ICS 77.120.10

CCS H 21

中华人民共和国有色金属行业标准

行业标准

YS

YS/T 1161.4-20XX

拟薄水铝石分析方法

第4部分：氧化钠的测定

 Chemical analysis methods of pseudoboehmit

Part 4: Determination of sodium oxide

（审定稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 1161《拟薄水铝石分析方法》的第4部分。YS/T 1161已经发布了以下部分：

——第1部分：胶溶指数的测定 EDTA容量法；

——第2部分：烧失量的测定 重量法；

——第3部分：孔容和比表面积的测定 氮吸附法；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

引言

YS/T 1161.4《拟薄水铝石分析方法》是拟薄水铝石化学分析方法的系列标准，该系列标准包含拟薄水铝石胶溶指数、灼减、孔容和比表面积测定等分析操作的技术规范，该系列标准在拟薄水铝石贸易结算、分析比对、催化剂生产等多领域应用广泛。

YS/T 1164.4《拟薄水铝石分析方法 第4部分 氧化钠含量的测定》是有色行业拟薄水铝石中氧化钠含量测定的主要标准也是唯一标准，是有色行业分析检测的基础标准之一。该标准是完全基于我国分析检测技术，国际标准和国外先进国家或组织均没有相同标准和规范。本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内最新相关技术，达到了国内先进水平。

该标准是YS/T 1164《拟薄水铝石分析方法》系列有色行业标准中的一部分，是对《拟薄水铝石分析方法》系列标准的补充和完善。标准的制定为精细氧化铝企业、贸易商对氧化钠的分析检测提供了统一的标准，从而减少贸易纠纷和争议。

本标准发布实施后，将进一步提高各企业对拟薄水铝石中氧化钠含量的检测的准确性和质量控制水平，进一步完善该方法在拟薄水铝石利用中的作用，从而更好的和国际市场接轨，占领国际市场，保障我国的精细氧化铝工业健康发展。

拟薄水铝石分析方法

第4部分：氧化钠的测定

 警告—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

**警示**—配制硫酸要求带眼镜，建议带手套。溶解样品时需加小心。

1 范围

本文件规定了拟薄水铝石中氧化钠含量的测定方法。

本文件适用于拟薄水铝石中氧化钠含量的测定。测定范围：0.04%～0.40%。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用稀硫酸溶解。在稀硫酸介质中，采用基体匹配工作曲线法在火焰光度计于波长589.0 nm处测量钠的吸光度，通过工作曲线计算氧化钠含量。

5 试剂或材料

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1 铝丝（*w*AL≥99.99%，*w*Na≤0.0010%）：用稀盐酸和酒精清洗2次后，经110℃烘干。

5.2 氯化钠:基准氯化钠置于铂坩锅中，于 500℃灼烧 2h，置于干燥器中冷却至室温。

5.3 硫酸(ρ=1.84 g/mL) 。

5.4 硫酸（1+5）。

5.5 铝基体溶液：称取21.1765g铝丝（5.1）于2000mL烧杯中，加入200mL左右水，然后加入126mL硫酸（5.3），于低温处溶解至澄清。转入1000mL容量瓶中，稀释至刻度混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液lmL含40mg氧化铝。

5.6 氧化钠标准贮存溶液:称取1.8859 g氯化钠(5.2)于100 mL烧杯中，用水溶解后，移入1000 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氧化钠。

6 仪器设备

火焰光度计。

7 样品

样品应在105℃～115℃烘箱内烘干2h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

取0.50g样品（7），精确至0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

称取0.2118g铝丝（5.1）代替试料（8.1），随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1将试料（8.1）置于50mL的烧杯中。以少许水润湿，加入8mL硫酸（5.4），盖上表皿，置于电热板低温处加热溶解，煮沸至澄清后，用水吹洗表皿和杯壁，再次煮沸。取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2在火焰光度计上，于589.0 nm波长处，以水调零，于系列标准溶液平行，测量钠的吸光度，减去随同试料空白试验的吸光度。从工作曲线上分别查出相应的氧化钠的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1移取0.00mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL氧化钠标准溶液（5.6），置于一组已加入10. 00 mL铝基体(5.5)的100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

8.5.2在与测量试液（8.4.2）相同条件下，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中零浓度溶液的吸光度值，以氧化钠的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

 氧化钠含量以X的质量分数*w*Na2O计，按公式（1）计算：

…………………… (1)

 式中：

*ρ1*——从工作曲线上查得的试液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——从工作曲线上查得的空白溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留小数点后三位。数值修约按GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化钠的质量分数/% | 0.041 | 0.141 | 0.241 |
| r/% | 0.005 | 0.013 | 0.015 |

10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表1所列允许差。

表1 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化钠的质量分数/% | 允许差/ % |
| 0.040~0.100 | 0.010 |
| ＞0.010～0.400 | 0.020 |

11 试验报告

试验报告应包含以下几方面内容：

——试样；

——本文件编号；

——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。