



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.5-202X
代替 GB/T 6609.5-2004, GB/T 6609.6-2018

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分：氧化钠和氧化钾含量的测定

Chemical analysis methods and determination of physical performance of
alumina—Part 5: Determination of sodium oxide and potassium oxide
content

(审定稿)

202X – XX – XX 发布

202X – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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 GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》的第5部分。GB/T 6609已经发布了以下部分：

- 第1部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：300℃和1000℃质量损失的测定；
- 第3部分：钼蓝光度法测定二氧化硅含量；
- 第4部分：邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量；
- 第5部分：氧化钠、氧化钾含量的测定；
- 第7部分：二氧化钛、三氧化二铬、氧化铜、氟、氯、三氧化二硼、五氧化二磷、硫酸根含量的测定 分光光度法；
- 第10部分：苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量；
- 第11部分：一氧化锰和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第12部分：氧化锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第13部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第18部分：N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量；
- 第19部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第21部分：丁基罗丹明B分光光度法测定三氧化二镓含量；
- 第22部分：取样和制样；
- 第24部分：安息角及流动角的测定；
- 第25部分：松装和振实密度的测定；
- 第26部分：有效密度的测定 比重瓶法；
- 第27部分：粒度分析 筛分法；
- 第29部分：吸附指数的测定；
- 第30部分：微量元素含量的测定 波长色散 X射线荧光光谱法；
- 第32部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；
- 第33部分：磨损指数的测定；
- 第34部分：三氧化二铝含量的计算方法；
- 第35部分：比表面积测定 氮吸附法；
- 第36部分：流动时间的测定。

本文件代替 GB/T 6609.5-2004《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分 氧化钠含量的测定》和 GB/T 6609.6-2018《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第5部分 氧化钾含量的测定》，本文件以 GB/T 6609.5 为主，整合了 GB/T 6609.6-2018 的内容，与 GB/T 6609.5-2004 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 方法二扩展了氧化钠的检测范围（见第1章，2004版的第10章）；
- b) 方法二增加了铝基体溶液的配制方法（见5.2.6，2004版的12.5）；
- c) 方法二修改了氧化钠、氧化钾标准溶液的配制方法（见5.2.7、5.2.8、5.2.9, 2004版的12.6）；
- d) 增加了氧化钾含量的测定方法；
- e) 方法二增加了微波消解溶样方法（见5.5.4.1，2004版的15.4.1）。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：中铝检测科技（郑州）有限公司、XXX、XXX、XXX

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：

——1986年首次发布为GB/T 6609.5—1986《氧化铝化学分析方法 火焰光度法测定氧化钠量》；2004年第一次修订；

——本次为第二次修订，修订时并入了GB/T 6609.6-2018《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第6部分 氧化钾含量的测定》（1986年首次发布为GB/T 6609.6-1986，2004年第一次修订，2018年第二次修订）。

引 言

氧化铝是铝工业的主要原材料，在铝工业领域标准体系中，GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准是其中非常重要的部分，在保证氧化铝产品质量方面发挥着重要的作用，该系列方法标准服务于氧化铝的生产、贸易结算、分析比对和电解铝应用，为我国铝工业高质量发展提供技术支撑。

GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准包含取样、安息角、粒度分析等指标的测定，拟分为25个部分。

——第1部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；目的在于给出采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化铝中微量元素含量的方法。

——第2部分：300℃和1000℃质量损失的测定；目的在于给出测定氧化铝300℃和1000℃质量损失的方法。

——第3部分：钼蓝光度法测定二氧化硅含量；目的在于给出采用钼蓝光度法测定氧化铝中二氧化硅含量的方法。

——第4部分：邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量；目的在于给出采用邻二氮杂菲光度法测定氧化铝中三氧化二铁含量的方法。

——第5部分：氧化钠、氧化钾含量的测定；目的在于给出测定氧化铝中氧化钠、氧化钾含量的方法。

——第7部分：二氧化钛、三氧化二铬、氧化铜、氟、氯、三氧化二硼、五氧化二磷、硫酸根含量的测定 分光光度法；目的在于给出采用分光光度法测定氧化铝中二氧化钛、三氧化二铬、氧化铜、氟、氯、三氧化二硼、五氧化二磷、硫酸根含量的方法。

——第10部分：苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量；目的在于给出采用苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定氧化铝中五氧化二钒含量的方法。

