**ICS 71.100.10**

**CCS H30**

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.19—202X

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第19部分：元素含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of chemical contents and physical properties of aluminium floride

—Part 19：Determination of elements content

—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

（送审稿）

202×-××-××实施

202×-××-××发布

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 581的第19部分。YS/T 581已经发布了以下部分：

——第1部分：重量法测定湿存水含量

——第2部分：烧减量的测定

——第3部分：氟含量的测定

——第4部分：EDTA容量法测定铝含量

——第5部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量

——第6部分：钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量

——第7部分：邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量

——第8部分：硫酸钡重量法测定硫酸根含量

——第9部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量

——第10部分：X射线荧光光谱分析法测定硫含量

——第11部分：试样的制备和贮存

——第12部分：粒度分布的测定 筛分法

——第13部分：安息角的测定

——第14部分：松装密度的测定

——第15部分：游离氧化铝含量的测定

——第16部分：X射线荧光光谱分析法测定元素含量

——第17部分：流动性的测定

——第18部分：AlF3含量的计算方法

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。

1. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、多氟多新材料股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝材料应用研究院有限公司、贵州分析测试研究院、新疆众和股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：XXX、XXX。

本部分是首次起草。

引 言

YS/T 581.19—202X《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法第19部分 元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》是氟化铝化学分析方法的系列标准之一，该系列标准共有19部分，在氟化铝生产过程中、实验室间分析比对及生产设备和工艺的改进等多领域应用广泛。

YS/T 581.19—202X《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法第19部分 元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》是有色行业氟化铝生产过程中质量控制的重要标准，也是有色行业分析检测的基础标准之一。该标准基于先进成熟的光谱检测技术，查阅国际标准和国外先进国家或组织发布的标准均没有相同内容和规范。

本文件条款详细，有助于分析检测领域相关人员参照执行，为企业分析氟化铝中的元素含量提供重要依据。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第19部分：元素含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

警示—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。

1 范围

本文件规定了氟化铝中Al、Na、Fe、P、Ca、Li、Zn含量的测定方法。

本文件适用于氟化铝中Al、Na、Fe、P、Ca、Li、Zn含量的测定。测定范围见表1：

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 元素 | 范围/% |
| Al | 30.0～35.0 | P | 0.001～0.060 |
| Na | 0.02～0.60 | Ca | 0.005～0.050 |
| Fe | 0.005～0.10 | Li | 0.001～0.050 |
| Zn | 0.001～0.010 | — | — |

2 规范性引用文件

下列文件的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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实验方法。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用焦硫酸钾熔融至除尽氟，用盐酸浸取熔融物，试液引入电感耦合等离子体发射光谱仪，以氩等离子体光源激发，测定试样中元素含量，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

5.1 焦硫酸钾（优级纯）。

5.2 铝（ωAl≥99.99 %）。

5.3 盐酸（1+1）。

5.4 铝基体溶液（10 mg/mL）:称取10.00g铝（5.2）置于1000mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为350mL盐酸（5.3），缓慢加热至完全溶解，加入数滴过氧化氢（ρ约1.10 g/mL），加热至溶解完全后取下，冷却，将溶液移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5 焦硫酸钾基体溶液Ⅰ:称取2.5g焦硫酸钾（5.1）置于300mL烧杯中，盖上表皿，加入80mL水，缓慢加热至完全溶解，取下，冷却，将溶液移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

5.6 焦硫酸钾基体溶液Ⅱ:分别称取1.25g焦硫酸钾（5.1）若干份置于300mL烧杯中，盖上表皿，加入50mL水，缓慢加热至完全溶解，取下，冷却，将溶液分别移入一组100mL容量瓶中，待用。

5.7 各分析元素标准贮存溶液：优先使用有证国家标准溶液配制；或参见附录A。

5.8 标准溶液

5.8.1 多元素标准溶液的配制原则：互有化学干扰、产生沉淀及互有光谱干扰的元素应分组配制。

5.8.2 将标准贮存溶液（5.7）稀释为100 μg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度（用时稀释）。

6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.2 铂皿：100mL。

6.3 烘箱：烘箱：可控温度110 ℃±5 ℃。

6.4 干燥器：用硅胶做干燥剂。

6.5 高温炉：可控制温度在750 ℃±10 ℃。

7 试样

样品研磨通过74 μm标准筛，置于烘箱（6.3）中于110±5℃干燥2h，取出，置于干燥器（6.4）中，冷却至室温，备用。

8试验步骤

8.1试料

称取0.20g试样（7），精确至0.0001g。

8.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4分析试液的制备

8.4.1将试料（8.1）置于铂皿中，加入2.5g焦硫酸钾（5.1），置于高温炉（6.5）中，从室温升至750℃后熔融30min，取出铂皿，加入30mL水和5mL盐酸（5.3），低温加热至熔块溶解完全，取下稍冷将溶液移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 根据试料中各元素的含量，按表2移取相应体积的分析试液（8.4.1）于容量瓶中，加入10mL盐酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

