ICS 71.040.40

H 12

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

|  |
| --- |
| YS/T 739.3—201X |

铝电解质化学分析方法

第3部分：钠、钙、镁、钾、锂元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis method of aluminium electrolyte-

Part3：Determination of sodium, calcium, magnesium, potassium and lithium elements content-

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

|  |
| --- |
| （征求意见稿Ⅱ） |
|  |

201X-XX-XX发布

201X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

 前  言

YS/T 739-201X《铝电解质化学分析方法》分为3个部分：

第1部分：分子比及主要成分的测定 X射线荧光光谱法；

第2部分：分子比的测定 三氯化铝滴定法；

第3部分：钠、钙、镁、钾、锂元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为YS/T 739的第3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）提出并归口。

本部分起草单位： XXXXXXXX、XXXXXXXX、XXXXXXXX、XXXXXXXX

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

铝电解质化学分析方法

第3部分：钠、钙、镁、钾、锂元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

YS/T 739的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝电解质中钠、钙、镁、钾、锂元素含量的方法。

本部分适用于采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝电解质中钠、钙、镁、钾、锂元素含量，各元素测定范围见表1。

表 1

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% |
| 钠 | 25.00~35.00 |
| 钙 | 2.00~15.00 |
| 镁 | 0.10~1.50 |
| 钾 | 0.10~2.00 |
| 锂 | 0.0080-2.00 |

1. 方法提要

试料用高氯酸冒烟驱除氟，用水和盐酸浸取，待试样料全部溶解后，将试液转移到容量瓶中，吸取一定体积的试液进行稀释，通过电感耦合等离子体原子发射光谱测定元素含量。

1. 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。

* 1. 高氯酸（ρ 1.67 g/mL）。
	2. 盐酸（1+1）。

3.3 钠标准贮存溶液(1.0 mg/mL)：准确称取2.540 g氯化钠（预先于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重）于400 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（1+1）微热溶解。冷却，将溶液移入1000 mL PFA容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg钠。

3.4 钙标准贮存溶液(1.0 mg/mL)：准确称取2.4971 g预先于105 ℃烘干的碳酸钙，置于烧杯中，盖上表面皿，加入10 mL水，逐滴加入盐酸（1+1）至完全溶解，再加入20 mL盐酸（1+1），煮沸除去二氧化碳，取下冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钙。

3.5 镁标准贮存溶液(1.0 mg/mL)：准确称取1.0000 g金属镁（ωMg≥99.99%），置于400 mL烧杯中，加入40 mL盐酸（1+1），盖上表面皿，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg镁。

3.6 钾标准贮存溶液(1.0 mg/mL)：准确称取1.9067 g氯化钾 （预先于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重）于400 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（1+1）微热溶解。冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg钾。

3.7 锂标准贮存溶液(1.0 mg/mL)：准确称取5.3228 g碳酸锂（预先在280 ℃±10 ℃烘干2 h并在干燥器中冷却至室温），置于200 mL烧杯中，加20 mL盐酸（1+1）溶解，加热驱走二氧化碳气体，冷却后移入1000 mI容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含有1.0 mg锂。

3.8 钠标准溶液(0.1 mg/mL)：将钠标准贮存溶液(3.3)稀释为0.1 mg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时根据所需浓度稀释）。

3.9 钙标准溶液(0.1 mg/mL)：将钙标准贮存溶液(3.4)稀释为0.1 mg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时根据所需浓度稀释）。

3.10 镁标准溶液(0.1 mg/mL)：将镁标准贮存溶液(3.5)稀释为0.1 mg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时根据所需浓度稀释）。

3.11 钾标准溶液(0.1 mg/mL)：将钾标准贮存溶液(3.6)稀释为0.1 mg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时根据所需浓度稀释）。

3.12 锂标准溶液(0.1 mg/mL)：将锂标准贮存溶液(3.7)稀释为0.1 mg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时根据所需浓度稀释）。