——第11部分：一氧化锰和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定氧化铝中一氧化锰和氧化镁含量的方法。

——第12部分：氧化锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定氧化铝中氧化锌含量的方法。

——第13部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定氧化铝中氧化钙含量的方法。

——第18部分：N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量；目的在于给出采用N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定氧化铝中硫酸根含量的方法。

——第19部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定氧化铝中氧化锂含量的方法。

——第21部分：丁基罗丹明B分光光度法测定三氧化二镓含量；目的在于给出采用丁基罗丹明B分光光度法测定氧化铝中三氧化二镓含量的方法。

——第22部分：取样和制样；目的在于给出氧化铝取样和制样的方法。

——第24部分：安息角及流动角的测定；目的在于给出测定氧化铝中安息角及流动角的方法。

——第25部分：松装和振实密度的测定；目的在于给出测定氧化铝松装和振实密度的方法。

——第26部分：有效密度的测定 比重瓶法；目的在于给出采用比重瓶法测定氧化铝中有效密度的方法。

——第27部分：粒度分析 筛分法；目的在于给出采用筛分法测定氧化铝中粒度分析的方法。

——第29部分：吸附指数的测定；目的在于给出测定氧化铝中吸附指数的方法。

——第30部分：微量元素含量的测定 波长色散 X射线荧光光谱法；目的在于给出采用波长色散 X射线荧光光谱法测定氧化铝中微量元素含量的方法。

——第32部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；目的在于给出采用X-射线衍射法测定氧化铝中 α -三氧化二铝含量的方法。

——第33部分：磨损指数的测定；目的在于给出测定氧化铝磨损指数的方法。

——第34部分：三氧化二铝含量的计算方法；目的在于给出氧化铝中三氧化二铝含量的计算方法。

——第35部分：比表面积测定 氮吸附法；目的在于给出采用氮吸附法测定氧化铝比表面积的方法。

——第36部分：流动时间的测定。目的在于给出测定氧化铝中流动时间的方法。

本部分合并了 GB/T 6609.5 和 GB/T 6609.6，给出了氧化铝中氧化钠和氧化钾含量的测定方法。通过本次修订使标准的适用性更强，操作过程简便，能够更好的满足我国氧化铝检测和质量控制的要求，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑的作用。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第5部分 氧化钠和氧化钾含量的测定

1 范围

本文件描述了氧化铝中氧化钠含量和氧化钾含量的测定方法。

本文件适用于氧化铝中氧化钠含量和氧化钾含量的测定。方法一测定范围： Na_2O %：0.01%~1.00%； K_2O %：0.002%~0.12%；方法二测定范围： Na_2O %：0.001%~1.00%； K_2O %：0.002%~0.20%。

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 火焰光度法

4.1 方法概述

试样用硼酸、淀粉高温熔结，使钠、钾转变为硼酸盐，用水浸出后，分离不溶物，加入正丁醇做增感剂，用火焰光度法测定氧化钠、氧化钾的含量。

4.2 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 所规定的二级水。

4.2.1 硼酸：优级纯。

4.2.2 氯化钠：将基准氯化钠置于铂坩埚中，于 500 °C 灼烧 2 h，置于干燥器（4.3.4）中，冷却至室温。

4.2.3 氯化钾：将基准氯化钠置于铂坩埚中，于 500 °C 灼烧 2 h，置于干燥器（4.3.4）中，冷却至室温。

4.2.4 淀粉：如空白值较高，用倾泻法以水反复洗涤提纯后，用无水乙醇洗涤两次，晾干，研细后备用。

4.2.5 盐酸（1+19）。

4.2.6 硼酸溶液（29 g/L）。

4.2.7 正丁醇：将 500 mL 正丁醇置于 1000 mL 分液漏斗中，加入 150 mL 水，震荡 3 min，分层后，弃去水相。再用水萃取两次（每次用水约 75 mL）。

4.2.8 氧化钠、氧化钾标准溶液：称取 1.8859 g 氯化钠（4.2.2）及 0.1583g 氯化钾（4.2.3）溶于水中，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 mg 氧化钠及 0.1 mg 氧化钾。标准溶液贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.9 氧化钠、氧化钾标准溶液：移取 50.00 mL 氧化钠、氧化钾标准溶液（4.2.8）于 500 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 0.1 mg 氧化钠及 0.01 mg 氧化钾。

