ICS 29.050
Q 51

DB23

黑 龙 江 省 地 方 标 准

DB 23/T 3328—2022

天然鳞片石墨中微量三氧化二铝含量测定 铬天青S分光光度法

2022-08-22发布 2022-09-21实施

黑龙江省市场监督管理局 发布

目　　次

前言 I
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　原理 1
4　试剂和材料 1
5　仪器和设备 2
6　取样与制样 2
7　预处理 2
8　标准曲线绘制 2
9　分析步骤 2
10　分析结果计算 3
11　精密度 3

前　　言

本文件依据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》的规则起草。

请注意本文件的某些部分可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。本文件由黑龙江省工业和信息化厅提出。

本文件由黑龙江石墨产品标准技术委员会归口。

本文件起草单位： 黑龙江全测检验有限公司、哈尔滨市标准化研究院、鸡西市石墨产品质量监督检验检测中心[国家石墨产品质量检验检测中心（黑龙江）]

本文件主要起草人：吕国良、高成伟、李锋、刘卫东、胡正明、高祥涛、张宇、贺佳、潘云升、王小溪、马友秋、张婷婷、杨琳、孟蝶、吴丹、张爽、李洋、刘洋、张雷。

本文件首次发布。

天然鳞片石墨中微量三氧化二铝含量的测定　铬天青S分光光度法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1　范围

本文件规定了铬天青S分光光度法测定天然鳞片石墨中微量三氧化二铝含量的原理、试剂材料、仪器和设备、试样制取、校准曲线、分析步骤、结果计算、精密度。

本文件适用于天然鳞片石墨中微量三氧化二铝含量的测定。测定范围（质量分数）：0.01% ～0.75%

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 3518　鳞片石墨

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170　数据修约规则与极限数值的表示和判定

3　原理

将天然鳞片石墨试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融，稀盐酸提取。取部分试液，以锌-EDTA掩蔽铁、锰等离子，以六次甲基四胺为缓冲溶液，在pH值为5.7时，铝与铬天青S生成紫红色络合物，于分光光度计波长545nm处测量吸光度，利用标准工作曲线法计算三氧化二铝质量分数。钛干扰可加过氧化氢溶液消除。

4　一般规定

4.1　本文件所用水,除非另有说明，在分析中仅使用确认为GB/T6682规定的三级水。

4.2　溶液浓度为摩尔浓度或1L溶液中含有的质量（g/L）。如（1+1）、（1+2）、（m+n）等系指溶质体积与水体积之比。所用溶液除特殊指明外，均为水溶液。

4.3　除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂，用于标定的试剂，仅使用确认为基准试剂或者可实现量值溯源的有证标准物质。除非另有说明,分析中所用的酸和氨水仅使用确认为浓酸或者浓碱。

4.4　分析试样在105℃～110℃烘干至恒重后进行分析。

4.5　数值修约按GB/T8170的规定。

5　试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的三级水。

5.1　混合熔剂：取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨，混匀。

5.2　盐酸（1+5）：量取100mL盐酸加500mL水 。

5.3　盐酸溶液（1+14）：量取 20 mL 盐酸（质量分数 36%）,加入 280m L 水,混匀。

5.4　锌-EDTA 溶液，称取 1.276g 氧化锌（含量不低于 99.9%，称量前于 800℃灼烧 20min 并于干燥器中冷却到室温）于 250 mL 烧杯中，加入 100mL 水，6mL 盐酸（1+1）,加热溶解，冷却至室温；另称取 5.58gEDTA 于 500mL 烧杯中，加 200mL 水，加 5mL 氨水（1+1）加热溶解，冷却到室温。将两溶液混合均匀，用盐酸（1+1）和氨水（1+1）调节溶液 pH 值为 5～6，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5　六次甲基四胺缓冲溶液（250g/L）：称取 25g 六次甲基四胺溶于水稀释至 100mL。

5.6　氟化铵溶液（5g/L）：称取 0.5g 氟化铵溶于水稀释至 100mL 后贮存在塑料瓶中。

5.7　过氧化氢溶液（3%）：吸取 8.8mL 过氧化氢（30%）用水稀释至 100mL。

5.8　铬天青 S 溶液(1g/L)，用乙醇（1+9）配制，溶液配制后使用时间不超过一周。

5.9　铝（以三氧化二铝计）标准溶液

5.9.1　称取0.1058g金属铝（含量不低于99.99%）于聚四氟乙烯烧杯中，加50mL氢氧化钠溶液（200g/L），低温加热溶解，冷却。加盐酸（1+1）中和至呈酸性后再过量20mL，加热至溶液清亮,冷却。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液三氧化二铝含量为200μg/mL。

