

原子吸收法测定氧化铝中氧化钠方法的改进

李 莉

(青海桥头铝电有限公司,青海 西宁 810100)

摘 要:氧化铝中氧化钠含量的测定,一般采用加入正丁醇作为增感剂,然后用原子吸收火焰光度法测定,该方法除测定周期长外,正丁醇对人体健康有极大危害。文章提出了不加正丁醇而采用高灵敏度原子吸收光谱仪直接测定氧化铝中氧化钠含量的改进方法,结果表明:改进后的方法稳定性、重现性都与传统方法一样,而且缩短了测量时间,减少了有机试剂对环境的影响,适合批量检测工作的分析需求。

关键词:氧化铝;氧化钠;正丁醇;原子吸收光谱仪

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-5540(2009)04-0068-03

氧化铝作为电解铝生产的主要原料,其杂质含量的测定一直是各电解铝行业原料复检的主要项目。其中氧化钠含量的测定,在原来 GB6608.5-1986^[1]的基础上,修订为 GB/T6609.5-2004^[2]。但是,两个版本的分析检测中试样都是用硼酸、淀粉高温熔结,使钠转变为硼酸盐,用水浸出后,分离不溶物,加入正丁醇作增感剂^[3],以降低硼对钠的负干扰,用火焰光度法测定氧化钠含量。

该方法在检测过程中加入的有机试剂正丁醇,对人体有不同程度的伤害^[4]。而且使用该方法分析周期长,对生产起不到及时的指导作用。

本文重点研究了在 GB/T6609.5-2004 原子吸收火焰光度法测定的基础上,不加入正丁醇,直接采用灵敏度相对较高的原子吸收光谱仪^[5]测定氧化铝中氧化钠含量。使用该方法操作快速方便,缩短了分析周期,结果稳定性高,适合批量检测工作的分析需求。

1 实验部分

1.1 实验主要仪器及测量条件

SOLAAR-AA 型原子吸收光谱仪^[5](美国热电集团公司);钠空心阴极灯。

火焰类型:空气-乙炔火焰;灯电流:7.5 mA;波

长 589.6 nm;光谱通带宽度:0.2 nm;燃烧器高度:7.0 mm;燃烧头稳定时间:1 min;雾化器提升时间:4 s;燃气流量:1.1 L/min。

1.2 主要试剂

硼酸;淀粉;盐酸(1+19);钠标准溶液(0.1 mg/mL),这些试剂均为优级纯,水为离子交换水,符合 GB6682-1992《分析实验室用水规格》的要求。

1.3 实验方法

1. 熔融试样:根据氧化钠含量在 0.10%~1.20% 范围之间,依据分析检测标准的要求,准确称取 0.500 g 试样、1.500 g 硼酸和 0.500 g 淀粉于铂坩埚中,混匀,置于高温炉中,在 1 100 °C 熔融 10 min,取出。

2. 溶解试样:将铂坩埚置于低温处,加入沸水,使熔块松动,移入烧杯中(洗涤液并入烧杯中),保持微沸 10 min,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。分取 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀^[6]。(GB/T6609.5-2004 中在该步骤中加入 3.5 mL 正丁醇,振荡,混匀并定容)。

3. 工作曲线:分取 0.1 mg/mL 钠标准溶液/mL:1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。(GB/T6609.5-2004 中在该步骤中加入 3.5 mL 正丁醇,振荡,混匀并定容)。

4. 测定试样:将试液和氧化钠标准溶液同时于原子吸收光谱仪波长 589~590 nm 处,按照所用仪

作者简介:李 莉(1977-),女,助理工程师,主要从事冶金分析检测工作。

器的特性选择适宜的测量条件,以水调零,测量钠的吸光度并减去随同试样空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化钠量。

2 结果与讨论

在同一实验室,一定时间段内,由不同的分析人员使用同一设备对同一样品进行测定,并对测定结果统计分析,以检查分析方法的长期稳定性^[7]。并将改进后的方法与原国家标准方法进行对比试验,以检验它的准确度。

