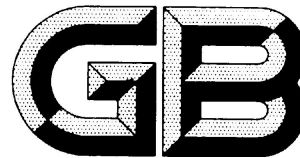


ICS 71.100.10

CCS H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.13-202X

代替 GB/T 6609.13-2004

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第 13 部分：氧化钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods and determination of physical performance of
alumina

Part 13: Determination of calcium oxide contents

Flame atomic absorption spectrometry method

(送审稿)

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

本文件是按照 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13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：比面积的测定 氮吸附法；
- 第36部分：流动时间的测定。

本文件代替 GB/T 6609.13-2004《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第13部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量》，与 GB/T 6609.13-2004 相比，除了结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 将方法中“一氧化氮-乙炔火焰”修改为“空气-乙炔火焰”（见第2章，2004版的第2章）；
- b) 增加了氯化镧溶液的配制方法（见4.4）；
- c) 修改了铝基体的配制方法，将“丙酮”修改为“无水乙醇”，删除“加入1滴汞助溶”。（见4.5，2004版的3.4）；

- d) 增加了仪器“微波消解仪”（见 5.2）；
- e) 修改了样品称样量，由“0.5g”修改为“0.25g”（见 7.1，2004 版 6.1）；
- f) 增加了溶样方法 II——微波消解溶样方法（见 7.4）；
- g) 增加了溶样方法 II 工作曲线的绘制（见 7.5）；
- h) 更改了“分析结果的计算”为“数据处理”，增加了数值修约执行 GB/T 8170。（见第 8 章，2004 版的第 7 章）；
- i) 将允许差修改为再现性限（见 9.2，2004 版的 8.2）；
- j) 删除“质量保证与控制”，增加“试验报告”（见第 10 章，2004 版的第 9 章）；
- k) 增加“聚四氟乙烯密闭溶样器”装置图（见附录 A）。

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、贵州省分析测试研究院、昆明冶金研究院有限公司、中铝（郑州）铝业有限公司、中铝中州铝业有限公司、中铝山西新材料有限公司。

本文件主要起草人：

本文件所代替或废止的文件的历次版本发布情况为：

——1986 年首次发布为 GB/T 6609.13-1986《氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钙量》；2004 年第一次修订；

——本次为第二次修订。

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：比表面积的测定 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。

GB/T 6609.13 给出了氧化铝中氧化钙含量的测定。本次修订结合当前国内外相关产品需求以及分析方法可行性要求，增加了微波消解方法进行样品前处理，改变了原标准中使用一氧化氮-乙炔火焰进行原子吸收测定的方法。修订后的标准适用性更强，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 13 部分：氧化钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了氧化铝中氧化钙含量的测定方法。

本文件适用于氧化铝中氧化钙含量的测定。测定范围：0.0050%~0.15%。

2 规范性引用文件

下列文件中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 方法概述

试料采用聚四氟乙烯密封溶样器或微波消解仪进行溶解，在释放剂锶盐或镧盐的存在下，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 422.7nm 处测定氧化钙吸光度，按工作曲线法计算氧化钙的含量。

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 规定的一级水。

5.1 盐酸（1+1）。

5.2 硫酸（1+2）。

5.3 氯化锶溶液（100g/L）：称取 100g 氯化锶（ $\text{SrCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）用水溶解并稀释至 1000mL，混匀，贮于聚乙烯瓶中。

5.4 氯化镧溶液（50g/L）：称取 29.32g 氧化镧（高纯）于烧杯中，分次加入盐酸，使氧化镧溶解，定容于 500mL 容量瓶中，此溶液含有氯化镧为 50g/L。

5.5 铝基体溶液（20mg/mL）：

——铝基体溶液 I：称取 5.295g 高纯铝屑（ $w_{\text{Al}} \geq 99.999\%$ ，预先用少许稀硝酸浸泡，用水洗去硝酸，以无水乙醇冲洗两次，晾干）置于 500 mL 烧杯中，加入 300 mL 盐酸（5.1），待剧烈反应停止后，将烧杯置于电热板上缓慢加热至溶解完全，冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 氧化铝。

——铝基体溶液 II：称取 5.295g 高纯铝屑（ $w_{\text{Al}} \geq 99.999\%$ ，预先用少许稀硝酸浸泡，用水洗去硝酸，以无水乙醇冲洗两次，晾干）置于 500mL 烧杯中，加入 330 mL 硫酸（5.2），待剧烈反应停止后，

将烧杯置于电热板上缓慢加热至溶解完全，冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 氧化铝。

5.6 氧化钙标准贮存溶液：称取 1.7847 g 基准碳酸钙（预先在 105℃ 烘干 2h，并于干燥器中冷却至室温）置于 500 mL 烧杯中，加入 10 mL 水和 20 mL 盐酸（5.1），待溶解完全后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。转入聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

5.7 氧化钙标准溶液：移取 25.00 mL 氧化钙标准贮存液（5.6），置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。转入贮存于聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化钙。

6 仪器

6.1 聚四氟乙烯密封溶样器：见附录 A 图 A.1。

6.2 微波消解仪。

6.3 原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，氧化钙的特征浓度不大于 0.5 μg/mL。

——精密度：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 1.5%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度的标准溶液）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内比应不小于 0.8。

