

ICS 71.040.40

CCS H 30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.9-20 XX

代替 YS/T 575.9-2009

铝土矿石化学分析方法

第9部分 氧化钾、氧化钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bauxite

Part 9: Determination of potassium oxide and sodium oxide content

Flame atomic absorption spectrophotometric method

(送审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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 575的第23部分。YS/T 575已经发布了以下部分：

- 第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法；
- 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法；
- 第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第5部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法；
- 第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法；
- 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法；
- 第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法；
- 第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法；
- 第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法；
- 第17部分：硫含量的测定 燃烧—碘量法；
- 第18部分：总碳含量的测定 燃烧—非水滴定法；
- 第19部分：灼烧减量的测定 重量法；
- 第20部分：预先干燥试样的制备；
- 第21部分：有机碳含量的测定 滴定法；
- 第22部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第23部分：X射线荧光光谱法测定元素含量；
- 第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法；
- 第25部分：硫含量的测定 库伦滴定法；
- 第26部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；
- 第27部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第29部分：有效氧化铝和可反应硅的测定；

本文件代替YS/T 575.9-2009《铝土矿石化学分析方法 第9部分 氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与YS/T 575.9-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了氧化钾、氧化钠的测定范围（见第1章，2007年版的第1章）；
- b) 修改了试剂，将 $\text{LiBO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 修改为无水偏硼酸锂（见5.1，2007年版的3.1）；
- c) 修改了偏硼酸锂基体溶液的溶解方式，由水中加热溶解修改为在硝酸（1+1）溶液加热溶解（见5.4，2007年版的3.4）；
- d) 修改了样品熔融温度，由800℃修改为900℃（见8.4.1，2007年版的6.4.1）；
- e) 修改了熔融物的浸取方式，由沸水浸取修改为超声波水浴加热，硝酸溶液浸取（见

8.4.2, 2007年版的6.4.2);

f) 修改了工作曲线的绘制(见8.5, 2007年版的6.5)。

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: 中铝郑州有色金属研究院有限公司、贵州省分析测试研究院、岛津企业管理(中国)有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、山东南山铝业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、中铝山西新材料有限公司。

本文件主要起草人: xxx、xxx、xxx、xxx、xxx、xxx、xxx

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2009年首次发布为YS/T575.9-2009。

——本次为第一次修订。

引 言

铝土矿石是铝工业的重要原材料，在铝工业领域标准体系中，铝土矿石化学分析方法标准体系是其中非常重要的部分，在判断铝土矿石产品质量方面发挥着重要作用。该系列标准服务铝土矿石的贸易和应用，为我国铝工业的高质量发展提供技术支撑。

YS/T 575 为铝土矿石化学分析方法，包括铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钾、钠、钙、镁、锰、铬、钒、锌、稀土氧化铝总量、镓、磷、硫、碳、灼减、有机碳、湿存水、元素含量的测定、锂、有效氧化铝和可反应硅的测定，按照检测对象，拟分为 29 个部分。

YS/T 575.9 给出了铝土矿石中氧化钾、氧化钠含量的测定方法。本次修订对原有方法进行了优化，并适当调整了测量范围，以更好的满足铝土矿分析检测需求。

铝土矿石化学分析方法

第9部分 氧化钾、氧化钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了铝土矿石中氧化钾、氧化钠含量的测定方法。

本文件适用于铝土矿石中氧化钾、氧化钠含量的测定，测定的范围：0.010%~4.00%。

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

试样用偏硼酸锂熔融分解，在超声波水浴中，以硝酸浸取，使用空气-乙炔火焰，于火焰原子吸收光谱仪波长 766.5nm 和 589.0nm 处，测定氧化钾、氧化钠的含量。大量的偏硼酸锂、铝干扰氧化测定，在标准溶液中加入一定量的偏硼酸锂和铝盐消除其干扰。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 无水偏硼酸锂。

5.2 硝酸（1+1）。

5.3 盐酸（1+3）。

5.4 偏硼酸锂基体溶液：将 10.0000g 无水偏硼酸锂置于 250ml 烧杯中，加入 125ml 硝酸（5.2），加热至偏硼酸锂完全溶解，稍冷后将溶液移入 500ml 容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，混匀。

5.5 铝基体溶液：将 0.6615g 金属铝（99.99%）于 50ml 盐酸（5.3）中缓慢加热至溶解，冷却至室温，移入 250ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液相当于每毫升含 5mg Al₂O₃。

5.6 氧化钾-氧化钠标准贮存溶液：称取 0.7915g 预先在 450℃灼烧过 1.5h 的氯化钾（基准试剂）和 0.9429g 预先在 450℃灼烧过 1.5h 的氯化钠（基准试剂）溶于水中，移入 500ml 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀后转入干燥的塑料瓶中，此溶液每毫升含 1mg 氧化钾和氧化钠。

