

# 中华人民共和国国家标准

## 天青石矿石中铝含量的测定 铬天青S分光光度法

Celestite ores—Determination of aluminium  
content—Chromazurol S spectrophotometric method

UDC 549.761.3  
:543.06

GB 9018.8—88

调整为: HG/T 2958.8-1988

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了铬天青S分光光度法测定天青石矿石中的铝含量。

本标准适用于氧化铝含量0.1%~1%的天青石矿石产品。

### 2 方法提要

试样经氢氧化钠熔融,盐酸浸取,以铁作载体,用六次甲基四胺使铝成氢氧化物共沉淀析出,与大量铈、钡等分离。沉淀用盐酸溶解,在乙酸盐缓冲溶液中,聚乙烯醇存在下,铝与铬天青S生成一种紫红色络合物,于分光光度计620 nm处测量其吸光度。

### 3 试剂和溶液

- 3.1 氢氧化钠(GB 629—81);
- 3.2 过氧化钠;
- 3.3 盐酸(GB 622—77):1+1溶液;
- 3.4 盐酸:1+2溶液;
- 3.5 盐酸:1+99溶液;
- 3.6 硝酸(GB 626—78):1+1溶液;
- 3.7 乙酸铵(GB 1292—77);
- 3.8 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )(GB 693—77);
- 3.9 氢氧化钾(GB 2306—80):5%溶液(不含铝),贮于塑料瓶中;
- 3.10 抗坏血酸:2.5%溶液(使用时配制);
- 3.11 甲醇(GB 683—79);
- 3.12 无水乙醇(GB 678—78);
- 3.13 六次甲基四胺(GB 1400—78):25%溶液;
- 3.14 氯化铵(GB 658—77):2%溶液;
- 3.15 甲基橙(HGB 3089—59):0.1%溶液;
- 3.16 氨水(GB 631—77):1+1溶液;
- 3.17 聚乙烯醇:4%溶液。溶解4 g聚乙烯醇于10 mL甲醇(3.11),加70 mL水,加热至沸,过滤,冷却,用水稀释至100 mL;
- 3.18 铬天青S:0.1%溶液。溶解1 g铬天青S于6 mL硝酸(3.6),加500 mL无水乙醇(3.12),200 mL水,混匀,将此溶液移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

中华人民共和国化学工业部1988-03-21批准

1988-12-01实施

此溶液能使用 14 d;

3.19 乙酸盐缓冲溶液:溶解 274 g 乙酸铵(3.7)于 400 mL 水中,溶解 109 g 乙酸钠(3.8)于 250 mL 水中,合并两种溶液,过滤,用水稀释至 1000 mL,摇匀;

3.20 氧化铝标准溶液:10.0 mg/L。称取 0.105 8 g 除去表面氧化物的金属铝(99.90%)置于烧杯中,加 25 mL 盐酸(3.3),加热溶解,蒸发溶液至湿盐状,加 5 mL 盐酸(3.3),用水冲洗烧杯,加热溶液至盐类溶解,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

吸取 25.00 mL 上述标准溶液于 500 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 10  $\mu$ g 氧化铝;

3.21 高铁溶液:称取 1.0 g 三氧化二铁(不含铝)于 250 mL 烧杯中,加 25 mL 盐酸(3.3),加热溶解,冷却,移入 1000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 试样

试样通过 0.075 mm 筛(GB 6003—85),于 105~110℃烘至恒重,置于干燥器中冷却至室温。

#### 6 分析步骤

6.1 称取 0.2~0.3 g 试样(称准至 0.000 2 g)于银坩埚中,加 3 g 氢氧化钠(3.1),少许过氧化钠(3.2),盖上坩埚盖(留一缝隙)。将坩埚置于马弗炉中,从低温升至 300℃,停留 10 min,继续升至 700℃,保持 30 min,取出冷却。将坩埚置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水,25 mL 盐酸(3.3),低温加热,浸取熔融物,取出坩埚,用水冲洗干净。加 5 mL 高铁溶液(3.21),盖上表面皿,加热至沸。

6.2 加水稀释至 100 mL,加 1~2 滴甲基橙指示液(3.15),加 5 mL 六次甲基四胺溶液(3.13),滴加氨水(3.16)中和至溶液呈黄色,再滴加盐酸(3.3)至溶液呈红色并过量 3~4 滴。在搅拌下加 20 mL 六次甲基四胺溶液(3.13),加热煮沸 1~2 min,待沉淀沉降后趁热用中速滤纸过滤,用热的氯化铵洗液(3.14)洗涤烧杯和沉淀各两次。

6.3 用 8 mL 热盐酸(3.4)溶解滤纸和烧杯残留的沉淀于 100 mL 容量瓶中,以热的盐酸洗液(3.5)洗涤滤纸数次、烧杯 3~4 次,冷却至室温,用水稀释至 100 mL,摇匀,放置澄清。吸取 5.00 mL 清液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 50 mL。

6.4 加 1 滴甲基橙指示液(3.15),在不断摇动下小心滴加氢氧化钾溶液(3.9)至溶液刚变黄色,加 6 滴盐酸(3.3)(直接滴进溶液,切忌顺壁流下),摇匀。加 2 mL 抗坏血酸溶液(3.10),摇匀,放置 5 min。沿容量瓶颈壁绕圈加 10 mL 铬天青 S 溶液(3.18),5 mL 聚乙烯醇溶液(3.17),20 mL 乙酸盐缓冲溶液(3.19),用水稀释至刻度,摇匀。

30 min 后,选用 2 cm 吸收池,于分光光度计 620 nm 处,以空白试验溶液为参比溶液测量其吸光度。

同时作空白试验。

#### 7 标准曲线的绘制

用微量滴定管量取 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 氧化铝标准溶液(3.20)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 空白试验溶液,用水稀释至 50 mL。以下按分析步骤 6.4 条进行,以试剂空白为参比溶液测量其吸光度。

以 100 mL 标准比色溶液中所含氧化铝的微克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

## 8 分析结果的计算

氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 的百分含量 ( $X$ ) 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{5}{100}} \times 100$$

式中:  $m_1$  ——标准曲线上查得氧化铝量,  $\mu\text{g}$ ;

$m$  ——试样的质量,  $\text{g}$ 。

## 9 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于下表中所示值。

|                                   |       | % |
|-----------------------------------|-------|---|
| 氧 化 铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) | 允 许 差 |   |
| 0.10~0.50                         | 0.05  |   |
| >0.50~1.00                        | 0.08  |   |

## 附加说明:

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人辜丽华。