表2

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 分取试液体积/mL | 最终体积/mL |
| 0.0010%～0.6% | 0 | 200 |
| 30.0%～35.0% | 5.00 | 100 |

8.5 系列标准溶液的配制

8.5.1 测铝元素时：移取5.0mL焦硫酸钾基体溶液（5.5）于一系列100 mL容量瓶中，分别加入0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00mL的待测元素标准贮存溶液（5.7）或标准溶液（5.8），加入10 mL盐酸（5.3）,用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 测其他元素时：分别将待测元素标准贮存溶液（5.7）或标准溶液（5.8）0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL 、10.00 mL和3.2 mL 铝基体溶液（5.4）加入焦硫酸钾基体溶液Ⅱ（5.6）中，加入10 mL盐酸（5.3）,用水稀释至刻度，混匀。

8.6 测定

8.6.1 推荐的各元素分析线见表3。

8.6.2 分析条件

将系列标准溶液（8.5）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，输入仪器最佳测定条件，在各元素选定的波长处，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≥0.999 5时，即可进行分析试液（8.4）的测定。

表3

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元素 | 分析线/nm |
| Al | 396.152 | P | 178.287 |
| Na | 588.995 | Ca | 393.366 |
| Fe | 259.940 | Li | 670.784 |
| Zn | 213.856 | — | — |

9试验数据处理

氟化铝中各待测元素的质量分数以*ωX*计，按公式（1）计算：

…………………………（1）

式中：

*C*—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）；

*C0*—自工作曲线上查得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）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）；

*R*—稀释系数。

分析结果表示到小数点后二位有效数字。数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 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 | 含量/% | *r*/% |
| Al | 30.55 | 0.38 |
| 32.17 | 0.44 |
| 34.79 | 0.50 |
| Na | 0.029 | 0.008 |
| 0.14 | 0.02 |
| 0.57 | 0.05 |
| Fe | 0.0048 | 0.0005 |
| 0.022 | 0.003 |
| 0.075 | 0.005 |
| Zn | 0.0019 | 0.0003 |
| 0.0073 | 0.0006 |
| P | 0.0011 | 0.0002 |
| 0.010 | 0.002 |
| 0.058 | 0.004 |
| Ca | 0.0082 | 0.0011 |
| 0.047 | 0.005 |
| Li | 0.0073 | 0.0008 |
| 0.023 | 0.002 |

10.2 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表5所列允许差。

表5

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 含量/% | 允许差/% |
| Al | ≥30.0～32.0 | 0.54 |
| ≥32.0～34.0 | 0.60 |
| ≥34.01～35.0 | 0.65 |
| Na | ≥0.02～0.10 | 0.01 |
| ≥0.11～0.30 | 0.03 |
| ≥0.31～0.60 | 0.08 |
| Fe | ≥0.0050～0.010 | 0.0007 |
| ≥0.011～0.050 | 0.004 |
| ≥0.051～0.10 | 0.015 |
| Zn | ≥0.0010～0.0050 | 0.0004 |
| ≥0.0051～0.010 | 0.0013 |
| P | ≥0.0010～0.0050 | 0.0005 |
| ≥0.0051～0.015 | 0.005 |
| ≥0.016～0.060 | 0.006 |
| Ca | ≥0.005～0.01 | 0.002 |
| ≥0.011～0.05 | 0.006 |
| Li | ≥0.0010～0.01 | 0.002 |
| ≥0.011～0.05 | 0.004 |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——使用的标准；

——使用的方法；

——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

（资料性附录）

标准贮存溶液的制备

A.1铝标准贮存溶液 （1 mg/mL）：

准确称取1.000 g金属铝（ωAl≥99.99 %）于烧杯中，加入30 mL盐酸（1+1），缓慢加热至完全溶解，冷却后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。（贮存于聚乙烯瓶中）。

A.2钠标准贮存溶液 （1 mg/mL）：

准确称取2.5400 g于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钠（优级纯），溶于水，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）。

A.3铁标准贮存溶液（1mg/mL）：

准确称取1.0000 g高纯铁（ωFe≥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1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.4 磷标准贮存溶液(1 mg/mL):

准确称取4.3940 g于105±2 ℃下干燥至恒重的磷酸二氢钾（优级纯），溶于水，移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度，混匀。

A.5钙标准贮存溶液（1 mg/mL）：

准确称取2.4971 g碳酸钙（基准试剂）置于400 mL烧杯中，加入20 mL水，滴加盐（1+1）至完全溶解并过量20 mL，煮沸数分钟，冷却，将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.6锂标准贮存溶液（1 mg/mL）：

准确称取5.3228 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1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.7 锌标准贮存溶液（1 mg/mL）：

准确称取1.0000 g金属锌（ωZn≥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1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。