

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 8 部分。

本标准是对 GB/T 6609.8—1986《氧化铝化学分析方法 二苯基碳酸二胍光度法测定三氧化二铬量》的重新确认,除进行编辑性整理外,其内容基本没有变化。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.8—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:都红涛、陈建立、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 6609.1—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 二苯基碳酰二胍光度法测定三氧化二铬含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中三氧化二铬含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中三氧化二铬含量的测定。测定范围:0.000 2%~0.014%。

2 方法原理

用碳酸钠-硼酸熔融试样,熔融物用硫酸溶解,以高锰酸钾将铬氧化为六价。在给定的酸度下与二苯基碳酰二胍形成紫红色络合物。于分光光度计 550 nm 处测量其吸光度,借以测定三氧化二铬量。

3 试剂

3.1 硼酸:优级纯。

3.2 无水碳酸钠:优级纯。

3.3 硫酸(2.500 mol/L)。

3.4 磷酸(1+3)。

3.5 高锰酸钾溶液(3 g/L)。

3.6 叠氮化钠溶液(2.5 g/L)。

3.7 二苯基碳酰二胍溶液(4 g/L):称取 8 g 邻苯二甲酸酐($C_8H_4O_3$),于 180 mL 无水乙醇中,置于热水浴中加热溶解。冷却后加入 0.8 g 二苯基碳酰二胍,搅拌,待溶解后用无水乙醇稀释至 200 mL(如有不溶物需过滤),混匀,贮存于棕色瓶中。溶液若呈棕黄色或红棕色需另配。

3.8 三氧化二铬标准贮存溶液:称取 0.193 6 g 基准重铬酸钾[预先在 120℃干燥 2 h,并于干燥器(4.5)中冷至室温]于 150 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硫酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 0 mg 三氧化二铬。

3.9 三氧化二铬标准溶液:移取 50.00 mL 三氧化二铬标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 三氧化二铬(用时配制)。

3.10 三氧化二铬标准溶液:移取 25.00 mL 三氧化二铬标准贮存溶液(3.8)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.5 μg 三氧化二铬(用时配制)。

4 仪器、装置及器具

4.1 铂坩埚:30 mL~50 mL,带盖。

4.2 高温炉:1 000℃±20℃。

4.3 烘箱:300℃±10℃。

4.4 分光光度计。

4.5 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先于 300℃±10℃烘 2 h,置于干燥器(4.5)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。

表 1

三氧化二铬含量/ %	试料量/g	熔剂量/g		硫酸(3.3)量/mL		吸收池/ cm
		碳酸钠(3.1.2)	硼酸(3.1.1)	加入试样	加入随同 试样空白	
0.000 2~0.001	1.000 0	2.200	1.000	21.1	9.3	3
>0.001~0.014	0.500 0	1.300	0.500	11.8	5.9	1

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。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂坩埚(4.1)中,按表 1 加入熔剂,搅匀,盖上坩埚盖,置于 700℃ 高温炉(4.2)中,升温至 1 000℃,熔融 20 min,取出稍冷。随同试料空白直接在 1 000℃ 熔融 2 min~3 min,取出稍冷。

注:如用 30 mL 坩埚熔融 1 g 试料时,700℃~1 000℃ 间升温时间应控制在 50 min~60 min。

6.4.2 向坩埚中加入沸水,在近沸点加热至熔块全部溶解,将溶液移入预先按表 1 加有硫酸(3.3)及 2 mL 磷酸(3.4)的 100 mL 烧杯中,坩埚用热水冲洗二次,洗液并入烧杯中,搅拌使沉淀溶解,坩埚中加入 1 mL 硫酸(3.3),加热水至约为坩埚容积的四分之三处,搅匀。加热至近沸,保持 15 min,将溶液并入原烧杯中,坩埚及盖用热水洗净,烧杯盖上表皿,置电热板上加热至沉淀全部溶解。

6.4.3 滴加高锰酸钾溶液(3.5)至红色并过量四滴,加热至微沸,保持 30 min,在加热过程中如红色变浅,补加高锰酸钾溶液,并控制溶液体积约为 25 mL。逐滴加入叠氮化钠溶液(3.6)至红色退去(每加一滴煮 1 min~2 min),并过量一滴,继续加热 2 min,取下稍冷,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,控制体积约为 45 mL,冷却至室温。

注:温度对络合物的稳定性影响较大,20℃ 时可稳定 2 h,25℃ 时可稳定 40 min,35℃ 只能稳定 10 min。因此,若室温高时,需要掌握比色时间,或用流水冷却至 20℃~25℃ 后显色。

6.4.4 加入 2 mL 二苯基碳酰二肼溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 3 min。按表 1 将部分溶液移至适当的吸收池中,将所测吸光度减去随同试料空白的吸光度后,从工作曲线上查出相应的三氧化二铬量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 50 mL 容量瓶中分别加入 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,7.00,9.00 mL 三氧化二铬标准溶液(3.10),加入 2 mL 硫酸(3.3)、2 mL 磷酸(3.4),用水稀释至 45 mL 左右。将部分系列标准溶液分别移入 3 cm 吸收池中,于分光光度计波长 550 nm 处,以水为参比,测量系列标准溶液的吸光度。将测得吸光度减去试剂空白溶液的吸光度后,以三氧化二铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2 于一组 50 mL 容量瓶中分别加入 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00 mL 三氧化二铬标准溶液(3.9),加入 2 mL 硫酸(3.3)、2 mL 磷酸(3.4),用水稀释至 45 mL 左右。将部分系列标准溶液分别移入 1 cm 吸收池中,于分光光度计波长 550 nm 处,以水为参比,测量系列标准溶液的吸光度。将测得吸光度减去试剂空白溶液的吸光度后,以三氧化二铬为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算三氧化二铬含量 $w(\text{Cr}_2\text{O}_3)$ (%) :

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的三氧化二铬质量,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差法求得:

$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)$ (%)	0.000 5	0.004 5	0.014 3
重复性限 r (%)	0.000 1	0.000 3	0.000 5

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

%

$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)$	允许差
0.000 20~0.000 50	0.000 15
>0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.003 0	0.000 5
>0.003 0~0.006 0	0.000 8
>0.006 0~0.010 0	0.001 4
>0.010 0~0.014 0	0.002 0

9 质量保证与控制

每次分析时或每年至少一次,用标准样品或控制样品对本部分的有效性进行校核,当失效时应找出原因。纠正错误后重新进行校核。