

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 629.4—2007

高纯氧化铝化学分析方法 氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of high purity alumina—
Determination of potassium 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 4 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、李跃平。

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

氧化钾含量的测定

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钾含量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铝中氧化钾含量的测定。测定范围：0.000 5%~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 766.5 nm 处测定氧化钾量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 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 氯化钾：将基准氯化钾置于铂坩埚中，于 500℃ 灼烧 2 h，置于干燥器(4.2)中冷却至室温。

3.6 氧化钾标准贮存溶液：称取 0.158 3 g 氯化钾(3.5)溶于水中，移入 100 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 氧化钾。

3.7 氧化钾标准溶液：移取 10.00 mL 氧化钾标准贮存溶液(3.6)置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，保存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 氧化钾(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：用新活性氧化铝作干燥剂。

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

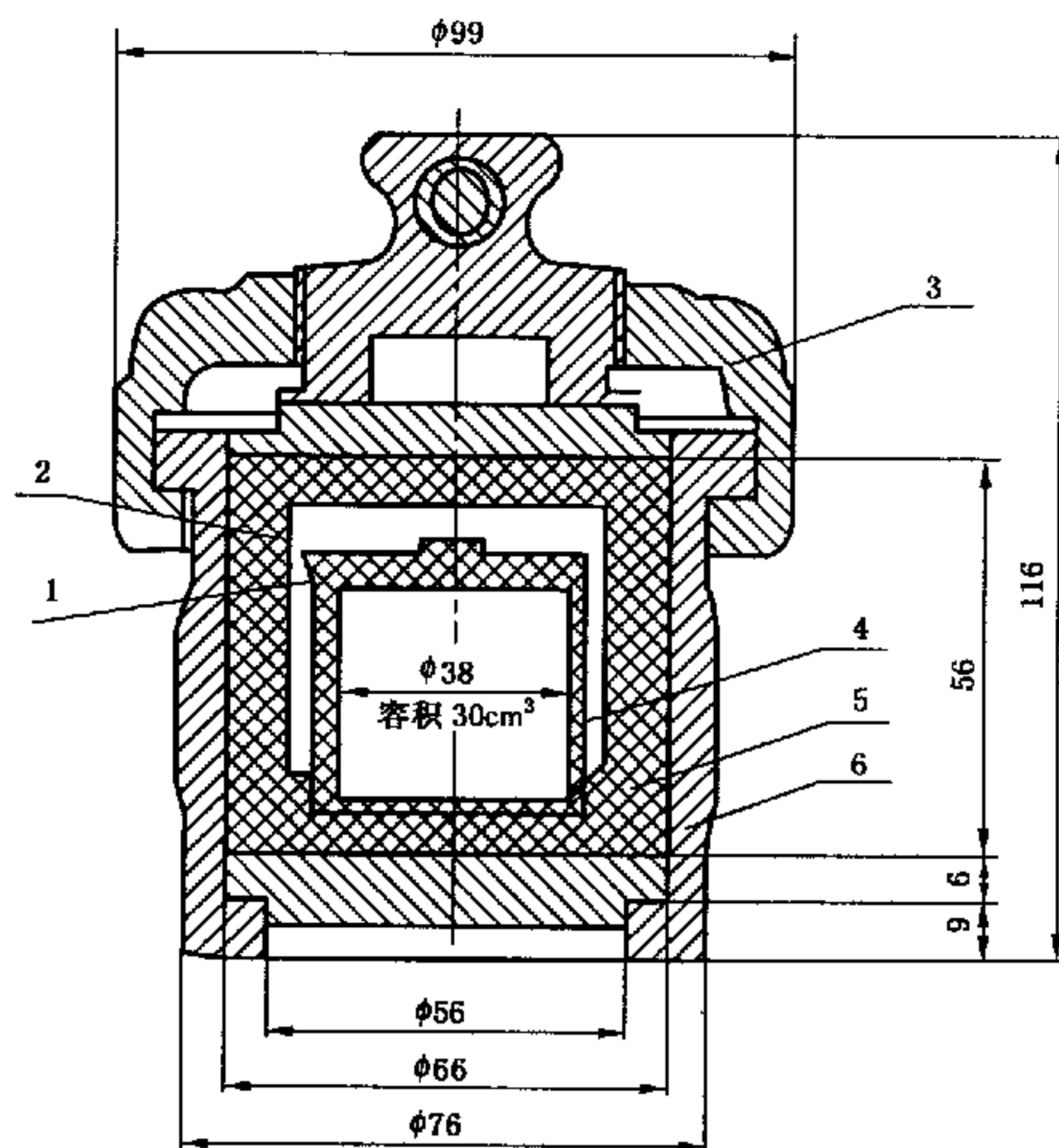
——特征浓度：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，氧化钾的特征浓度应不大于 0.015 μ g/mL。

——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 1.000 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 10.0 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 将所测得试料溶液的吸光度,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,计算试样中氧化钾的质量分数。

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 氧化钾标准溶液(3.7),加入 10.0 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 766.5 nm 处,以水调零,测定其吸光度。减去零浓度溶液的吸光度,以标准溶液中氧化钾浓度为横坐标,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)计算氧化钾的质量分数:

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

式中:

$w(\text{K}_2\text{O})$ ——氧化钾的质量分数, %;

c_1 ——自工作曲线上查得的试液中氧化钾质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

c_2 ——自工作曲线上查得的随同试样空白溶液的氧化钾质量浓度,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:

氧化钾质量分数/%	0.001 2	0.005 0	0.008 1
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

氧化钾质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.003 0	0.000 2
>0.003 0~0.006 0	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钾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
766.5	8.0	0.5	7.0	1.2	4



YS/T 629.4—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-17871

定价: 10.00 元