



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.1—2018

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 1 部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods and determination of physical performance of alumina—
Part 1: Determination of trace elements content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

2018-05-14 发布

2019-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》分为 37 部分：

- 第 1 部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：300 ℃和 1 000 ℃质量损失的测定；
- 第 3 部分：钼蓝光度法测定二氧化硅含量；
- 第 4 部分：邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量；
- 第 5 部分：氧化钠含量的测定；
- 第 6 部分：氧化钾含量的测定；
- 第 7 部分：二安替吡啉甲烷光度法测定二氧化钛含量；
- 第 8 部分：二苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬含量；
- 第 9 部分：新亚铜灵光度法测定氧化铜含量；
- 第 10 部分：苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量；
- 第 11 部分：火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量；
- 第 12 部分：氧化锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 14 部分：镧-茜素络合酮分光光度法测定氟含量；
- 第 15 部分：硫氰酸铁光度法测定氯含量；
- 第 16 部分：姜黄素分光光度法测定三氧化二硼含量；
- 第 17 部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 18 部分：N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量；
- 第 19 部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量；
- 第 21 部分：丁基罗丹明 B 分光光度法测定三氧化二镓含量；
- 第 22 部分：取样；
- 第 23 部分：试样的制备和贮存；
- 第 24 部分：安息角的测定；
- 第 25 部分：松装密度的测定；
- 第 26 部分：有效密度的测定 比重瓶法；
- 第 27 部分：粒度分析 筛分法；
- 第 28 部分：小于 60 μm 的细粉末粒度分布的测定 湿筛法；
- 第 29 部分：吸附指数的测定；
- 第 30 部分：X 射线荧光光谱法测定微量元素含量；
- 第 31 部分：流动角的测定；
- 第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；
- 第 33 部分：磨损指数的测定；
- 第 34 部分：三氧化二铝含量的计算方法；
- 第 35 部分：比表面积的测定 氮吸附法；
- 第 36 部分：流动时间的测定；
- 第 37 部分：粒度小于 20 μm 颗粒含量的测定。

GB/T 6609.1—2018

本部分为 GB/T 6609 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司。

本部分起草单位：昆明冶金研究院、中铝山东有限公司、中国铝业股份有限公司河南分公司、山东南山铝业股份有限公司。

本部分主要起草人：薛宁、吴豫强、高珺、张新宇、艾蓁、刘川、王新征、王攀、刘建英、张洁、程建国。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法
第 1 部分：微量元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 6609 的本部分规定了冶金级氧化铝中微量元素含量的测定方法。（用氧化物表示为 Na₂O、K₂O、Fe₂O₃、CuO、MgO、CaO、ZnO、V₂O₅、TiO₂、Ga₂O₃、MnO、Li₂O、BeO、Cr₂O₃、B₂O₃）
本部分适用于冶金级氧化铝中微量元素含量的测定。测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素(以氧化物计)	质量分数/%	元素(以氧化物计)	质量分数/%
Na ₂ O	0.050~1.00	TiO ₂	0.000 5~0.010
K ₂ O	0.005 0~0.20	Ga ₂ O ₃	0.005 0~0.050
Fe ₂ O ₃	0.005 0~0.20	MnO	0.000 5~0.010
CuO	0.000 5~0.010	Li ₂ O	0.000 5~0.20
MgO	0.000 5~0.010	BeO	0.000 5~0.050
CaO	0.005 0~0.10	Cr ₂ O ₃	0.001 0~0.010
ZnO	0.000 5~0.050	B ₂ O ₃	0.005 0~0.050
V ₂ O ₅	0.001 0~0.010	—	—

2 方法提要

将试料置于聚四氟乙烯密封溶样器中，加盐酸恒温溶解（溶样方法 I），或将试料置于微波消解系统中，用硫酸高温、高压消解（溶样方法 II），试液引入电感耦合等离子体光谱仪，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

- 3.1 硫酸(1+1)。
- 3.2 盐酸(1+1)。
- 3.3 硫酸(1+2)。
- 3.4 盐酸(3+1)。
- 3.5 铝， $w(\text{Al})\geq 99.999\%$ ，预先用少量浓硝酸浸洗，再用水洗除硝酸后，以无水乙醇或丙酮冲洗两次，晾干。
- 3.6 氧化铝基体溶液(20 mg/mL)。

