

中华人民共和国

国家标准

氧化锆、氧化钪中钠量的测定
(火焰原子吸收分光光度法)

GB 2590.5 — 81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，可不加消电离剂，用波长5890 Å线以空气—乙炔火焰原子吸收测定。钠量小于0.1%的试样用标准加入法；钠量大于0.1%的试样则使用标准曲线法。

测定范围：0.01~1%。

2. 试剂与仪器

硫酸铵：优级纯。

硫酸（比重1.84）：优级纯。

钠标准溶液：

（甲）称取2.5421克氯化钠（已在400~450℃灼烧到无爆烈声），溶于水，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含1.00毫克钠。

（乙）移取25.00毫升溶液（甲），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克钠。

（丙）移取25.00毫升溶液（乙），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含10微克钠。

原子吸收分光光度计：所用仪器的灵敏度必须满足钠为0.006微克/毫升/1%吸收。

3. 分析步骤

标准加入法（适于钠含量0.01~0.1%的试样分析）：

称取0.1000~1.0000克试样，置于100毫升干烧杯中，加入一定量的硫酸（比重1.84）和硫酸铵¹，盖上表皿，在电炉上加热至试样完全溶解。冷却，用水吹洗表皿及杯壁并稀释至约25或50毫升，混匀，冷却，用水移入50或100毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀²。移取试液3份，分别置于3个100毫升容量瓶中，分取量应使最终溶液中钠的浓度约为0.2微克/毫升。于其中二个容量瓶中，分别加入2.00毫升、4.00毫升钠标准溶液（丙），用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，用波长5890 Å线，以空气—乙炔火焰，测其吸光度³。按标准加入法以同样手续作空白试验。用作图外延法分别求出分取试样溶液和空白溶液中的钠量。

钠的百分含量按下式计算：

$$\text{Na}(\%) = \frac{(r_1 - r_2) \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： r_1 、 r_2 ——用作图外延法分别求出分取试样溶液和空白溶液中的钠量（微克）；

V ——试液总体积（毫升）；

V_1 ——分取试液体积（毫升）；

W ——称样量（克）。

标准曲线法（适于钠含量0.1~1%的试样分析）：

称取0.1000克试样(随同试样做试剂空白),置于100毫升干烧杯中,加入3毫升硫酸(比重1.84)和2克硫酸铵,盖上表皿,在电炉上加热至试样完全溶解。冷却,用水吹洗表皿及杯壁并稀释至约50毫升,混匀。冷却,用水移入100毫升容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀²。移取部分溶液于另一个100毫升容量瓶中,使钠浓度在0.2~1.0微克/毫升范围内,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,用5890Å线,以空气—乙炔火焰,测其吸光度³。

工作曲线的绘制:

从空白试液中分取部分溶液(与试样溶液分取量相同),置于6个100毫升容量瓶中,分别加入0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00毫升钠标准溶液(丙),用水稀释至刻度,摇匀,与试样同时测其吸光度;绘制工作曲线。

钠的百分含量按下式计算:

$$\text{Na}(\%) = \frac{C \times V_2 \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中: C——自工作曲线上查得的钠浓度(微克/毫升);

V——试液总体积(毫升);

V₁——分取试液体积(毫升);

V₂——测定溶液体积(毫升);

W——称样量(克)。

4. 允许差

钠含量(%)	允许差(%)
0.010~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.600	0.030
>0.600~1.000	0.060

注: ① 0.1~0.2克试样,则需加入3毫升硫酸(比重1.84)和2克硫酸铵;0.5克试样加入5毫升硫酸(比重1.84)和3克硫酸铵;1克试样加入10毫升硫酸(比重1.84)和5克硫酸铵。

② 若溶液混浊,需放置澄清后分取。

③ 使用WFX-1B型原子吸收分光光度计(北京第三光学仪器厂制造)时,其工作条件如下:

波长 (Å)	灯电流 (毫安)	狭缝 (毫米)	燃烧器高度 (毫米)	乙炔流量 (升/分钟)	空气流量 (升/分钟)	阻尼
5890	2	0.1	10	1.2	6.0	2

工作时应根据所使用的仪器选择最佳条件。