



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.5—2004
代替 GB/T 6609.5—1986

氧化铝化学分析方法和 物理性能测定方法 氧化钠含量的测定

Chemical analysis methods and determination
of physical performance of alumina—
Determination of sodium oxide content

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 5 部分。

本标准有两个方法,方法 1 为仲裁方法,是对 GB/T 6609.5—1986《氧化铝化学分析方法 火焰光度法测定氧化钠量》的重新确认,除进行编辑性整理外,其内容基本没有变化;方法 2 是新制定的,根据我国的实际情况和便于使用,参照日本 JIS 标准的方法,采用火焰原子吸收光谱法测定。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.5—1986。

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负责归口。

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。

本标准方法 1 由中国铝业股份有限公司山东分公司起草。

本标准方法 2 由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本标准方法 2 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山东分公司、中国铝业股份有限公司贵州分公司参加起草。

本标准方法 1 主要起草人:项庆煜、屈谓年、李勇。

本标准方法 2 主要起草人:李成霞、李春潮、任联营、王新亮、李兰英。

本标准方法 2 主要验证人:张炜华、田蕊、陈静、王倩。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.5—1986。

氧化铝化学分析方法和
物理性能测定方法
氧化钠含量的测定

方法 1 火焰光度法

1 范围

本标准规定了氧化铝中氧化钠量的测定方法。
本标准适用于氧化铝中氧化钠量的测定。测定范围:0.01%~1.20%。

2 方法原理

试样用硼酸、淀粉高温熔结,使钠转变为硼酸盐,用水浸出后,分离不溶物。加入正丁醇做增感剂,用火焰光度法测定氧化钠量。

3 试剂

- 3.1 硼酸:优级纯。
- 3.2 氯化钠:将基准氯化钠置于铂坩锅中,于 500℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.4)中,冷却至室温。
- 3.3 氯化钾:将基准氯化钾置于铂坩锅中,于 500℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.4)中,冷却至室温。
- 3.4 淀粉:如空白值较高,用倾泻法以水反复洗涤提纯后,用无水乙醇洗涤二次,晾干,研细后备用。
- 3.5 盐酸(1+19)。
- 3.6 硼酸溶液(29 g/L)。
- 3.7 正丁醇:将 500 mL 正丁醇置于 1 000 mL 分液漏斗中,加入 150 mL 水,震荡 3 min,分层后,弃去水相。再用水萃取二次(每次用水约 75 mL)。
- 3.8 氧化钠、氧化钾标准溶液:称取 1.885 9 g 氯化钠(3.3)及 0.158 3 g 氯化钾(3.3)溶于水中,移入 1 000 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 mg 氧化钠及 0.1 mg 氧化钾。
- 3.9 氧化钠、氧化钾标准溶液:移取 50.00 mL 氧化钠、氧化钾标准溶液(3.8)于 500 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 0.1 mg 氧化钠及 0.01 mg 氧化钾。
- 3.10 氧化钠、氧化钾工作溶液:于一组 1 000 mL 容量瓶中,按表 1 加入氧化钠、氧化钾标准溶液(3.8 或 3.9),依次加入 300 mL 硼酸溶液(3.6)及 70 mL 正丁醇(3.7),加水至 950 mL 左右,振荡,使正丁醇溶解后,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。

表 1

加入氧化钾、氧化钠标准溶液 (3.8)量/mL	加入氧化钾、氧化钠标准溶液 (3.9)量/mL	工作溶液中氧化钠的浓度/ (mg/50 mL)	工作溶液中氧化钾的浓度/ (mg/50 mL)
0	0	0	0
—	10.00	0.05	0.005
—	30.00	0.15	0.015

表 1 (续)

加入氧化钾、氧化钠标准溶液 (3.8)量/mL	加入氧化钾、氧化钠标准溶液 (3.9)量/mL	工作溶液中氧化钠的浓度/ (mg/50 mL)	工作溶液中氧化钾的浓度/ (mg/50 mL)
—	50.00	0.25	0.025
10.00	—	0.50	0.05
15.00	—	0.75	0.075
20.00	—	1.00	0.10
30.00	—	1.5	0.15
40.00	—	2.0	0.20
50.00	—	2.5	0.25

