

ICS 71.060.01
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 23944—2009

无机化工产品中铝测定的通用方法 铬天青 S 分光光度法

Inorganic chemicals for products use—

General method for the determination of aluminium—

Chromazurol S-spectrophotometric method

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:多氟多化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、中国铝业股份有限公司
郑州研究院。

本标准主要起草人:薛旭金、刘幽若、夏俊玲、王建萍、石磊。

本标准首次发布。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

无机化工产品中铝测定的通用方法

铬天青 S 分光光度法

1 范围

本标准规定了无机化工产品中铝测定的通用方法——铬天青 S 分光光度法的方法提要、安全提示、一般规定、试剂、仪器设备、分析步骤和结果计算。

本标准适用于无机化工产品中铝含量的测定,检测范围为 $0.02 \mu\text{g/mL} \sim 0.2 \mu\text{g/mL}$ 。附录 A 中列出了干扰元素。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

3 方法提要

试样经处理后,形成溶液,在 pH 值约 5.5 的乙酸-乙酸钠缓冲介质中, Al^{3+} 与铬天青 S 及溴化十六烷基三甲胺反应生成蓝色三元络合物,于分光光度计波长 640 nm 处测定吸光度,计算铝含量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有危害性,操作时须小心谨慎!必要时需在通风橱中操作。如溅到皮肤上应立即用水冲洗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2 中规定进行制备。

6 试剂

6.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH 值为 5.5 ± 0.1 。

称取 34.0 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 450 mL 水中,加入 2.0 mL 冰乙酸,调至 pH 值为 5.5,用水稀释至 500 mL 。

6.2 铬天青 S 溶液: 0.25 g/L 。

称取 0.0500 g 铬天青 S 溶于 100 mL 无水乙醇中,用水稀释至 200 mL 。

6.3 溴化十六烷基三甲胺溶液: 0.2 g/L 。

称取 0.0200 g 溴化十六烷基三甲胺,用水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。必要时加热助溶。

6.4 抗坏血酸溶液: 10 g/L 。

称取 1.0 g 抗坏血酸,用水溶解,稀释至 100 mL (一星期内使用)。

6.5 铝标准溶液:每毫升含铝(Al)0.001 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 1.00 mL 上述铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

7 仪器

分光光度计

带有光程为 1 cm 的比色皿。

8 分析步骤

8.1 试验溶液的制备

称样量和制备试验溶液的方法按相关产品标准中的规定进行。

8.2 空白试验溶液的制备

制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

8.3 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,分别加入 1.0 mL 抗坏血酸溶液、2.0 mL 溴化十六烷基三甲胺溶液,轻轻混匀,加入 1.0 mL 铬天青 S 溶液,轻轻混匀,加入 10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀后,用水稀释至刻度。

室温下放置 30 min,以水为参比,用 1 cm 比色皿,于 640 nm 波长处测量其吸光度。以加入铝标准溶液中铝的质量(mg)为横坐标,吸光度(减去试剂空白溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

8.4 测定

移取一定量的试验溶液(8.1)和同样体积的空白试验溶液(8.2),按操作步骤 8.3 从“分别加入 1.0 mL 抗坏血酸溶液……”开始进行操作,于工作曲线上查出对应的铝的质量。

9 结果计算

铝含量以铝(Al)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \frac{V_1}{V}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铝的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铝的质量的数值,单位为毫克(mg);

V_1 ——测定时所移取的试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——配制的试验溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

结果计算中保留两位有效数字。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对值符合产品标准规定。

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列的允许差。

表 1

铝的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 5	0.000 5
0.001 5~0.003 5	0.001 0
0.003 5~0.005	0.002 0

附 录 A
(资料性附录)
干扰离子的消除

A.1 常见的阴离子如 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 HCO_3^- 、 F^- 、 SiO_3^{2-} 、 Cl^- 等均不干扰测定。

A.2 在测定过程中,如有离子干扰,可参照表 A.1 中给出的方法消除干扰,也可参照与所分析产品有关的标准中给出的方法消除干扰。

表 A.1 消除干扰方法

元素	消除干扰方法(加入掩蔽剂、络合剂等)
Ag	柠檬酸盐,硫脲, CN^- , I^- , Cl^- , SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NH_3 等
As	柠檬酸盐,酒石酸盐, S^{2-} , $\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{HCl}$, OH^- 等
Au	柠檬酸盐, CN^- , I^- , Br^- , Cl^- , CNS^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, NH_3 , 硫脲等
B	酒石酸盐,柠檬酸盐,草酸盐,抗坏血酸,三磷酸盐, I^- , SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, Cl^- , F^- , OH^- 等
Ba	柠檬酸盐,酒石酸盐, F^- , $\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} 等
Be	柠檬酸盐,酒石酸盐,乙酰丙酮, F^- 等
Bi	乙酸乙酯萃取,或氢溴酸与铋生成易挥发的溴化铋
Ca	酒石酸盐,多磷酸盐, F^- , I^- , CN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 等
Cd	硫代硫酸钠,柠檬酸盐,酒石酸盐,丙二酸盐,邻菲罗啉等
Co	离子交换,或柠檬酸盐,酒石酸盐,丙二酸盐,邻菲罗啉等
Cr	强酸冒烟去除,或甲酸盐,乙酸盐,柠檬酸盐,酒石酸盐,抗坏血酸等
Cu	盐酸羟胺,抗坏血酸+碘化钾,柠檬酸盐,酒石酸盐,邻菲罗啉,吡啶羧酸等
Fe	抗坏血酸,柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,丙二酸盐,氨基磺酸,硫脲,乙酰丙酮,邻菲罗啉等
Hg	乙酸乙酯萃取,或柠檬酸盐,酒石酸盐,抗坏血酸,抗坏血酸,硫脲等
Mg	强酸冒烟去除,或柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,乙二醇,六偏磷酸盐等
Mn	盐酸、氯化铵沉淀过滤去除,或柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐等
Mo	柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,乙酰丙酮, F^- , $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$, H_2O_2 , SCN^- , 甘露醇,氧化为 MoO_4^{2-} , 抗坏血酸,盐酸羟胺等
Ni	氟仿萃取,或柠檬酸盐,酒石酸盐,丙二酸盐,邻菲罗啉,吡啶羧酸, F^- , SCN^- , CN^- 等
Pb	硫代硫酸钠
Se	酒石酸盐,柠檬酸盐, F^- , I^- , SO_2^{3-} , S^{2-} , 还原剂等
Si	硝酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟除硅,硫酸冒烟除硅;或氢氟酸-硝酸-硫酸处理,使游离硅及二氧化硅生成挥发性的四氟化硅逸出
Sn	强酸冒烟去除,或柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐, F^- , I^- , Cl^- , OH^- , PO_4^{3-} , 用溴水氧化等
Ti	用氟仿萃取,或甘露醇,抗坏血酸,柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,乙酸盐,乙酰丙酮,葡萄糖酸盐,甘露醇, H_2O_2 等
V	硝酸或氢氟酸溶解,或酒石酸盐,草酸盐,抗坏血酸,盐酸羟胺,甘露醇等
W	柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,甘露醇, H_2O_2 , 磷酸盐,还原剂等
Zn	盐酸羟胺,柠檬酸盐,乙二醇,甘油,邻菲罗啉等
Zr	柠檬酸盐,酒石酸盐,草酸盐,水杨酸盐,磺基水杨酸等