



中华人民共和国电子行业标准

SJ/T 10632—1995

---

电子陶瓷原材料  
原子吸收分光光度测定法

Atomic-absorption spectrophotometry  
for electron ceramic raw materials

1995-04-22 发布

1995-10-01 实施

---

中华人民共和国电子工业部 发布

# 中华人民共和国电子行业标准

## 电子陶瓷原材料粘土、长石、菱镁矿、 方解石、白云石、滑石、石英中杂质的 原子吸收分光光度测定法

SJ/T 10632—1995

代替SJ 1853~1855~81

SJ 1857~1859~81

Atomic-absorption spectrophotometry of  
impurities in clay, feldspar, magnesite,  
calcite, dolomite, talc, quartz for  
electron ceramic raw materials

---

### 1 主题内容与适用范围

#### 1.1 主题内容

本标准规定了电子陶瓷原材料粘土、长石、菱镁矿、方解石、白云石、滑石、石英中杂质的原子吸收分光光度测定方法。

#### 1.2 适用范围

本标准适用于电子陶瓷原材料粘土、长石、菱镁矿、方解石、白云石、滑石、石英中钙、镁、铁、钾、钠氧化物的测定。

### 2 方法提要

试样经氢氟酸和高氯酸分解除硅后,用稀盐酸溶解残渣,加入释放剂氯化铯溶液消除铝对钙镁的干扰,测出吸光度,根据标准曲线计算出结果。

### 3 试剂

|          |          |      |
|----------|----------|------|
| a. 氢氟酸   | 40%      | 优级纯; |
| b. 盐酸    | 36%, 1+1 | 优级纯; |
| c. 高氯酸   | 70%      | 优级纯; |
| d. 氯化铯溶液 | 20%      | 一级纯; |
| e. 碳酸钙   | 高纯;      |      |
| f. 氧化镁   | 高纯;      |      |
| g. 氧化铁   | 高纯;      |      |
| h. 氯化钾   | 高纯;      |      |
| i. 氯化钠   | 高纯。      |      |

---

中华人民共和国电子工业部 1995-04-22 批准

1995-10-01 实施

## 4 仪器和设备

- a. 原子吸收分光光度计 波长 200~800nm, 单色器分辨率 2nm/mm;
- b. 分析天平 感量为 0.1mg, 称量应准确至 0.2mg, 量程 200g;
- c. 高温炉 1000℃ 以上;
- d. 烘箱 250℃;
- e. 容量瓶 100, 500, 1000ml;
- f. 烧杯 100, 150, 200ml;
- g. 铂皿;
- h. 电热板;
- i. 量筒;
- j. 酒精灯。

## 5 标准溶液配制

### 5.1 单元素标准储存溶液的配制

#### 5.1.1 氧化钙标准溶液: 1mg/ml

准确称取经 100℃ 烘干 2h 的碳酸钙 1.7848g, 于 100ml 烧杯中, 以水湿润, 缓慢加入 1+1 盐酸 30ml, 加热溶解后, 煮沸赶掉二氧化碳, 冷却至室温, 移入 1000ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 储于干燥塑料瓶中备用。

#### 5.1.2 氧化镁标准溶液: 1mg/ml

准确称取经 900℃ 灼烧 2h 的氧化镁 1.000g, 于 100ml 烧杯中, 加入 1+1 盐酸 20ml, 加热溶解后, 冷却至室温, 移入 1000ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 储于干燥塑料瓶中备用。

#### 5.1.3 氧化铁标准溶液: 1mg/ml

准确称取经 110℃ 烘干 2h 的三氧化二铁 1.0000g, 于 200ml 烧杯中, 加入 1+1 盐酸 50ml, 加热溶解后, 冷却至室温, 移入 1000ml 容量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 储于干燥塑料瓶中备用。

#### 5.1.4 氧化钾标准溶液: 1mg/ml

准确称取经 110℃ 烘干 2h 的氯化钾 1.5830g, 于 150ml 烧杯中, 加水溶解移入 1000ml 容量瓶中, 加入盐酸 10ml, 稀释至刻度, 摇匀, 储于干燥塑料瓶中备用。