4 仪器、装置及器具

- 4.1 铂坩埚:30 mL,带盖。
- 4.2 高温炉:1 100℃±20℃。
- 4.3 火焰光度计:乙炔-空气火焰。
- 4.4 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。
- 4.5 烧杯:150 mL,95 玻璃。

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(4.4)中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 2 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 2

氧化钠含量/%	试料/g	试剂量/g	
		硼酸	淀粉
0.01~0.10	1.000 0	1.830	0.800
0.10~1.20	0.500 0	1.500	0.500

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)置于铂坩埚(4.1)中,按表 2 加入熔剂量,搅匀,盖上坩埚盖,置于高温炉(4.2)中。从室温升温至 1 100℃±20℃,保温 10 min,取出。

6.4.2 将坩埚置于电热板低温处,加入沸水,加热至近沸,使熔块松动,将熔块及溶液移至 150 mL 烧杯(4.5)中,用擦棒将坩埚壁上的沉淀擦下,并用热水洗净,洗涤液并入烧杯中,控制溶液体积不超过 70 mL。将烧杯置于电热板上加热至微沸,用平头玻璃棒将熔块压细,保持微沸 10 min,取下,置于冷水

槽中冷却至室温。将溶液及沉淀移至 100 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗涤液并入容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。用中速定量滤纸过滤[滤纸及漏斗预先用盐酸(3.5)及热水洗涤 4~5 次],再用初始部分滤液洗涤 2~3 次。

6.4.3 移取 40.00 mL 滤液于 50 mL 容量瓶中,加入 3.5 mL 正丁醇(3.7),振荡,使正丁醇混匀,用水稀释至刻度,混匀(此溶液也可用于测定氧化钾量)。

6.4.4 将试液和氧化钠、氧化钾系列标准溶液同时于火焰光度计(4.3)波长 589 nm~590 nm 处,按照所用仪器的特性,选择适宜的测量条件,以水调零,测量钠的发射强度并减去随同试料空白溶液的发射强度,由工作曲线上查出相应的氧化钠量。

6.5 工作曲线的绘制

将氧化钠、氧化钾工作溶液(3.10)与试液同时于火焰光度计上波长 589 nm~590 nm 处,以水调零,测量钠的吸光度。以工作溶液中钠的吸光度减去“零”浓度标准溶液中钠的吸光度后,以氧化钠含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算氧化钠含量 $w(\text{Na}_2\text{O})(\%)$:



$$w(\text{Na}_2\text{O}) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1 \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得的氧化钠量,单位为毫克(mg);
- m_0 ——试样的质量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——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:

$w(\text{Na}_2\text{O})$	(%)	0.044	0.275	0.932
重复性限 r	(%)	0.003 7	0.013	0.045

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 %

$w(\text{Na}_2\text{O})$	允许差
0.010~0.040	0.008
>0.04~0.15	0.02
>0.15~0.40	0.05
>0.40~0.70	0.06
>0.70~1.20	0.07

9 质量保证与控制

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

方法2 火焰原子吸收光谱法

10 范围

本标准规定了氧化铝中氧化钠含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化钠含量的测定。测定范围:0.01%~1.20%。

11 方法原理

试料用硫酸-磷酸混合酸在石英烧杯中加热溶解,用水稀释后,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪 589.0 nm 处测定氧化钠的吸光度。

12 试剂

12.1 纯铝($\geq 99.99\%$)。

12.2 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。

12.3 磷酸($\rho 1.69$ g/mL)。

12.4 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。

12.5 铝基体溶液:称取 3.306 g 纯铝(12.1)于 500 mL 石英烧杯中,加入 125 mL 磷酸(12.3),25 mL 硫酸(12.4),盖上表皿,于电炉(13.2)上边摇边加热溶解试料。待试料完全溶解后,立即取下冷却至 40℃~70℃,用热水冲洗表皿,洗涤液并入原烧杯中。再用热水将试液洗入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至溶液体积约为 400 mL,混匀,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 12.5 mg 氧化铝。