2.1 重复性实验

从2008年3月到5月,对氧化铝标准样品(编号:Al₂O₃-2,山东冶金科学研究院)进行15次重复性实验。实验结果列于表1。

表1 氧化铝标样中氧化钠含量测定数据统计表

测定次数	$X_{标准}/\%$	$X_{测定}/\%$	测定误差/ $\%$	线性相关系数 r
1	0.31	0.32	0.01	0.998 1
2	0.31	0.31	0.00	0.999 0
3	0.31	0.31	0.01	0.998 1
4	0.31	0.30	-0.01	0.996 6
5	0.31	0.33	0.02	0.999 2
6	0.31	0.30	0.01	0.995 4
7	0.31	0.30	0.01	0.995 1
8	0.31	0.30	0.01	0.997 1
9	0.31	0.30	-0.01	0.997 0
10	0.31	0.32	0.01	0.997 3
11	0.31	0.31	0.00	0.999 1
12	0.31	0.33	0.02	0.999 1
13	0.31	0.32	0.01	0.998 9
14	0.31	0.32	0.01	0.997 6
15	0.31	0.31	0.00	0.999 0

根据表1,可计算出该标准样品15次重复测定数据计算出平均结果 $\bar{X} = 0.31\%$, 标准偏差 $S = 0.011 02\%$, 相对标准偏差 $CV = 0.035 5\%$ 。利用 t 检验法^[7]对分析方法的可靠性进行检验,计算值小于临界值 $t_{0.95}(14)1.761$,表明 \bar{X} 与 $X_{标准}$ 无显著性差异。因此认为所选用的改进方法可靠,数据重复性符合检测标准的要求。

2.2 对比性实验

从2008年6月到8月,对需要复检的45批氧化铝常规分析试样进行方法改进前后对比测定试验,测定结果列于表2。

表2 方法改进前后比对实验数据统计表

试样编号	测定时间	原方法测定值/ $\%$	新方法测定值/ $\%$	测定误差/ $\%$
Al ₂ O ₃ -1	2008-06-05	0.39	0.42	-0.03
Al ₂ O ₃ -2	2008-06-05	0.39	0.40	-0.01
Al ₂ O ₃ -3	2008-06-11	0.41	0.40	0.01
Al ₂ O ₃ -4	2008-06-11	0.46	0.43	0.03
Al ₂ O ₃ -5	2008-06-11	0.42	0.37	0.05
Al ₂ O ₃ -6	2008-06-11	0.37	0.32	0.05
Al ₂ O ₃ -7	2008-06-20	0.31	0.33	-0.02
Al ₂ O ₃ -8	2008-06-20	0.42	0.41	0.01
Al ₂ O ₃ -9	2008-06-20	0.42	0.38	0.04
Al ₂ O ₃ -10	2008-06-20	0.32	0.34	-0.02
Al ₂ O ₃ -11	2008-06-20	0.40	0.42	-0.02
Al ₂ O ₃ -12	2008-06-20	0.39	0.39	0.00
Al ₂ O ₃ -13	2008-07-09	0.38	0.39	-0.01
Al ₂ O ₃ -14	2008-07-09	0.42	0.42	0.00
Al ₂ O ₃ -15	2008-07-09	0.40	0.38	0.02
Al ₂ O ₃ -16	2008-07-11	0.33	0.35	-0.02
Al ₂ O ₃ -17	2008-07-11	0.34	0.32	0.02
Al ₂ O ₃ -18	2008-07-11	0.40	0.39	0.01
Al ₂ O ₃ -19	2008-07-16	0.38	0.36	0.02
Al ₂ O ₃ -20	2008-07-16	0.42	0.40	0.02
Al ₂ O ₃ -21	2008-07-16	0.42	0.38	0.04
Al ₂ O ₃ -22	2008-07-16	0.39	0.38	0.01
Al ₂ O ₃ -23	2008-07-18	0.40	0.40	0.00
Al ₂ O ₃ -24	2008-07-18	0.31	0.34	-0.03
Al ₂ O ₃ -25	2008-07-23	0.39	0.43	-0.04
Al ₂ O ₃ -26	2008-07-23	0.32	0.34	-0.02
Al ₂ O ₃ -27	2008-07-23	0.37	0.40	-0.03
Al ₂ O ₃ -28	2008-07-24	0.34	0.38	-0.04
Al ₂ O ₃ -29	2008-07-24	0.32	0.32	0.00
Al ₂ O ₃ -30	2008-07-24	0.33	0.33	0.00
Al ₂ O ₃ -31	2008-07-24	0.34	0.34	0.00
Al ₂ O ₃ -32	2008-07-24	0.40	0.41	-0.01
Al ₂ O ₃ -33	2008-07-24	0.38	0.39	-0.01
Al ₂ O ₃ -34	2008-07-29	0.59	0.60	-0.01
Al ₂ O ₃ -35	2008-07-29	0.40	0.41	-0.01
Al ₂ O ₃ -36	2008-07-29	0.42	0.42	0.00
Al ₂ O ₃ -37	2008-08-06	0.38	0.40	-0.04
Al ₂ O ₃ -38	2008-08-06	0.37	0.40	-0.03
Al ₂ O ₃ -39	2008-08-06	0.33	0.38	-0.05
Al ₂ O ₃ -40	2008-08-06	0.39	0.42	-0.03
Al ₂ O ₃ -41	2008-08-06	0.31	0.36	-0.05
Al ₂ O ₃ -42	2008-08-06	0.33	0.37	-0.04
Al ₂ O ₃ -43	2008-08-08	0.44	0.43	0.01
Al ₂ O ₃ -44	2008-08-08	0.46	0.48	-0.02
Al ₂ O ₃ -45	2008-08-08	0.46	0.44	0.02