#### 5.1.5 氧化钠标准溶液: 1mg/ml

准确称取经 110℃ 烘干 2h 的氯化钠 1.8859g, 于 150ml 烧杯中, 加水溶解移入 1000ml 容量瓶中, 加入盐酸 10ml, 稀释至刻度, 摇匀, 储于干燥的塑料瓶中备用。

### 5.2 混合标准溶液的配制

分别吸取 1mg/ml 的氧化钙、氧化铁各 100ml, 1mg/ml 的氧化钾、氧化钠各 25ml, 1mg/ml 的氧化镁 10ml 标准储存溶液, 置于 500ml 容量瓶中, 加入 10ml(1+1) 盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀, 得含氧化钙、氧化铁 0.2mg/ml、氧化钾、氧化钠 0.05mg/ml、氧化镁 0.02mg/ml 浓度的混合标准溶液, 储于塑料试剂瓶中备用。

### 5.3 混合标准溶液系列的配制

分别吸取 5.2 条的混合标准溶液 0、1、2、3、4、5……ml, 分别置于 100ml 容量瓶中, 各加入 20% 氯化锶 1.5ml, (1+1) 盐酸 10ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 得到含有氧化钙、氧化铁、氧化

钾、氧化钠及氧化镁的混合标准溶液系列。

## 6 分析步骤

6.1 准确称取经110℃烘干2h的试样0.1000g,置于铂皿中,用水湿润,加入1ml高氯酸及10ml氢氟酸,放在电热板上,蒸发至近干,用少许水冲洗铂皿内壁,再加1~2ml高氯酸,蒸发至冒高氯酸烟1~2min后取下,加入1+1盐酸10ml,加热溶解残渣至清,冷却至室温,移入100ml容量瓶中,加入20%氯化锶2.5ml,稀释至刻度,摇匀。

6.2 用含0.5%氯化锶与5%盐酸的钙、镁、铁、钾、钠氧化物标准溶液系列作比较,进行原子吸收分光光度测定。

如试样中待测元素含量较高,则将上述试液适当稀释并补加氯化锶和盐酸,以保持溶液酸度为5%,氯化锶的浓度为0.5%。

6.3 按照选定的仪器工作条件调整仪器,空心阴极灯预热20min后点燃火焰,燃烧正常后,调节空气和乙炔流量。用水或空白溶液喷雾调整零点,然后分别用标准溶液系列和试液进行喷雾,读取相应的吸光度,同一份溶液重复测定。

仪器测定条件见下表。

| 元 素 | 波 长<br>nm | 允许最大光谱通带<br>nm | 火 焰 类 型 | 火 焰 状 态 |
|-----|-----------|----------------|---------|---------|
| 钙   | 422.7     | 2              | 空气—乙炔   | 微富燃气火焰  |
| 镁   | 285.2     |                |         | 化学计量火焰  |
| 铁   | 248.3     | 1              |         |         |
| 钾   | 766.5     | 2              |         |         |
| 钠   | 589.6     |                |         |         |

注:空心阴极灯电流按出厂时规定的工作电流调整使用。

## 7 分析结果的计算

由测定标准溶液吸光度的平均值和标准溶液浓度系列,绘制标准曲线,由标准曲线查出待测元素氧化物的浓度,并按下式计算试样中各元素氧化物的百分含量。

$$M = \frac{C_X \times V \times 10^{-6}}{G} \times 100\%$$

式中:  $M$ ——试样中被测元素氧化物的百分含量;

$C_X$ ——试样溶液中元素氧化物浓度(已扣除空白),  $\mu\text{g/ml}$ ;

$G$ ——试样质量,  $\text{g}$ ;

$V$ ——试样溶液的体积,  $\text{ml}$ 。

### 附加说明:

本标准由电子工业部标准化研究所归口。

本标准由电子工业部标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人:王玉功、刘承钧、魏光云、刘秀兰、郁宝英。