

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 630—2016
代替 YS/T 630—2007

氧化铝化学分析方法 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis method of alumina—
Determination of impurities in alumina—
ICP-AES analytical method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 YS/T 630—2007《氧化铝化学分析方法 氧化铝杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。与 YS/T 630—2007 相比,本标准主要技术变化如下:

- 增加了聚四氟乙烯密封溶样器溶样法;
- 增加了锂、铍、硼三种元素的检测;
- 增加了硫酸使用等级;
- 增加了一种检测用水;
- 增加了一种标准贮存溶液;
- 增加了标准工作曲线的个数至 5 个(除空白);
- 增加了锂、铍、硼三种元素的重复性限和允许差;
- 删除附录 A;

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准起草单位:中国铝业股份有限公司河南分公司、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、中铝山东有限公司。

本标准主要起草人:艾葵、赵亚伟、商继先、王攀、白鹏程、董良、薛宁、石磊、田蕊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 630—2007。

氧化铝化学分析方法

杂质元素含量的测定

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的二氧化硅、三氧化二铁、氧化钠、氧化钾、氧化铜、氧化镁、氧化钙、三氧化二硼、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、氧化锂、氧化铍等杂质元素含量的测定方法。

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、三氧化二硼、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、氧化锂、氧化铍等杂质元素含量的测定。测定范围见表 1。

表 1 测定范围

杂质元素	测定范围(质量分数)/%	杂质元素	测定范围(质量分数)/%
二氧化硅	0.005~0.30	三氧化二铬	0.000 3~0.10
三氧化二铁	0.003~0.30	五氧化二钒	0.000 2~0.10
氧化钠	0.001~1.30	氧化锌	0.000 3~0.10
氧化钾	0.002~0.30	二氧化钛	0.000 3~0.10
氧化铜	0.000 3~0.10	氧化锰	0.000 3~0.10
氧化镁	0.000 3~0.10	三氧化二镓	0.000 3~0.10
氧化钙	0.005~0.30	氧化锂	0.000 2~0.20
三氧化二硼	0.002~0.30	氧化铍	0.000 2~0.20

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

3 方法提要

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杂质元素含量,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

4 试剂及材料

4.1 氩气(纯度 $\geq 99.99\%$)。

4.2 硫酸(1+2):优级纯或 UP 级。

4.3 硫酸(1+1):优级纯或 UP 级。

4.4 高纯铝($\geq 99.999\%$)。

4.5 去离子水或超纯水。

4.6 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。

4.7 标准贮存溶液

4.7.1 按 GB/T 602 分别配制硅、铁、钠、钾、铜、镁、钙、铬、钒、锌、钛、锰、镓、铷、铍、硼各元素的标准溶液,其中硅、钾、钒、钛均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,铁、钠、铜、镁、钙、铬、锌、锰、镓、铷、铍、硼均为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.7.2 国家标准物质样品溶液:硅、钾、钒、钛均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,铁、钠、铜、镁、钙、铬、锌、锰、镓、铷、铍、硼均为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.8 混合标准溶液:移取铁、钙标准溶液(4.7)各 10.00 mL,钠标准溶液(4.7)50.00 mL,铜、镁、铬、锌、锰、镓、铷、铍、硼标准溶液(4.7)各 5.00 mL,钒、钛标准溶液(4.7)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 $\mu\text{g}/\text{mL}$,含钠为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$,含铜、镁、铬、钒、锌、钛、锰、镓、铷、铍、硼均为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体光谱仪(ICP-AES)。

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 聚四氟乙烯密封溶样器(高压釜)。

5.5 电子天平:感量为 0.000 1 g。

5.6 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(5.6)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 0.2 g 试样(第 6 章),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

7.4.1 将试料(7.1)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(5.3)中至试样完全溶解,取出消解罐,冷却至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 将试料(7.1)置于聚四氟乙烯反应杯中,加入 12.0 mL 硫酸(4.2),盖严。再将反应杯放入溶样器中加盖。置于烘箱中升温至 $240\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温 6 h,取出,自然冷却至室温,取出反应杯,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.5 标准系列溶液的配制

7.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硅标准溶液(4.7)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀,置于聚乙烯瓶中贮存。

7.5.2 移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液(4.7)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀,置于聚乙烯瓶中贮存。