3.6.1 基体溶液 I：称取 5.288 g 铝(3.5)置于 1 000 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为 300 mL 盐酸(3.2)，待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，加入数滴过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)，煮沸数分钟，冷却，将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。

3.6.2 基体溶液 II：称取 5.288 g 铝(3.5)置于 1 000 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为 330 mL 硫酸(3.1)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。

3.7 标准贮存溶液：各分析元素标准贮存溶液的配制方法见附录 A，推荐使用有证系列国家标准物质/样品(溶液)。

3.8 标准溶液。

3.8.1 将标准贮存溶液(3.7)稀释为 100 $\mu\text{g/mL}$ ，并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

3.8.2 将标准贮存溶液(3.7)稀释为 10 $\mu\text{g/mL}$ ，并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

注：K、Na 另行配制，其余元素可混合配制。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.2 微波消解仪。

4.3 聚四氟乙烯密闭溶样器，装置图见附录 B。

4.4 烘箱，额定温度不小于 350 $^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 ± 3 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 干燥器，用新活性氧化铝做干燥剂。

5 试样

5.1 试样应能通过 0.125 mm 标准筛。

5.2 试样在烘箱(4.4)中于 300 $^{\circ}\text{C} \pm 3$ $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h，置于干燥器(4.5)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 称料量及稀释体积

溶样方法	质量分数/%	试料量/g	试液体积/mL
I	≤ 0.01	0.50	50
	$> 0.01 \sim 0.5$	0.50	100
	$> 0.5 \sim 1.0$	0.20	100
II	0.005~1.0	0.25	100

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 分析试液的制备

6.4.1 溶样方法 I

按表 2 称取试料(6.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯反应杯中,加入 10 mL 盐酸(3.4),盖好聚四氟乙烯反应杯盖,装入聚四氟乙烯密闭溶样器(4.3)中,置于烘箱(4.4)中,于 240 ℃±3 ℃保温 5 h,取出,冷却至室温,将溶液移入表 2 相应体积的容量瓶中,用水洗净反应杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 溶样方法 II

按表 2 称取试料(6.1)置于 100 mL 微波消解用反应杯中,加入 10 mL 硫酸(3.3),盖好反应杯盖,放入微波消解仪中,在选定的微波消解最佳测定程序下进行消解,试料溶解完全后,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水洗净反应杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此方法不适用于 CaO 含量的测定。

6.5 系列标准溶液的配制

6.5.1 溶样方法 I

根据试液中氧化铝的量,移取适量铝基体溶液(3.6.1)于一组 100 mL 容量瓶中,使标准溶液中氧化铝量与试液中氧化铝量基本一致,根据样品中各元素的质量分数,加入适量待测元素标准溶液(3.8.1)或(3.8.2),使标准溶液中酸的种类和酸度与试液基本一致,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。以不加标准溶液的试液作为空白溶液,使待测元素含量应在所做工作曲线范围之内,系列标准溶液的数量不少于 5 个,各元素的质量分数尽量均匀分布。

6.5.2 溶样方法 II

根据试液中氧化铝的量,移取适量铝基体溶液(3.6.2)于一组 100 mL 容量瓶中,使标准溶液中氧化铝量与试液中氧化铝量基本一致,根据样品中各元素的质量分数,加入适量待测元素标准溶液(3.8.1)或(3.8.2),使标准溶液中酸的种类和酸度与试液基本一致,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。以不加标准溶液的试液作为空白溶液,使待测元素含量应在所做工作曲线范围之内,系列标准溶液的数量不少于 5 个,各元素的质量分数尽量均匀分布。

6.6 测定

6.6.1 分析线

推荐的分析线见表 3。

表 3 推荐的分析线

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Na	589.592	Ti	334.941
K	766.491	Ga	294.364

表 3 (续)

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Fe	259.940	Mn	257.610
Cu	324.754	Li	670.784
Mg	280.271	Be	313.042
Ca	393.366	Cr	267.716
Zn	213.856	B	249.678
V	292.464	—	—

