ICS 71.100.10

CCS H30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.5—202X

代替YS/T 273.5—2006

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第5部分：钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for Chemical analysis and physical properties of cryolite —

Part 5：Determination of sodium content —

Flame atomic absorption spectrometric 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

1. 前 言
2. 本文件按照GB/T1.1-2020《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。
3. 本文件是YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》的第5部分。YS/T 273已经发布了以下部分：

——第1 部分：湿存水含量的测定重量法；

——第2 部分：灼烧减量的测定；

——第3 部分：氟含量的测定；

——第4 部分：铝含量的测定EDTA容量法；

——第5 部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量；

——第6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——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：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；

——第9 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第10部分：重量法测定游离氧化铝含量；

——第11部分：元素含量的测定 X射线荧光光谱法；

——第12部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；

——第13部分：试样的制备和贮存；

——第16部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第17部分：元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替YS/T 273.5-2006《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量》，与YS/T 273.5-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了测定范围，由20%～35%修改为15%～35%（见第1章，2006年版的第1章）。
2. 更改了测定波长,由589.0 nm或589.6 nm改为589.6 nm。（见第4章，2006版的第2章）。
3. 更改了溶样方法，由硫酸溶解试样除氟修改为高氯酸溶解试样除氟（见8.4，2006年版的6.4）。
4. 更改了精密度（见第10章，2006年版的第8章）。
5. 增加了试验报告（见第11章）。
6. 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。
7. 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、中金岭南有色金属股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、长沙矿冶院检测技术有限公司、通标标准技术服务（天津）有限公司、广东省科学院工业分析检验中心、昆明冶金研究院有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布为YS/T 273.5-1994《天然和人造冰晶石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠量》；

——2006年第一次修订为YS/T 273.5-2006《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量》；

1. ——本次为第二次修订。

前 言

YS/T 273.5-2006 《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分：火焰元素吸收光谱法测定钠含量》是YS/T 273系列标准的一部分，是有色行业分析检测的基础标准之一。原标准存在以下问题:样品的前处理步骤采用硫酸溶解样品，且用沙浴加热，过程时间太长，实际日常分析中各单位已经不再使用沙浴加热硫酸冒烟的方法前处理样品；冰晶石产品中钠含量的测定范围已经不能满足各企业生产产品的检测需求，钠元素的测定范围需要拓展；另外标准文本有很多编辑性漏洞亟需修改。鉴于此，对YS/T 273.5重新进行修订。

本标准涉及内容全面、条款详细，在修订过程中吸纳了国内最新相关技术。修订的标准将进一步完善我国冰晶石分析检测标准体系，对于指导现行铝电解生产过程有着重要的意义，将为各企业冰晶石的购销和铝电解生产等工作提供技术支持。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第5部分：钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了冰晶石中钠含量的测定方法。

本文件适用于冰晶石中钠含量的测定。测定范围：15.00%～35.00%。

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试验方法；

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

试料用高氯酸溶解后，加热除氟，用盐酸溶解沉淀，试液于原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，以空气-乙炔贫燃性火焰进行钠量的测定。

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符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 高氯酸（*ρ*=l.67 g/L，优纯级）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 钠标准贮存溶液：称取2.5413 g氯化钠（基准试剂，预先在450 ℃灼烧1.5 h）于500 mL烧杯中溶解，移入1000 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含1 mg钠。

5.4 钠标准溶液：移取10.00 mL钠标准贮存溶液（5.3）于100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.2），稀释至刻度，混匀，移入聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含100 μg钠。

6 仪器设备

6.1 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：在与测量试样的基本相一致的溶液中，钠的特征浓度应不大于0.07μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量吸光度10次，其标准偏差不应超过吸光度平均值的1.0%，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量吸光度10次，其标准偏差不应超过最高标准溶液吸光度平均值的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为五段，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。

6.2 铂皿：100 mL。

6.3 烘箱: 可控温度110 ℃±5 ℃。

7 样品

样品研磨混匀后通过74 μm标准筛，在110 ℃±5 ℃烘箱（6.3）中烘烤2 h，于干燥器中冷却至室温，备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.25 g样品（7），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于铂皿（6.2）中，加入5 mL高氯酸（5.1），在电热板上缓慢加热，直至冒尽白烟，取下冷却至室温，加入5 mL盐酸（5.2）和10 mL水，加热至盐类全部溶解，冷却，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 移取20.00 mL试液置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 按表1分取试液（8.4.2）置于100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

表1 分取试液体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 钠的质量分数/% | 分取试液体积/mL | 稀释倍数 |
| 15.00～25.00 | 10.00 | 10 |
| ＞25.00～35.00 | 5.00 | 20 |

8.4.4 将随同试料所做的空白试验溶液（8.3）及试液（8.4.3）于原子吸收光谱仪（6.1）波长589.6 nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测量钠的吸光度，将所测试液吸光度减去随同试料所做的空白吸光度后，从工作曲线上查得相应的钠量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0.00 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL钠标准溶液（5.4）分别置于一组100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 将标准溶液（8.5.1）于原子吸收光谱仪波长589.6 nm处，使用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，分别测量标准溶液和“零”校准溶液（不加钠标准溶液者）的吸光度，以钠量为横坐标，吸光度（减去“零”校准溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钠的含量以钠的质量分数*ωNa*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浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——从工作曲线上查得的随同试料空白溶液的钠的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

5——8.4.2中的稀释倍数；

*R*——8.4.3中的稀释倍数，见表1。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按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2数据采用线性内插法或者外延法求得：

表2重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| *ωNa*/% | 重复性限*r*/% |
| 18.91 | 0.50 |
| 21.82 | 0.55 |
| 31.03 | 0.60 |

10.2 再现性

在再现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再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或者外延法求得。

表3再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| *ωNa*/% | 再现性限 *R*/% |
| 18.91 | 0.90 |
| 21.82 | 0.90 |
| 31.03 | 1.00 |

11 试验报告

本文件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；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本试样步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。