7.5.3 移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液(4.8)置于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 铝基体溶液(4.6),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($\mu\text{g}/\text{mL}$),按式(1)计算出各待测元素的质量分数:

$$w_{(\text{MeO})} = \frac{c_{\text{Me}} \cdot V \cdot n \times 10^{-4}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w_{(\text{MeO})}$ ——待测元素的质量分数, %;

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($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测定溶液的体积,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。在表 2 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 按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

杂质元素	质量分数/%	重复性限 r /%	杂质元素	质量分数/%	重复性限 r /%
二氧化硅	0.008 1	0.001 7	三氧化二铬	0.001 8	0.000 1
	0.071	0.002 3		0.012 2	0.000 3
	0.172	0.002 8		0.051 2	0.000 3
三氧化二铁	0.007 7	0.000 3	五氧化二钒	0.001 6	0.000 1
	0.057	0.001 7		0.012 2	0.000 2
	0.210	0.002 3		0.016 4	0.000 2
氧化钠	0.26	0.021	氧化锌	0.004 9	0.000 3
	0.92	0.043		0.013	0.002 8
	1.01	0.021		0.096	0.002 3
氧化钾	0.006 1	0.000 4	二氧化钛	0.003 4	0.000 3
	0.052	0.002 3		0.008 2	0.000 5
	0.099	0.002 5		0.097	0.002 3
氧化铜	0.006 1	0.000 1	氧化锰	0.000 5	0.000 3
	0.009	0.000 1		0.000 8	0.000 3
	0.049 5	0.000 1		0.051	0.002 3
氧化镁	0.016	0.002 3	三氧化二镍	0.010	0.002 3
	0.058	0.002 5		0.016	0.002 3
	0.098	0.002 3		0.099	0.002 8
氧化钙	0.034	0.001 9	氧化锂	0.006 5	0.000 3
	0.100	0.002 5		0.041	0.002 3
	0.224	0.002 3		0.200	0.002 5
三氧化二硼	0.010	0.002 3	氧化铍	0.000 8	0.000 1
	0.060	0.002 3		0.001 4	0.000 3
	0.217	0.001 1		0.052	0.000 8

注：重复性限 r 为 $2.83 \times s_r$, 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 所列允许差。

表 3 允许差

杂质元素	质量分数/%	允许差/%	杂质元素	质量分数/%	允许差/%
二氧化硅	0.005 0~0.010	0.003 5	氧化钙	0.005~0.010	0.003
	0.010~0.030	0.005		0.010~0.030	0.060
	0.030~0.060	0.007		0.030~0.060	0.010
	0.060~0.100	0.010		0.060~0.100	0.015
	0.100~0.150	0.012		0.100~0.300	0.030
	0.150~0.300	0.016		0.002~0.010	0.002
三氧化二铁	0.003 0~0.015	0.004	三氧化二硼	0.010~0.100	0.004
	0.015~0.030	0.005		0.100~0.300	0.007
	0.030~0.060	0.006		三氧化二铬	0.000 3~0.100
	0.060~0.100	0.010	五氧化二钒	0.000 2~0.100	0.000 8
	0.100~0.300	0.015	氧化锌	0.000 3~0.100	0.003
氧化钠	0.001 0~0.040	0.008	二氧化钛	0.000 3~0.100	0.002
	0.040~0.150	0.020	氧化锰	0.000 3~0.100	0.005
	0.150~0.400	0.050	三氧化二镍	0.000 3~0.005	0.001
	0.400~0.700	0.060		0.005~0.030	0.002
	0.700~1.30	0.07		0.030~0.060	0.003
0.060~0.100				0.005	
氧化钾	0.002 0~0.010	0.001 8	氧化锂	0.000 2~0.001	0.000 2
	0.010~0.020	0.004		0.001~0.010	0.004
	0.020~0.040	0.007		0.010~0.100	0.006
	0.040~0.080	0.010		0.100~0.200	0.030
	0.080~0.300	0.015			
氧化铜	0.000 3~0.100	0.000 15	氧化铍	0.000 2~0.200	0.000 8
氧化镁	0.000 3~0.100	0.003	—	—	—

10 质量控制与保证

检验时,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标准有效性校核一次。当过程失效时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。