6.6.2 工作曲线的绘制

将系列标准溶液(6.5)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件(推荐的分析线见表 3,实验室可根据所使用的仪器条件自行选择其他分析线),在各元素选定的波长处,测定系列标准溶液中各元素的谱线强度。以测定元素的谱线强度为纵坐标,以测定元素的质量浓度(μg/mL)为横坐标,绘制工作曲线。

6.6.3 试液的测定

当工作曲线的线性相关系数≥0.999 5 时,将试液(6.4)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,在各元素选定的波长处,测定试液中各元素的谱线强度,由各元素的工作曲线得出各测定元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各待测元素的质量分数 $w(\text{MeO})$:

$$w(\text{MeO}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)Vn \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_1 ——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得随同试料所做空白试验溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
- n ——氧化物与其对应的单质换算系数;
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

注:分析结果也可以由计算机通过仪器自带的系统软件自动完成计算。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 的情况不超过 5%,重复性限 r 按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 重复性限

质量分数/%	重复性限 r /%
0.000 5	0.000 1
0.001 0	0.000 2
0.005 0	0.000 5
0.010	0.001
0.050	0.004
0.10	0.008
0.50	0.015
1.00	0.040

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5 允许差

质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 6
>0.005 0~0.010	0.001 5
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.015
>0.250~0.50	0.025
>0.50~1.00	0.05

9 质量保证与控制

分析时,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方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 本部分编号;

- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
标准贮存溶液的制备

A.1 钠标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 2.540 0 g 于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重的氯化钠, 溶于水, 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。

A.2 钾标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 2.590 0 g 于 120 °C~130 °C 干燥至恒重的硝酸钾, 溶于水, 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。

A.3 铁标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 铁($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 40 mL 盐酸(1+1), 缓慢加热至完全溶解, 冷却, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.4 铜标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 铜($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 10 mL 硝酸(1+1), 缓慢加热至完全溶解, 冷却, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.5 镁标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 镁($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 40 mL 盐酸(1+1), 缓慢加热至完全溶解, 冷却, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.6 钙标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 2.497 1 g 碳酸钙(基准试剂)置于 400 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水, 滴加盐酸(1+1)至完全溶解并过量 20 mL, 煮沸数分钟, 冷却, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.7 锌标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 锌($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 分次加入总量为 50 mL 盐酸(1+1), 缓慢加热至完全溶解, 冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.8 钒标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 0.230 0 g 偏钒酸铵, 溶于水(必要时温热溶解), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.9 钛标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 0.167 0 g 预先在 800 °C 灼烧 1 h 的二氧化钛($\geq 99.99\%$), 加入 5 g 硫酸铵, 加入 10 mL 硫酸($\rho = 1.84$ g/mL), 加热溶解, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.10 镓标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 0.134 0 g 预先在 800 °C 灼烧 1 h 的三氧化二镓($\geq 99.99\%$)置于 300 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 5 mL 硫酸($\rho = 1.84$ g/mL), 缓慢加热至完全溶解, 小心地用水稀释, 冷却, 将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.11 锰标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 锰($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 20 mL 硫酸(1+1)和约 80 mL 水, 溶解完全后, 煮沸 3 min, 冷却, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.12 锂标准贮存溶液 (1.0 mg/mL):

准确称取 5.322 8 g 碳酸锂(光谱纯)置于 500 mL 烧杯中, 盖上表皿, 缓慢加入 125 mL 硝酸(1+9), 加热至溶解完全, 煮沸数分钟, 冷却至室温。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.13 铍标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 铍($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(1+1),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A.14 铬标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取预先在 140 °C 烘干的 2.828 0 g 重铬酸钾置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 30 mL 水和 20 mL 盐酸(1+1),溶解完全,滴加 10 mL 过氧化氢($\rho = 1.10$ g/mL),放置 12 h~24 h 至溶液黄色完全消失,缓慢加热(不要煮沸)分解过量的过氧化氢,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