1. 仪器设备
	1. 聚四氟乙烯烧杯，250 mL，经硝酸（1+1）加热处理10 min，再用5 %硝酸浸泡过夜。

4.2 铂皿，容量50 mL，应清洁干净，必要时用盐酸浸煮。

4.3 电子天平，感量0.1 mg。

4.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，功率750 W～1750 W。

1. 试样

试料研磨通过75 μm标准筛，置于烘箱中于105 ℃±5 ℃干燥2 h，取出，置于干燥器中，冷却至室温。

1. 试验步骤
	1. 试料

准确称取0.2 g试样，精确至0.0001 g。

* 1. 测定次数

平行做两份试验，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 分析试液的制备

6.4.1 将试料置于聚四氟乙烯烧杯或铂皿中，加入1 mL水使试样均匀分散，加入4 mL高氯酸（3.1），于电热板上加热蒸干至冒尽白烟，冷却。加入5 mL盐酸（3.2）和20 mL水，加热使试样完全溶解，用慢速滤纸过滤于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 根据试料中各元素的含量，按表2移取相应体积的试液（6.4.1）于容量瓶中，加入5 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀待测。

表 2

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 质量分数ωX/% | 分取体积/mL | 定容体积/mL |
| 0.0001-1.00 | 全量 | 200 |
| ＞1.0-35.0 | 10.00 | 200 |

6.5 系列标准溶液的配制

根据试液中待测元素含量，在一组200 mL容量瓶中加入适量标准溶液（3.3-3.12），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由精度要求决定，一般3个~5个。

6.6 测定

6.6.1 推荐的分析线

各待测元素推荐的分析线见表3。

表 3

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 分析线nm |
| 钠 | 589.5 |
| 钙 | 317.9 |
| 镁 | 285.2 |
| 钾 | 766.4 |
| 锂 | 670.7 |  |

6.6.2 测定条件

6.6.2.1 根据仪器情况选择适宜的氩气流量。

6.6.2.2 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（4.4），输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件，在各项元素选定的波长处，测定系列标准溶液中各元素的强度。当工作曲线的线性相关系数≥0.9995时，即可进行分析试液（6.4.2）的测定，根据光强度和浓度的关系计算机自动给出试样中各元素的质量浓度。

7 试验数据处理

待测元素的量以待测元素的质量分数ωx计，按式（1）计算：

*………………………*（1）

式中：

*ω*x ——待测元素的质量分数，单位为百分数（%）；

*ρ*1 ——自工作曲线上查得试液中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* ——测定试液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*R* ——稀释倍数；

*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。

当元素含量<1 %时，计算结果表示至两位有效数字；当元素含量≥1 %时，计算结果表示至小数点后两位。

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*的情况不超过5 %，重复性限*r*按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数% | 重复性限*r*% |
| Na | 26.13 | 0.56 |
| 29.43 | 0.68 |
| 36.93 | 0.76 |
| Ca | 2.08 | 0.20 |
| 5.08 | 0.25 |
| 12.51 | 0.28 |
| Mg | 0.17 | 0.021 |
| 0.36 | 0.028 |
| 0.51 | 0.042 |
| 1.32 | 0.11 |
| K | 0.12 | 0.011 |
| 1.31 | 0.12 |
| 2.02 | 0.19 |
| Li | 0.0077 | 0.0015 |
| 0.50 | 0.027 |
| 1.48 | 0.098 |
| 2.01 | 0.15 |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性*R*，超过再现性*R*的情况不超过5 %，再现性限*R*按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数% | 再现性限R% |
| Na | 26.13 | 0.98 |
| 29.43 | 0.96 |
| 36.93 | 0.93 |
| Ca | 2.08 | 0.27 |
| 5.08 | 0.31 |
| 12.51 | 0.45 |
| Mg | 0.17 | 0.037 |
| 0.36 | 0.042 |
| 0.51 | 0.056 |
| 1.32 | 0.15 |
| K | 0.12 | 0.031 |
| 1.31 | 0.25 |
| 2.02 | 0.31 |
| Li | 0.0077 | 0.0020 |
| 0.50 | 0.13 |
| 1.48 | 0.28 |
| 2.01 | 0.27 |

9 质量保证

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。

10 试验报告

本部分规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。