



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.13—2004  
代替 GB/T 6609.13—1986

---

## 氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 火焰原子吸收光谱法 测定氧化钙含量

Chemical analysis methods and  
determination of physical performance of alumina—  
Determination of calcium oxide content  
—Flame atomic absorption spectrophotometric method

(ISO 2069:1976 NEQ)

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 13 部分。

本标准是对 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》的重新确认,除编辑性整理外,其内容基本没有变化。

本标准非等效采用 ISO 2069:1976《主要用于铝生产的氧化铝 钙含量的测定 火焰原子吸收法》。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.13—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司贵州分公司起草。

本标准主要起草人:钟燕、胡新、林蔚柏。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.13—1986。

# 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

## 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量

### 1 范围

本标准规定厂氧化铝中氧化钙含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化钙含量的测定。测定范围:0.005%~0.150%。

### 2 方法原理

试料于聚四氟乙烯密封溶样器中,加盐酸恒温溶解后,在消电离剂钠离子和释放剂锶盐的存在下,使用一氧化二氮—乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处测定氧化钙吸光度。

### 3 试剂

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 钠溶液:称取 18.859 g 氯化钠(预先于 300℃ 烘干 2 h,并于干燥器(4.3)中冷却至室温),用适量水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钠。

3.3 氯化锶溶液:称取 100 g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀,贮于聚乙烯瓶中。

3.4 铝基体溶液:称取 10.588 g 高纯铝屑(99.999%),预先用少许浓硝酸浸泡,用水洗去硝酸,以丙酮冲洗两次,晾干)置于 500 mL 烧杯中,加入 160 mL 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ ),1 滴纯汞,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 40 mg 氧化铝。

3.5 氧化钙标准贮存溶液:称取 1.784 7 g 基准碳酸钙(预先在 250℃ 烘干 2 h,并于干燥器(4.3)中冷却至室温)置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 水和 20 mL 盐酸(3.1),待溶解完全后移入 1 000 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 氧化钙。

3.6 氧化钙标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存液(3.5),置于 1 000 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 氧化钙。

3.7 氧化钙标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.6),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  氧化钙(用时配制)。

### 4 仪器、装置及器具

4.1 聚四氟乙烯密封溶样器:见 GB/T 6609.7—2004 中图 1。

4.2 原子吸收光谱仪,附一氧化二氮—乙炔燃烧器及钙空心阴极灯。

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,Ca 的特征浓度应不大于 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。

——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