5.7 氧化钾-氧化钠混合标准溶液：移取 20.0ml 氧化钾-氧化钠标准贮存溶液（5.6），置于 500ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 40μg 氧化钾和 40μg 氧化钠。用前现配。

6 仪器设备

6.1 原子吸收光谱仪，附有钾、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：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，K₂O 的特征浓度应不大于 0.09μg/mL，Na₂O 的特征浓度应不大于 0.06μg/mL。

——精密性：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）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五段，最高段得空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：体积 \geq 70mL。

6.3 烘箱：可控温度 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 超声波水浴：可控温度 $55^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 高温炉：可控温度 $900^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

7 试样

将试样研磨通过 $75\ \mu\text{m}$ 筛，置于 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱（6.3）中干燥 2h，置于干燥器中，冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做二份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于铂皿中，加入 0.4g 无水偏硼酸锂（5.1），搅拌均匀，置于 $900^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 高温马弗炉中熔融 30min，取出冷却。

8.4.2 于铂皿内加入 5ml 水，5ml 硝酸（5.2），置于 $55^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的超声波水浴（6.4）中，超声加热至熔体完全溶解，立即将溶液转移至 100mL 容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，混匀。

注 1：铂皿应置于超声波振头正上方时，此时熔体溶解速度较快，否则溶解速度会相应延长。

8.4.3 按表 1 移取相应体积的试液（8.4.2）于容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注 2：测试溶液不宜长时间保存于玻璃容量瓶中，如不能及时测量，应转移至干燥的聚乙烯塑料瓶中保存。

表 1 分取试液体积及定容体积

$W_{\text{Na}} / \%$	分取试液体积/mL	定容体积/mL
0.025~0.50	--	100
>0.50~5.00	10.00	100

8.4.4 将溶液 8.4.3 于原子吸收光谱仪波长 766.5nm 和 589.0nm 处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，测定试料空白及试液的吸光度，从工作曲线上查出相应的氧化钾或氧化钠的质量浓度。

8.5 工作曲线绘制

8.5.1 适用于氧化钾-氧化钠含量 0.010%~0.40%：分别移取 0.00mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00mL、10.00 mL 氧化钾-氧化钠混合标准溶液 1（5.7）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 20mL 偏硼酸锂基体溶液（5.4）、10mL 铝基体溶液（5.5），用水稀释至刻度，混匀后转移至聚乙烯塑料瓶中保存。

8.5.2 适用于氧化钾-氧化钠含量 $>0.40\% \sim 4.00\%$ 分别移取 0.00mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00mL、10.00 mL 氧化钾-氧化钠混合标准溶液 1（5.7）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 2mL 偏硼酸

锂基体溶液 (5.4)、1mL 铝基体溶液 (5.5)，用水稀释至刻度，混匀后转移至聚乙烯塑料瓶中保存。

8.5.3 分别将系列标准溶液 (8.4.1、8.4.2) 于原子吸收光谱仪波长 766.5nm 和 589.0nm 处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，分别测量标准溶液和“零”浓度溶液（不加氧化铝标准溶液者）的吸光度，以氧化钾或氧化钠的质量浓度为横坐标，吸光度减“零”浓度吸光度为纵坐标，分别绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氧化钾/氧化钠的含量以质量分数 ω_{K_2O/Na_2O} 计，按公式 (1) 计算：

$$\omega_{K_2O/Na_2O} = \frac{(c_1 - c_0) \times v_0 \times v_1 \times 10^{-6}}{mv_2} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

c_1 ——自工作曲线上查得的被测物质的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

c_0 ——自工作曲线上查得的空白试验溶液中被测物质的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

v_0 ——试液总体积，单位为毫升 (mL)；

v_1 ——测试溶液体积，单位为毫升 (mL)；

v_2 ——移取试液体积，单位为毫升 (mL)。

m ——试料的质量，单位为克 (g)；

当计算结果 ≥ 1 时，表示到小数点后两位；当计算结果 < 1 时，保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 中规定执行。

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，这两个测定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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

组分	含量 %	r %
K ₂ O	0.037	0.005
	0.36	0.03
	1.86	0.07
	3.39	0.12
Na ₂ O	0.046	0.006
	0.28	0.02
	1.65	0.10
	2.77	0.12

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，这两个测定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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

组分	含量 %	R %
K ₂ O	0.037	0.007
	0.36	0.05
	1.86	0.14
	3.39	0.27
Na ₂ O	0.046	0.014
	0.28	0.03
	1.65	0.16
	2.77	0.21

11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面内容

- 试验对象；
- 使用的标准；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。
