



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

中华人民共和国有色金属
行业标准
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

YS/T 629.4—2007

*

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.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年7月第一版

*

书号:155066·2-17871

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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。