从表 2 可以看出,利用改进方法测定的数据与传统方法测定的数据比较吻合^[8],其测定误差均 $\leq 0.05\%$,数据合格率为 100%,满足国家标准对新方法确认中置信度为 95%的要求^[8,9],说明该方法的准确度高。

2.3 环保效益

该方法的应用其环保效益是无形的,也是不可估量的,在全世界呼吁保护环境,人与自然和谐发展的今天,减少或降低各类有机试剂的排放是保护周围生态环境可持续发展最好的佐证。同时,降低有机试剂对人体健康的伤害也符合以人为本的管理理念。因此,在分析检测过程中,不使用诸如正丁醇之类的有机试剂是具有深远意义的。

3 结 论

1. 通过改进后的分析方法测定氧化铝中氧化钠杂质含量,完全能达到国家标准化学分析允许差的要求。

2. 在分析速度上,不加正丁醇使整个分析过程从原来的 1 批/4 h 变为 1 批/2.5 h,大大缩短了分析周期。

3. 从环保的角度看,不加正丁醇不仅减少了有机试剂对环境的污染,而且降低了有机试剂对人体健康的危害。

经过一段时间的实验运行,利用高分辨率高灵敏度的原子吸收光谱仪进行氧化铝中氧化钠含量的测定,准确度高,重现性好,完全满足以正丁醇作为增感剂的分析检测要求,适合投入批量检测中。

参考文献:

- [1] GB6609.5 - 1986,氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法:氧化钠含量测定[S].
- [2] GB/T6609.5 - 2004,氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法:氧化钠含量测定[S].
- [3] 夏玉宇. 化验员实用手册[M]. 北京:化学工业出版社,1999.
- [4] 化学危险品编写组. 化学危险品消防与急救手册[M]. 北京:化学工业出版社,1999.
- [5] 邓勃,何华煜. 原子吸收光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社,2004.
- [6] 陈先安,贾春仙. 火焰原子吸收法测定氧化铝中的钠[J]. 分析实验室,2000,19(1):39-41.
- [7] GB4882 - 1985,数据的统计处理和解释正态性检验[S].
- [8] GB/T6379 - 2004,测量方法与结果准确度[S].
- [9] GB8170 - 2008,数值修约规则[S].

收稿日期:2009 - 05 - 10

The Improvement of Determination of Sodium Oxide Content in Aluminum Oxide by Atomic Absorption Spectrophotometry

LI Li

(Qinghai Qiaotou Aluminum & Electric Power Co., Ltd., Xining 810100, China)

Abstract: The sodium oxide content in aluminum oxide is usually determined by atomic absorption spectrophotometry with n-butanol as sensitizer, which is time consuming and harmful to human health. This paper proposes an improved method without n-butanol to directly determine sodium oxide in aluminum oxide by highly sensitive Atomic Absorption Spectrophotometer. The results show that the improved method is as stable and reliable as the traditional one, moreover, is quicker and healthier. It can meet the demand of analysis in large quantities.

Key words: aluminum oxide; sodium oxide; n-butanol; atomic absorption spectrophotometer