

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 807.11—2012

铝中间合金化学分析方法 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 11: Determination of sodium content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
铝中间合金化学分析方法
第 11 部分：钠含量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 807.11—2012

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 0.5 字数 8 千字
2013 年 3 月第一版 2013 年 3 月第一次印刷

*

书号：155066·2-24404

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

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 3 部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：钴含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：硼含量的测定 离子选择电极法；
- 第 7 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法；
- 第 8 部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 9 部分：铀含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 10 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 14 部分：铈含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 807 的第 11 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本部分参加起草单位：内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：石磊、匡玉云、吴豫强、张炜华、包芳芳、冷小微、梁宝江、李媛媛。

铝中间合金化学分析方法

第 11 部分:钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 807 的本部分规定了铝中间合金中钠含量的测定方法。

本部分适用于铝中间合金中钠含量的测定。测定范围为 0.005 0%~0.50%。

2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解,加入氯化铯作电离抑制剂,使用空气-乙炔火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,测量钠的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钠的蒸馏水。

- 3.1 铝($\geq 99.99\%$,不含钠)。
- 3.2 盐酸(1+1),高纯试剂 BV Ⅲ级。
- 3.3 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL),优级纯。
- 3.4 氯化铯溶液(25 g/L):称取 2.5 g 氯化铯(高纯),溶于 100 mL 水中,混匀。
- 3.5 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.000 g 铝(3.1)置于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 盐酸(3.2),缓慢加热至完全溶解,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 3.6 钠标准贮存溶液(1.0 mg/mL):称取 2.542 1 g 基准氯化钠(预先在 450 °C~500 °C 灼烧 1.5 h~2 h,并在干燥器中冷却至室温)于 300 mL 烧杯中溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于干燥的聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钠。
- 3.7 钠标准溶液(0.010 mg/mL):移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.010 mg 钠。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 灵敏度:在与测量试料溶液的基体一致的溶液中,钠的特征浓度应不大于 0.5 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四段,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。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(第 5 章),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

称取 0.500 0 g 铝(3.1),随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.2),待剧烈反应停止后,加入 2 滴过氧化氢(3.3),低温加热至试样完全溶解,冷却至室温。

6.4.2 根据试料中钠的质量分数,按表 1 将试液(6.4.1)移入容量瓶中。

6.4.3 根据试料中钠的质量分数,按表 1 移取试液(6.4.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

钠的质量分数/%	容量瓶体积/mL	分取试液(6.4.2)体积/mL
0.005 0~0.020	100	全用
>0.020~0.10	100	20.00
>0.10~0.50	250	10.00

6.4.4 将随同试料所作的空白试验溶液(6.3)及根据试料中钠的质量分数而制备的试液(6.4.3)于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以水调零,测量钠的吸光度。从工作曲线上查出相应的钠量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 系列标准溶液的制备

6.5.1.1 适用于 0.005 0%~0.020% 钠的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钠标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 25.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.2 适用于 0.020%~0.10% 钠的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钠标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.3 适用于 0.10%~0.50% 钠的质量分数:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钠标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 铝溶液(3.5)和 4.0 mL 氯化铯溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 测量

将系列标准溶液(6.5.1)于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,采用空气-乙炔火焰,以水调零,测量钠的吸光度。以钠量为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

钠含量以钠的质量分数 $w(\text{Na})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Na}) = \frac{(m_1 - m_2) \times V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得的试料溶液的钠量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——自工作曲线上查得的随同试料所做的空白试验溶液的钠量,单位为毫克(mg);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——移取试液的体积,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)按以下数据采用线性内插法求得。

钠的质量分数/%:	0.009 1	0.11	0.42
重复性限 r / %:	0.000 8	0.006	0.01

8.2 允许差

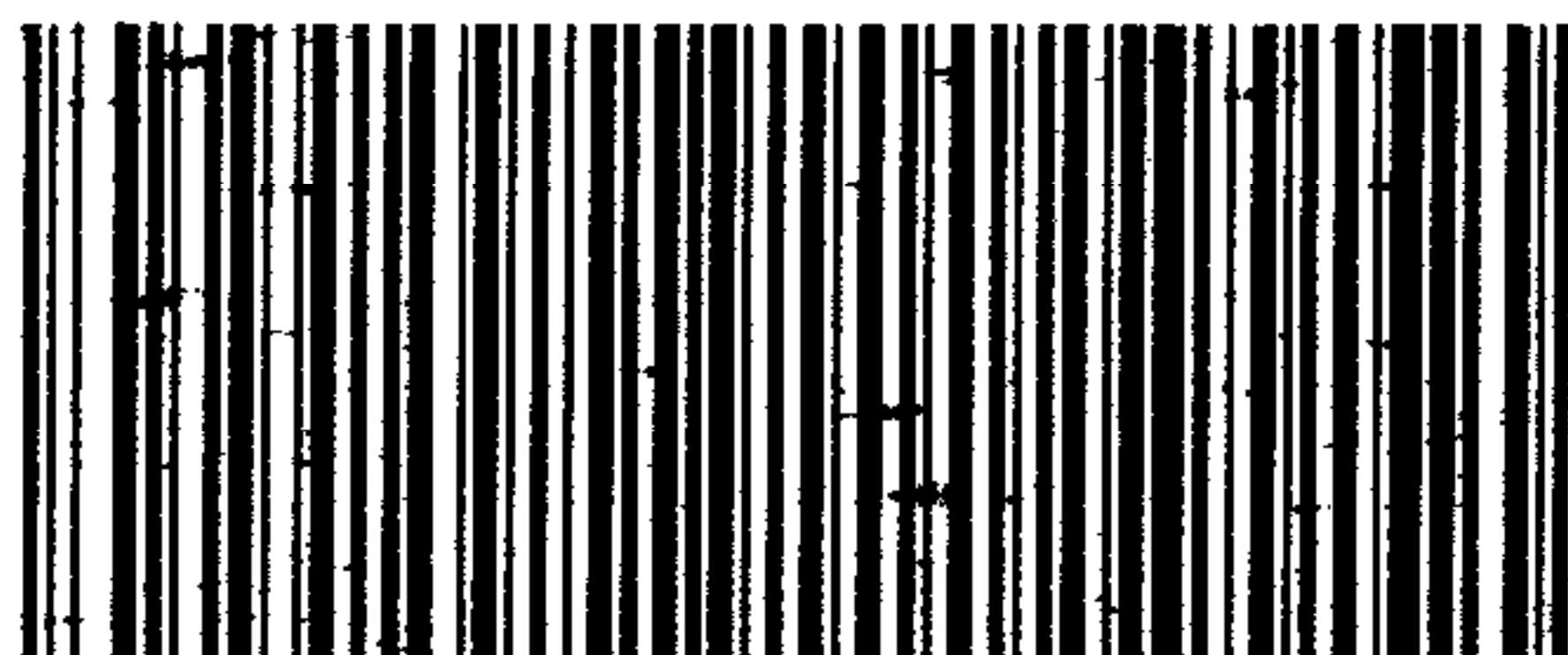
实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

钠的质量分数/%	允许差/%
0.005 0~0.020	0.001 5
>0.020~0.10	0.008
>0.10~0.50	0.02

9 质量控制与保证

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。



YS/T 807.11—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24404