

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 15 部分。

本标准是对 GB/T 6609.15—1986《氧化铝化学分析方法 硫氰酸铁光度法测定氯含量》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 6609.15—1986。

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山东分公司起草。

本标准主要起草人:张春青、田蕊、屈谓年。

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 6609.15—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 硫氰酸铁光度法测定氯含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中氯含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氯含量的测定。测定范围：0.000 4%~0.028 0%。

2 方法原理

试样中的氯以高温水解法使其生成氯化氢与基体分离用稀氢氧化钠溶液吸收后，加入硝酸铁溶液和硫酸汞溶液后于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度，借以测定氯含量。低价硫对测定有干扰，用高锰酸钾氧化消除。

3 试剂

3.1 硝酸(5.00 mol/L)。

3.2 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

3.3 硝酸铁溶液(300 g/L)：称取 150 g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 300 mL 硝酸(3.1)中，用水稀释至 500 mL，混匀。必要时用中速定量滤纸过滤。

3.4 硫酸亚铁溶液(20 g/L)：称取 2 g 硫酸亚铁 $[\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于预先用 1 滴硫酸(1+90)酸化的 100 mL 水中。必要时用定量滤纸过滤。

3.5 硫氰酸汞溶液(3 g/L)：称取 1.50 g 优级纯硫氰酸汞 $[\text{Hg}(\text{SCN})_2]$ 溶于甲醇中，用甲醇稀释至 500 mL。必要时用中速定量滤纸过滤。

3.6 高锰酸钾溶液(2.5 g/L)：贮于棕色滴瓶中。

3.7 氯标准贮存溶液：称取 0.164 8 g 基准氯化钠[预先于 300℃烘干 2 h，置于干燥器(4.2)中，冷却至室温]置于 150 mL 烧杯中，用水溶解，移于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氯。

3.8 氯标准溶液：移取 50.00 mL 氯标准贮存溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 氯。

4 仪器、装置及器具

4.1 测定装置同 GB/T 6609.14—2004 中图 1、图 2、图 3。

4.2 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 分光光度计。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 300℃±10℃烘干 2 h，置于干燥器(4.2)中，冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验(单独使用一支石英管),将空铂舟(11)装入石英管(15)中,按 6.4.1~6.4.5 进行空白试验,直至空白值稳定后,取其两次吸光度的平均值。

表 1

氯含量/%	试料/g
0.000 4~0.003	4.000 0
>0.003~0.007	2.000 0
>0.007~0.014	1.000 0
>0.014~0.028	0.500 0

6.4 测定

6.4.1 于吸收管(20)中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.2),按图 1 与仪器连接,检查仪器是否严密不漏气。将螺旋夹(16)旋紧,打开限流器(5)。在管(20)及管(23)中无气泡通过,表明仪器严密不漏气。将炉温升至 500℃,蒸汽发生瓶(24)的水温用调压器(21)控制于 85℃~90℃。

6.4.2 将试料(6.1)置于铂舟中铺匀,试料厚度不大于 5 mm,开启石英管磨口塞,将铂舟放入石英管内,用长钩将舟推至高温区,立即塞紧磨口塞,通气(流速为 70 mL/min~80 mL/min),逐渐将炉温升至 1 150℃,保持 40 min,停气。开启磨口塞,打开螺旋夹(16),立即用少量水洗涤石英管弯嘴处三次,每次洗涤后用吸气球抽吸收管出气口(16),将洗液吸入吸收管中。

6.4.3 取下吸收管,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,毛细管及吸收管用水洗净,洗液并入主液,向容量瓶中加入 4.0 mL 硝酸(3.1),滴加高锰酸钾溶液(3.6)至呈现稳定的微红色。用少许水冲洗瓶颈,放置,5 min 后滴加硫酸亚铁溶液(3.4)使红色褪去并过量 1 滴。

6.4.4 用移液管加入 5.00 mL 硝酸铁溶液(3.3)、5.00 mL 硫氰酸汞溶液(3.5),用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

6.4.5 将部分溶液移至 3 cm 吸收池中,于分光光度计波长 460 nm 处,以水为参比,测量其吸光度,减去空白试验溶液的吸光度的平均值,从工作曲线上查出相应的氯含量。

6.5 工作曲线的绘制

于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.1,0.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0 mL 氯标准溶液(3.8),用水稀释至 30 mL,加入 4.0 mL 硝酸(3.1)。以下按 6.4.4 进行,将部分系列标准溶液移至 3 cm 吸收池中,于分光光度计波长 460 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。将测得的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度后,以氯含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氯含量 $w(\text{Cl})(\%)$:

$$w(\text{Cl}) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的氯质量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

$w(\text{Cl})$ (%) 0.000 4 0.002 8 0.005 1

重复性限 r (%) 0.000 1 0.000 4 0.000 6

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

$w(\text{Cl})$	允许差
0.000 4~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 5	0.000 6
>0.002 5~0.006 0	0.001 2
>0.006 0~0.010 0	0.001 8
>0.010 0~0.028 0	0.002 6

9 质量保证与控制

分析时,用国家标准样品或控制标样进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。