12.6 氧化钠标准贮存溶液:称取 0.377 2 g 氯化钠(12.2)于 100 mL 烧杯中,用水溶解,移入 2 000 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 0.1 mg 氧化钠。

13 仪器、装置及器具

13.1 石英烧杯:50 mL。

13.2 电炉:加垫耐火板。

13.3 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

13.4 原子吸收光谱仪,附钠空心阴极灯。

凡能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 $\mu\text{g/mL}$ 。

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。

14 试样

14.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

14.2 试样预先在 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h, 置于干燥器(13.3)中冷却至室温。

15 分析步骤

15.1 试料

称取 0.250 0 g 试样(14), 精确至 0.000 1 g。

15.2 测定次数

独立地进行二次测定, 取其平均值。

15.3 空白试验

随同试料(15.1)做空白试验。

15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)[空白试验称取 0.132 3 g 纯铝(12.1)]置于 50 mL 石英烧杯中, 加入 5.0 mL 磷酸(12.3)和 1.0 mL 硫酸(12.4), 盖上表皿, 在电炉(13.2)上边摇边加热溶解。待试料完全溶解后, 立即取下冷却至 $40^{\circ}\text{C} \sim 70^{\circ}\text{C}$, 用热水冲洗表皿, 洗涤液并入原烧杯中。再用热水将试液洗入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至溶液体积约为 200 mL, 混匀, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀。

15.4.2 按仪器工作条件在原子吸收光谱仪上, 于波长 589.0 nm 处, 使用空气-乙炔火焰, 以水调零, 试液(15.4.1)与标准溶液同时, 测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的氧化钠量。

15.5 工作曲线的绘制

氧化钠量为 0.010%~0.20%之间时, 移取 0.1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 氧化钠标准贮存溶液(12.6); 氧化钠量为 0.20%~1.20%之间时, 移取 0.5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00 mL 氧化钠标准贮存溶液(12.6), 置于一组已加入 20.0 mL 铝基体(12.5)的 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至溶液体积约为 200 mL, 混匀, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀, 贮存于聚乙烯瓶中。

在原子吸收光谱仪上, 以水调零, 测量吸光度, 减去“零”浓度溶液的吸光度。以系列标准溶液的浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

16 分析结果的计算

按公式(2)计算氧化钠含量 $w(\text{Na}_2\text{O})(\%)$:

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——试料的质量, 单位为克(g);

m_1 ——试料溶液在工作曲线上查得氧化钠的质量, 单位为毫克(mg);

m_0 ——空白溶液在工作曲线上查得氧化钠的质量, 单位为毫克(mg)。

17 精密度

17.1 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:

$w(\text{Na}_2\text{O})(\%)$ 0.067 8 0.264 0.490

重复性限 $r(\%)$ 0.006 0 0.013 0.031

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4 %

$w(\text{Na}_2\text{O})$	允 许 差
0.010~0.040	0.008
$>0.040\sim0.15$	0.02
$>0.15\sim0.40$	0.05
$>0.40\sim0.70$	0.06
$>0.70\sim1.20$	0.07

18 质量保证与控制



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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法
氧化钠含量的测定

GB/T 6609.5—2004

*

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

<http://www.bzcbs.com>

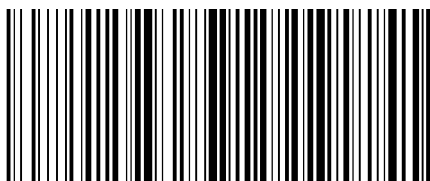
电话:63787337、63787447

2004年6月第一版 2005年1月电子版制作

*

书号:155066·1-20941

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 6609.5—2004