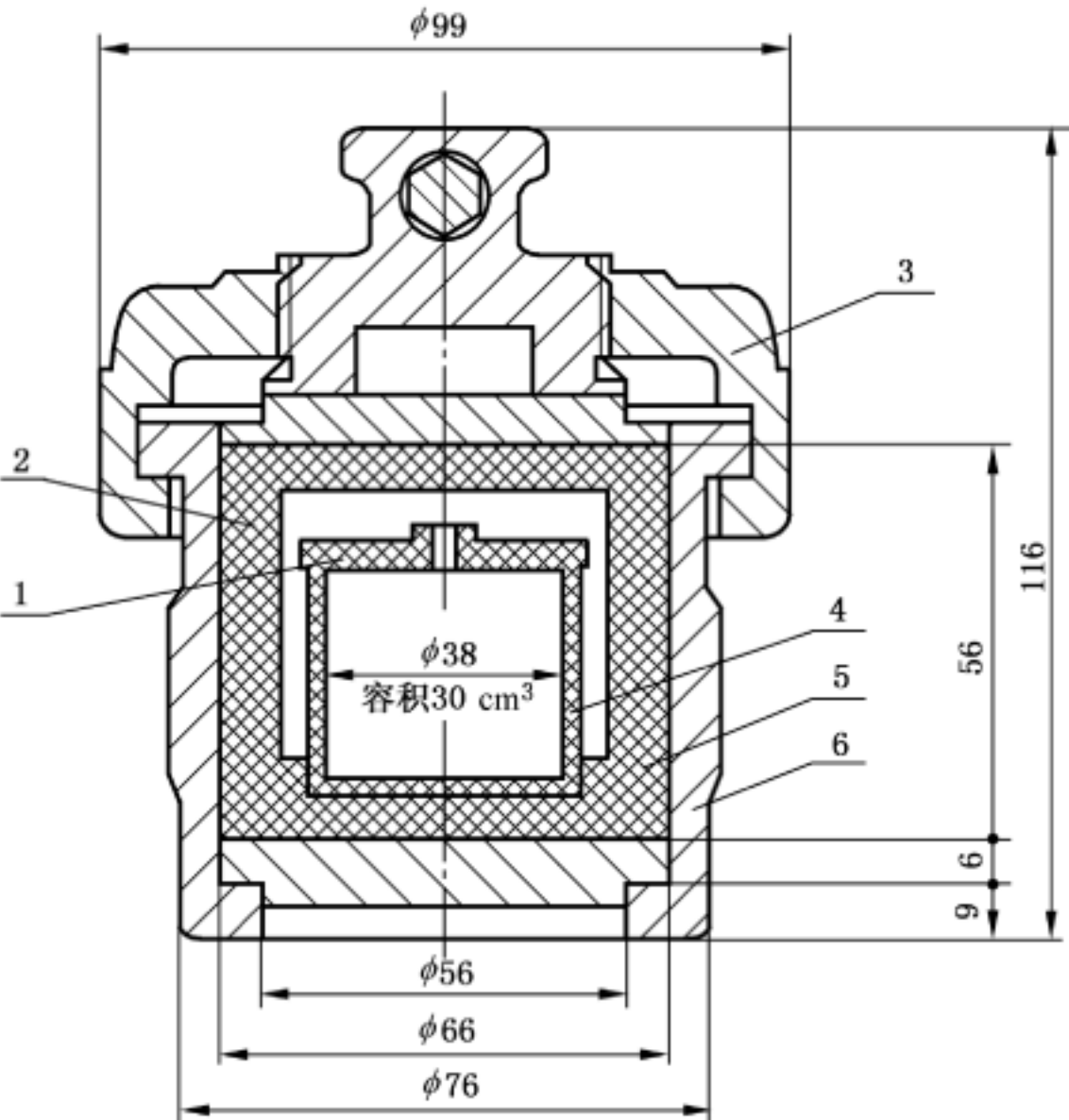
A.15 硼标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 5.717 4 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 300 mL 水,微热使其完全溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。

附录 B
(规范性附录)
聚四氟乙烯密封溶样器

聚四氟乙烯密封溶样器装置图见图 B.1。

单位为毫米



- 说明：
- 1——聚四氟乙烯反应杯盖；
 - 2——聚四氟乙烯溶样器盖；
 - 3——钢套盖；
 - 4——聚四氟乙烯反应杯；
 - 5——聚四氟乙烯溶样器；
 - 6——钢套。

图 B.1 聚四氟乙烯密封溶样器

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
第 1 部分:微量元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 6609.1—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2018 年 5 月第一版 2018 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-60363 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 6609.1—2018