司、中国铝业股份有限公司广西分公司参加起草。

本部分主要起草人：张炜华、石磊、王淑华、李瑾。

本部分主要验证人：祁彦利、田蕊、韦锋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

# 高纯氧化铝化学分析方法

## 氧化钠含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本部分规定了高纯氧化铝中氧化钠含量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铝中氧化钠含量的测定。测定范围:0.001%~0.010%。

#### 2 方法原理

试料在聚四氟乙烯密封溶样器中用盐酸恒温溶解后,加入氯化铯做电离抑制剂,用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪 589.0 nm 处测定氧化钠量。

#### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),高纯。

3.2 盐酸(3+1)。

3.3 氯化铯溶液(25 g/L):称取 5 g 氯化铯(光谱纯)溶于 200 mL 水中,混匀。贮于塑料瓶中。

3.4 氧化铝基体溶液(100 mg/mL):称取 26.436 3 g 高纯铝( $\geq$ 99.99%)于 1 000 mL 烧杯中,加入 360 mL 盐酸(3.1),加入 1 滴高纯汞助溶,待反应平静后,缓慢加热溶解,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.5 氯化钠:基准氯化钠置于铂坩埚中,于 500℃灼烧 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.6 氧化钠标准贮存溶液:称取 0.377 2 g 氯化钠(3.5)于 150 mL 烧杯中,用水溶解,移入 200 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 1.0 mg 氧化钠。

3.7 氧化钠标准溶液:移取 10.00 mL 氧化钠标准贮存溶液(3.6)置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,保存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 氧化钠(用时现配)。

3.8 分析用水为二次去离子水再经石英亚沸蒸馏器蒸馏。

#### 4 仪器

4.1 烘箱:300℃ $\pm$ 3℃。

4.2 干燥器:用新活性氧化铝作为干燥剂。

4.3 原子吸收光谱仪,附空气-乙炔燃烧器和钠空心阴极灯。凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可以使用:

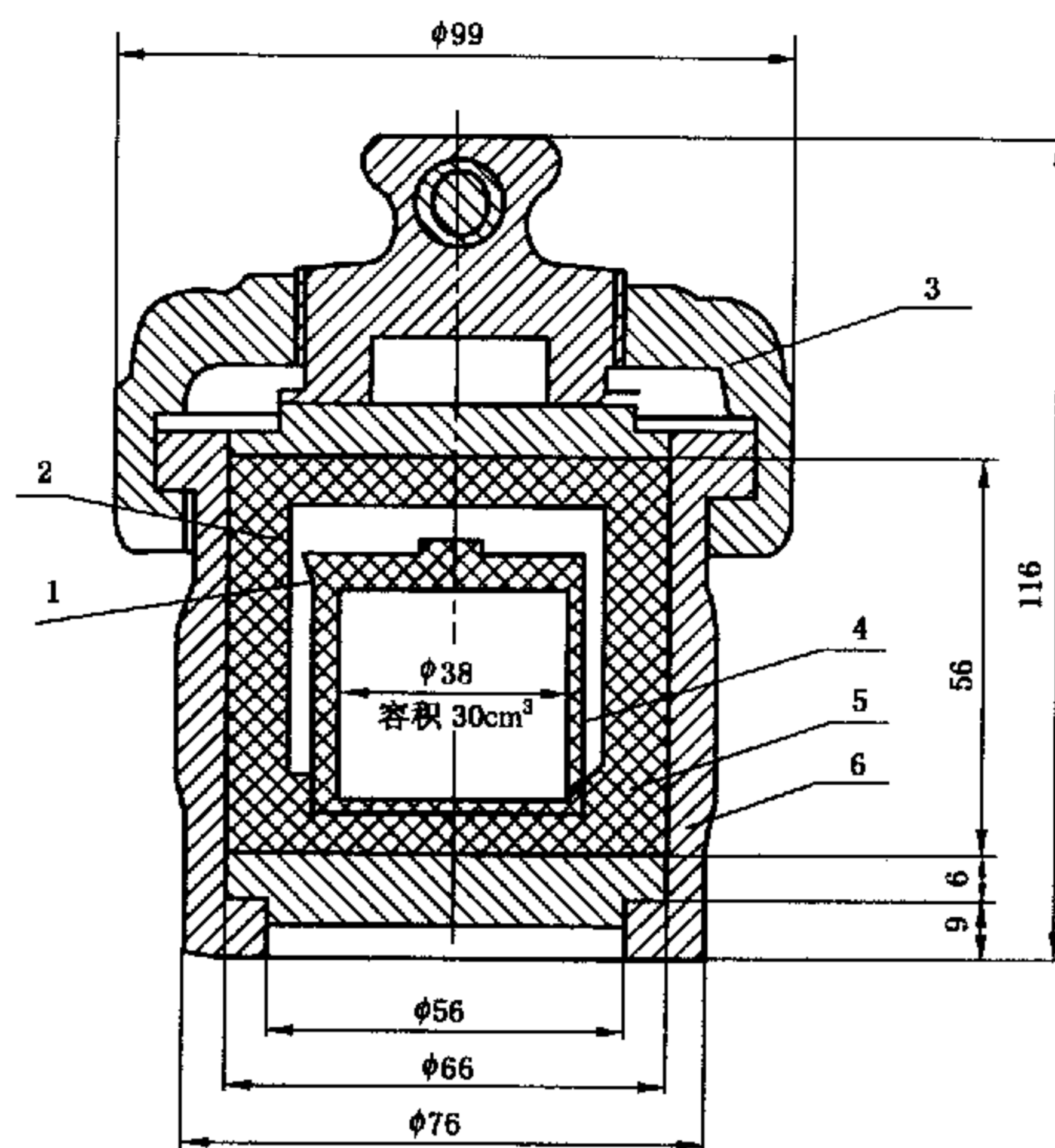
——特征浓度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,氧化钠的特征浓度应不大于 0.015  $\mu$ g/mL。

