



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.18—2004
代替 GB/T 6609.18—1986

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 N,N-二甲基对苯二胺分光光度法 测定硫酸根含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina
—Determination of sulfate content
—N,N-dimethyl-P-phenylenediamine spectrophotometric method

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 18 部分。

本标准是对 GB/T 6609.18—1986《氧化铝化学分析方法 N,N-二甲基对苯二胺光度法测定硫酸根含量》的重新确认,除编辑性整理外,其内容基本没有变化。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.18—1986。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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:刘祖同、王保生。

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 6609.17—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 N,N-二甲基对苯二胺分光光度法 测定硫酸根含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中硫酸根含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中硫酸根含量的测定。测定范围:0.005%~0.15%。

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,移入蒸馏器中,加入氢碘酸-次磷酸钠还原液,通氮气加热蒸馏,使硫酸根还原为硫化氢,生成的硫化氢用乙酸锌溶液吸收。然后用 N,N-二甲基对苯二胺溶液和三氯化铁溶液使生成次甲基蓝络合物,于分光光度计波长 667 nm 处测量其吸光度,借以测定硫酸根量。

3 试剂

3.1 盐酸:(8.0 mol/L),优级纯。

3.2 盐酸(1+1):优级纯。

3.3 盐酸(1+3):优级纯。

3.4 三氯化铁溶液(50 g/L):称取 50 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于预先用 1.5 mL 硫酸(1+6)酸化的水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.5 过氧化氢(1+9)。

3.6 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.7 还原剂溶液:取 500 mL 氢碘酸,加入 125 mL 冰乙酸与 62 g 次磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)置于提纯蒸馏器(4.2)中,通氮气并加热至沸,保持微沸状态 3 h 以上,冷却后盖好瓶塞,避光保存。

3.8 吸收液:称取 20.0 g 乙酸锌[(CH_3COO)₂Zn · 2H₂O]溶于已加有 3~5 滴冰乙酸的水中,再加入 12.0 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶解后,用水稀释至 1 000 mL,混匀。必要时过滤。

3.9 N,N-二甲基对苯二胺(PADA)溶液(2 g/L):称取 1.00 g N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于硫酸(5.0 mol/L)中,移入 500 mL 容量瓶中,用硫酸(5.0 mol/L)稀释至刻度,混匀。

3.10 焦性没食子酸钾溶液:称取 10 g 焦性没食子酸溶于 100 mL 水中,加入 100 mL 氢氧化钾溶液(200 g/L),混匀。

3.11 高锰酸钾-氯化汞溶液:称取 10 g 氯化汞(HgCl_2)和 4 g 高锰酸钾溶于 200 mL 水中,混匀。

3.12 硫酸根标准贮存溶液:称取 1.181 4 g 优级纯硫酸钾[预先经 110℃干燥 2 h 后,置于干燥器(4.5)中冷却至室温],置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硫酸根。

4 仪器、装置及器具

4.1 分光光度计。

4.2 提纯蒸馏器(见图 1)。