6.4 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

7 样品

样品研磨混匀后通过 125 μm 标准筛，预先在 300℃ ± 10℃ 烘箱中烘干 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 0.25 g 样品（7），精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

平行地做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1 溶样方法 I

将试料置于聚四氟乙烯溶样器的反应杯中，加入 8.0 mL 盐酸（5.1），盖严，装入聚四氟乙烯密封溶样器中，加盖。将溶样器装入钢套中，上紧钢套盖。置于烘箱中升温至 240℃ ± 3℃，保温 5 h，取出，

自然冷却至室温。取出反应杯，将溶液移入 50 mL 容量瓶中，用水洗净反应杯，洗涤液并入容量瓶中，加入 5.0 mL 氯化锑溶液（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 溶样方法 II

将试料置于微波消解仪的消解罐内，加入 10 mL 硫酸（5.2），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 50 mL 容量瓶中，用水洗净反应杯，洗涤液并入容量瓶中，加入 5.0 mL 氯化镉溶液（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 测试

将按照 8.4 制备的分析试液和随同试料所做的空白试验溶液（8.3）于原子吸收光谱仪波长 422.7nm 处，用空气—乙炔火焰，以水调零，测量其吸光度，从工作曲线上查得相应的氧化钙质量浓度。

8.6 工作曲线的绘制

8.6.1 采用溶样方法 I 时，移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 氧化钙标准溶液（5.7）置于一组 50 mL 容量瓶中，加入 12.5 mL 铝基溶液（5.5.1），8 mL 盐酸（5.1）和 5 mL 氯化锑溶液（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

8.6.2 采用溶样方法 II 时，移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 氧化钙标准溶液（5.7）置于一组 50 mL 容量瓶中，加入 12.5 mL 铝基溶液（5.5.2），10 mL 硫酸（5.2）和 5 mL 氯化镉溶液（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

9 试验数据处理

氧化钙含量以氧化钙的质量分数 w_{CaO} 计，按公式（1）计算。

$$w_{CaO} = \frac{(c - c_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——自工作曲线上查得的氧化钙质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu g/mL$ ）；
- c_0 ——自工作曲线上查得空白试液中氧化钙质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu g/mL$ ）；
- V ——测量试液的体积，单位为毫升（mL）；
- m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

10 精密度

10.1 重复性限

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 ）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（ r ）

w_{CaO} %	0.0091	0.017	0.040	0.090	0.13
----------------	--------	-------	-------	-------	------

r %	0.0012	0.0018	0.0035	0.0058	0.011
----------	--------	--------	--------	--------	-------

10.2 再现性限

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 2 数据采用线性内插法或者外延法求得。

表 2 再现性限（ R ）

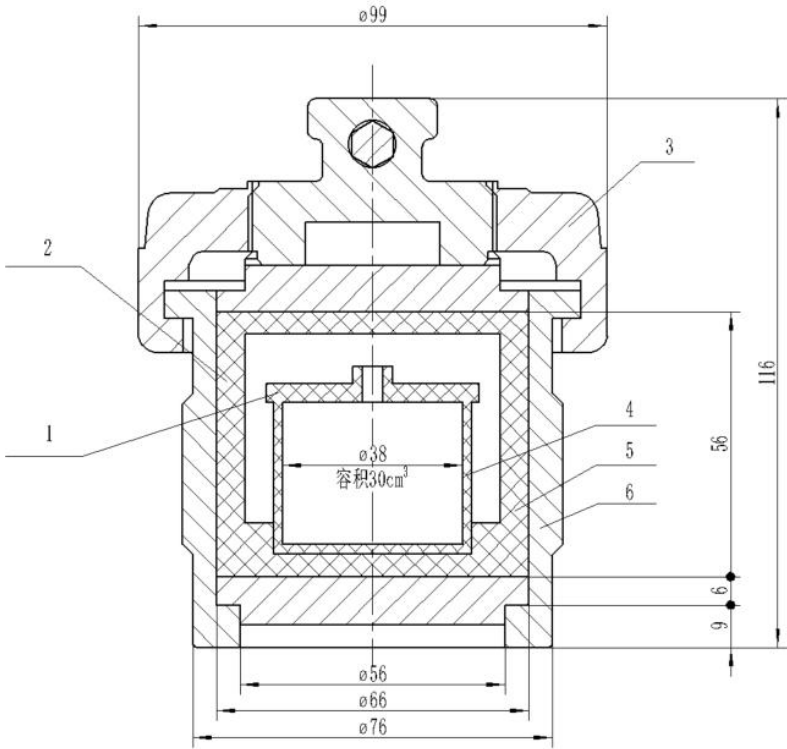
w_{CaO} %	0.0091	0.017	0.040	0.090	0.13
R %	0.0017	0.0026	0.0051	0.0086	0.017

11 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
(规范性)
聚四氟乙烯密封溶样器



- 标引序号说明：
- 1——聚四氟乙烯反应杯盖；
 - 2——聚四氟乙烯溶样器盖；
 - 3——钢套盖；
 - 4——聚四氟乙烯反应杯；
 - 5——聚四氟乙烯溶样器；
 - 6——钢套。

图 A. 1 聚四氟乙烯密封溶样器