4.2.10 氧化钠、氧化钾工作溶液：于一组 1000 mL 容量瓶中，按表 1 加入氧化钠和氧化钾标准溶液（4.2.8 或 4.2.9），依次加入 300 mL 硼酸溶液（4.2.6）及 70 mL 正丁醇（4.2.7），加水至 950 mL 左右，振荡，使正丁醇溶解后，用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

表 1

加入氧化钾、氧化钠标准溶液（4.2.8）量/mL	加入氧化钾、氧化钠标准溶液（4.2.9）量/mL	工作溶液中氧化钠的浓度/（mg/50 mL）	工作溶液中氧化钾的浓度/（mg/50 mL）
0	0	0	0
—	10.00	0.05	0.005
—	30.00	0.15	0.015
—	50.00	0.25	0.025
10.00	—	0.50	0.05
15.00	—	0.75	0.075
20.00	—	1.00	0.10
30.00	—	1.5	0.15
40.00	—	2.0	0.20
50.00	—	2.5	0.25

4.3 仪器设备

- 4.3.1 铂坩埚：30 mL，带盖。
- 4.3.2 高温炉：1100 °C±20 °C。
- 4.3.3 火焰光度计：乙炔-空气火焰。
- 4.3.4 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

4.4 试样

- 4.4.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。
- 4.4.2 试样预先在 300 °C±10 °C 烘干 2h，置于干燥器（4.3.4），冷却至室温。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表 2 称取试样（4.4），精确至 0.0001 g。

表 2

氧化钠含量 /%	试料/g	试剂量/g		氧化钾含量 /%	试料/g	试剂量/g	
		硼酸	淀粉			硼酸	淀粉
0.01~0.10	1.0000	1.83	0.8	0.002~0.01	1.0000	1.83	0.8
0.10~1.00	0.5000	1.50	0.5	0.01~0.12	0.5000	1.50	0.5

4.5.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料（4.5.1）置于铂坩埚（4.3.1）中，按表2加入熔剂量，搅匀，盖上坩埚盖，置于高温炉（4.3.2）中。从室温升温至1100℃±20℃，保温10 min，取出。

4.5.4.2 将坩埚置于电热板低温处，加入沸水，加热至近沸，使熔块松动，将熔块及溶液移至150 mL烧杯中，用擦棒将坩埚壁上的沉淀擦下，并用热水洗净，洗涤液并入烧杯中，控制溶液体积不超过70 mL。将烧杯置于电热板上加热至微沸，用平头玻璃棒将熔块压细，保持微沸10 min，取下，置于冷水槽中冷却至室温。将溶液及沉淀移至100 mL容量瓶中，用水洗净烧杯，洗涤液并入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。用中速定量滤纸过滤[滤纸及漏斗预先用盐酸（4.2.5）及热水洗涤4次~5次，再用初始部分滤液洗涤2次~3次。

4.5.4.3 移取40.00 mL滤液于50 mL容量瓶中，加入3.50 mL正丁醇（4.2.7），振荡，使正丁醇混匀，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.4.4 将试液和系列标准溶液于火焰光度计（4.3.3）Na波长：589 nm~590 nm、K波长：766 nm~770 nm处测量氧化钠、氧化钾含量，按照所用仪器的特性，选择适宜的测量条件，以水调零，测量发射强度并减去随同试料空白溶液的发射强度，由工作曲线上查出相应的氧化钠、氧化钾含量。

4.5.5 工作曲线的绘制

将氧化钠、氧化钾工作溶液（4.2.10）与试液同时于火焰光度计上波长589 nm~590 nm处测量氧化钠含量，于波长766 nm~770 nm处测量氧化钾含量，用水调零，测量吸光度。以工作溶液中钠、钾的吸光度减去“零”浓度标准溶液中钠的吸光度后，以氧化钠含量或氧化钾含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

氧化钠或氧化钾的含量以质量分数 $\omega_{(Na_2O/K_2O)}$ 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$\omega_{Na_2O/K_2O} = \frac{m_1 \cdot V_0 \cdot 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——自工作曲线上查得的氧化钠含量或氧化钾含量，单位为毫克（mg）；
- m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；
- V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——试液的总体积，单位为毫升（mL）。

4.7 精密度

4.7.1 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*）情况不超过 5%，重复性限（*r*）按以下数据采用线性内插法求得。