5.9.2　移取20.00mL三氧化二铝（4.9.1）于1000mL容量瓶中，加10mL盐酸（1+1）。用水稀释至刻度，混匀。此溶液含三氧化二铝4.0μg/mL。

6　仪器和设备

6.1　电热鼓风干燥箱。

6.2　干燥器（内装有效干燥剂,如硅胶）。

6.3　高温炉：温度范围 0 ℃～1100 ℃，精度±5 ℃。

6.4　分析天平：精度 0.1 mg。

6.5　分光光度计：波长 350nm～800nm。

6.6　恒温水浴锅：温度室温～100 ℃，精度为±1 ℃。

7　取样与制样

7.1　试样的采取

天然鳞片石墨按 GB/T 3518 规定执行。

7.2　试样的制备

将所采取的试样用四分法或缩分器缩减至 1000 g，再破碎至样品全部通过 150 μm 筛，用四分法或缩分器缩减至 100 g，再研磨至样品全部通过 75 μm 筛，用四分法或缩分器缩减至 50 g，充分拌匀，备用。

8　预处理

8.1　试样预处理

将制备好的试样（6.2）在 105 ℃±2 ℃干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

9　标准曲线绘制

9.1　分别吸取三氧化二铝标准使用液（4.9.2 ）0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL于 50mL 容量瓶中 。(此三氧化二铝系列标准使用液质量浓度分别为 0.00μg/mL、0.08μg/mL、0.16μg/mL、0.32μg/mL、0.48μg/mL、0.64μg/mL)中分别加入 0.5mL 过氧化氢后加入 5mL 锌-EDTA 溶液(4.4)混匀，放置 3min，加 2mL 铬天青 S 溶液（4.8）加入 5mL 六次甲基四胺（4.5)，用水稀释至刻度，混匀。放置 20min。

9.2　参比溶液：操作同 8.1，在加铬天青 S 溶液（4.8）前加 0.5mL 氟化铵溶液（4.6）

9.3　标准溶液和参比溶液于波长 545 nm 处，选择合适的比色皿测定吸光度。以标准溶液的吸光度为纵坐标，以三氧化二铝标准溶液质量（μg/mL）为横坐标，绘制标准曲线。

10　分析步骤

称取预处理的试样（7.1）0.5 g～2.0 g（精确到 0.1mg） ，置于预先盛有 3.0g 混合熔剂（4.1）铂金坩埚中，再覆盖 1.0g(4.1),混合熔剂。将铂金坩埚置于炉温低于 300℃的高温炉中，盖上铂盖（留一缝隙)。将炉温升至 950℃～1000℃，保持 10min，取出放到耐火板上冷却到室温。将铂坩埚及盖置于 300mL 烧杯中，用水冲洗铂坩埚外壁及坩埚盖后加 75mL 盐酸（4.2)，低温加热浸出熔块。用水洗出铂坩埚和铂盖。低温加热至试液清亮，冷却到室温。移入 250mL 容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

吸取 5.0mL 按 8.1、8.2、8.3 操作，同时做空白试验。

11　分析结果计算

试样中三氧化二铝含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_2 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100 \qquad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω——试样中三氧化二铝的含量，用质量百分数（%）表示；

ρ_1——查标准曲线得到试样的三氧化二铝含量，单位为微克（μg/mL）；--

ρ_0——查标准曲线得到的空白试样三氧化二铝含量，单位为微克（μg/mL）；

V_2-----测定试样的体积，单位毫升（mL）；

V_1-----分取试液体积，单位毫升（mL）；

V ----试液体积，单位毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

测试结果取两个平行试样分析结果的平均值，保留到两位有效数字。

12　精密度

三氧化二铝测定的重复性限和再现性限按表 1 规定执行

表 1 三氧化二铝的精密度

三氧化二铝质量分数/%	重复性限 ω_{Al_2O3}	再现性限 ω_{Al_2O3}
<0.01	0.002(绝对)	0.004(绝对)
≥0.10	10%(相对)	20%(相对)