——精密度: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 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)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 0.7。

——仪器工作条件参见附录 A。

4.4 聚四氟乙烯密封溶样器:30 mL,见图 1。



- 1——反应杯盖;
- 2——溶样器盖;
- 3——钢套盖;
- 4——反应杯;
- 5——溶样器;
- 6——钢套。

图 1 聚四氟乙烯密封溶样器

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(4.4)的反应杯中, 加入 8.0 mL 盐酸(3.2), 盖好盖, 放入聚四氟乙烯密封溶样器(4.4)中, 加盖, 将溶样器置于钢套中, 拧紧盖后置于烘箱(4.1)中, 升温至  $238^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , 保温 6 h。

6.4.2 关闭烘箱电源, 自然冷却至室温。取出聚四氟乙烯反应杯, 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,加入 2.0 mL 氯化铯溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 将所测得试样溶液的吸光度,减去随同试剂空白溶液的吸光度后,在工作曲线上查出相当的氧化钠浓度,计算试样中氧化钠的质量分数。

### 6.5 工作曲线的绘制

于一组 50 mL 的容量瓶中分别加入 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 氧化钠标准溶液(3.7),加入 5.0 mL 氧化铝基体溶液(3.4)和 4.0 mL 盐酸(3.2),加入 2.0 mL 氯化铯溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。将试液连同曲线溶液一起在原子吸收光谱仪(4.3)上波长 589.0 nm 处,以水调零,测定其吸光度。减去零浓度溶液的吸光度,以标准溶液中氧化钠浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 测定结果的计算

按公式(1)计算氧化钠的质量分数:

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{Na}_2\text{O})$ ——氧化钠的质量分数, %;

$c_1$ ——自工作曲线上查出的试液中氧化钠质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$c_2$ ——自工作曲线上查出的随同试样空白溶液的氧化钠质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料的质量,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差法求得:

|             |         |         |         |
|-------------|---------|---------|---------|
| 氧化钠质量分数/%   | 0.002 0 | 0.004 5 | 0.009 5 |
| 重复性限 $r$ /% | 0.000 2 | 0.000 5 | 0.001 0 |

### 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

| 氧化钠质量分数/%       | 允许差/%   |
|-----------------|---------|
| 0.001 0~0.003 0 | 0.000 2 |
| >0.003 0~0.060  | 0.000 5 |
| >0.006 0~0.010  | 0.001 0 |

## 9 质量保证和控制

应用标准样品或控制样品,每月至少对本部分的有效性校核一次。当失效时应找出原因,纠正后重新进行校核。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

使用原子吸收光谱仪测定氧化钠时的工作条件可参考表 A.1。

表 A.1

| 波长/nm | 灯电流/mA | 单色器通带/nm | 燃烧器高度/mm | 乙炔流量/(L/min) | 雾化提升时间/s |
|-------|--------|----------|----------|--------------|----------|
| 589.0 | 6.0    | 0.2      | 7        | 1.1          | 4        |



YS/T 629.3-2007

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-17870

定价: 10.00 元