表 3 重复性限

$\omega(\text{Na}_2\text{O})/\%$	重复性限（ <i>r</i> ）/%	$\omega(\text{K}_2\text{O})/\%$	重复性限（ <i>r</i> ）/%
0.0441	0.0037	0.0038	0.0004
0.275	0.013	0.0283	0.0019
0.932	0.045	0.0632	0.0048
/	/	0.102	0.006

4.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4 允许差

$\omega(\text{Na}_2\text{O})/\%$	允许差/%	$\omega(\text{K}_2\text{O})/\%$	允许差/%
0.010~0.040	0.008	0.002~0.01	0.0015
>0.040~0.15	0.02	>0.01~0.02	0.004
>0.15~0.40	0.05	>0.02~0.04	0.007
>0.40~0.70	0.06	>0.04~0.08	0.01
>0.70~1.00	0.07	>0.08~0.12	0.015

5 火焰原子吸收光谱法

5.1 方法概述

将试料用磷酸-硫酸溶解（溶样方法 I）或将试样置于微波消解系统中用硫酸高温、高压消解（溶样方法 II），使用空气-乙炔火焰，试液引入原子吸收光谱仪，分别在波长 589.0 nm、766.5 nm 处测定氧化钠、氧化钾的吸光度，并计算氧化钠、氧化钾量。

5.2 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 所规定的二级水。

- 5.2.1 铝 [$\omega(\text{Al}) \geq 99.99\%$]，预先用少许稀硝酸浸泡，再用水洗去硝酸，以无水乙醇或丙酮冲洗两次，晾干。
- 5.2.2 氯化钠：将基准氯化钠置于铂坩埚中，于 500 ℃灼烧 2 h，置于干燥器（5.3.3）中，冷却至室温。
- 5.2.3 氯化钾：将基准氯化钾置于铂坩埚中，于 500 ℃灼烧 2 h，置于干燥器（5.3.3）中，冷却至室温。
- 5.2.3 磷酸（ $\rho 1.69 \text{ g/mL}$ ）。
- 5.2.4 硫酸（ $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ ）。
- 5.2.5 硫酸（1+2）。

5.2.6 氧化铝基体溶液 (12.5 mg/mL) :

5.2.6.1 氧化铝基体溶液 I :称取 3.306 g 铝(5.2.1)于 500 mL 石英烧杯中,加入 125 mL 磷酸(5.2.3),25 mL 硫酸(5.2.4),盖上表皿,于电炉(5.3.2)上缓慢加热溶解试料。待试料完全溶解后,立即取下冷却至 40 °C~70 °C,用热水冲洗表皿,洗涤液并入原烧杯中。再用热水将试液洗入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至溶液体积约为 400 mL,混匀,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。

5.2.6.2 氧化铝基体溶液 II :称取 3.306 g 铝(5.2.1)于 500 mL 石英烧杯中,分次加入总量为 250 mL 硫酸(5.2.5),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。

5.2.7 氧化钠、氧化钾标准溶液:分别称取 1.8858 g 氯化钠(5.2.2)、0.3166g 氯化钾(5.2.3)于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 2000 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 0.5 mg 氧化钠和 0.1 mg 氧化钾。

5.2.8 氧化钠、氧化钾标准溶液:移取 10.00 mL 氧化钠、氧化钾标准贮存溶液(5.2.7)于 100 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 0.05 mg 氧化钠和 0.01 mg 氧化钾。

5.2.9 氧化钠标准溶液:移取 10.00mL 氧化钠溶液(5.2.8)于 50 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 0.01 mg 氧化钠。

5.3 仪器设备

5.3.1 石英烧杯: 50 mL。

5.3.2 电炉: 加垫耐火板。

5.3.3 干燥器: 用新活性氧化铝作干燥剂。

5.3.4 原子吸收光谱仪, 附钠、钾空心阴极灯。

凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

特征浓度: 在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中, 氧化钠、氧化钾的特征浓度应不大于 0.015 $\mu\text{g/mL}$ 。

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”浓度溶液)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, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比, 应不小于 0.7。

5.3.5 微波消解仪, 升温程序见附录 A。

5.3.6 烘箱, 额定温度不小于 350°C, 控制精度 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。

5.4 试样

5.4.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.4.2 试样预先在 300 °C $\pm$ 10 °C 烘干 2 h, 置于干燥器(5.3.3)中冷却至室温。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

根据试样中氧化钠和氧化钾含量, 按表 5 称取相应质量 (m_0) 试样(5.4), 精确至 0.0001 g。

表 5

测试元素	质量分数 ω /%	试料质量 m_0 /g	测试体积 V /mL
Na ₂ O	0.0010~0.010	0.25	50
Na ₂ O K ₂ O	0.010~0.10 0.0020~0.020	0.25	100
Na ₂ O K ₂ O	0.10~1.0 0.020~0.20	0.25	250

5.5.2 平行试验

独立地进行二次测定，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料（5.5.1）做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 选择以下任一方法进行样品的溶解：

——溶样方法 I：将试料（5.5.1）置于 50 mL 石英烧杯中，加入 5.0 mL 磷酸（5.2.3）和 1.0 mL 硫酸（5.2.4），盖上表皿，在电炉（5.3.2）上边摇边加热溶解。待试料完全溶解后，立即取下冷却至 40℃~70℃，用热水冲洗表皿，洗涤液并入原烧杯中。再用热水将试液洗入表 5 中相应体积的容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶样方法不适用于质量分数为 0.0010%~0.010% 的氧化钠和 0.002%~0.020% 的氧化钾的测定。

——溶样方法 II：将试料（5.5.1）置于微波消解仪的消解罐内，加入 10 mL 硫酸（5.2.5），盖好盖子，装入微波消解仪，按照设定好的程序溶解后，取出消解罐，将溶液移入表 5 中相应体积的容量瓶中，用水洗净反应杯，洗涤液并入容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.2 按仪器工作条件在原子吸收光谱仪上，分别于波长 589.0 nm 或 766.5 nm 处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，测量氧化钠或氧化钾的吸光度，将所测试液吸光度减去随同试料空白的吸光度后，从工作曲线上查得相应氧化钠或氧化钾含量。

5.5.5 工作曲线的绘制

氧化钠质量分数为 0.0010%~0.010% 之间时，分别移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 的氧化钠标准溶液（5.2.9），置于一组 50 mL 容量瓶中，根据不同的溶样方法，加入对应的 20 mL 氧化铝基体溶液（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

氧化钠质量分数为 0.010%~0.10% 之间、氧化钾质量分数为 0.002%~0.020% 之间时，分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的氧化钠、氧化钾标准溶液（5.2.8），置于一组 100 mL 容量瓶中，根据不同的溶样方法，加入对应的 20 mL 氧化铝基体溶液（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

氧化钠质量分数为 0.10%~1.0% 之间、氧化钾质量分数为 0.020%~0.20% 之间时，分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化钠、氧化钾标准溶液（5.2.7），置于一组 250 mL 容量瓶中，根据不同的溶样方法，加入对应的 20 mL 氧化铝基体溶液（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

在原子吸收光谱仪上，以水调零，测量吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度。以系列标准溶液的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.5.6 试验数据处理

氧化钠或氧化钾的含量以质量分数 $\omega_{(\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O})}$ 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$\omega_{\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_1 ——从工作曲线上查得的试液中氧化钠或氧化钾的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查得的随同试料空白溶液中氧化钠或氧化钾的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试料的质量，单位为克（g）；

V ——试液的体积，单位为毫升（mL）。

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。

5.7 精密度

5.7.1 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，在表 6 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 ）情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 6 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 6 重复性限

$\omega(\text{Na}_2\text{O})/\%$	$r/\%$	$\omega(\text{K}_2\text{O})/\%$	$r/\%$
0.0039	0.0005	0.0067	0.0014
0.0315	0.0025	0.0594	0.0042
0.369	0.018	0.117	0.013
0.799	0.021	/	/

5.7.2 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，在表 7 给出的平均值范围内，两个测试结果绝对差值不大于再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 7 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 7 再现性限

$\omega(\text{Na}_2\text{O})/\%$	$R/\%$	$\omega(\text{K}_2\text{O})/\%$	$R/\%$
0.0039	0.0007	0.0067	0.0020
0.0315	0.0055	0.0594	0.0059
0.369	0.022	0.117	0.015
0.799	0.035	/	/

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
- 本文件编号；
- 溶样方法；
- 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)

表 A.1 微波消解仪参考工作参数

升温时间/min	温度	功率/W
10	室温至 120℃	1800
20	120 至 220℃	
30	220℃	
