



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.3—2004
代替 GB/T 6609.3—1986

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Determination of silicon dioxide content—
Molybdenum blue photometric method

(ISO 1232:1976 NEQ)

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 3 部分。

本标准是对 GB/T 6609.3—1986《氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量》的修订。修订的内容是:

——为适应氧化铝产品质量的变化情况,将方法的测定范围由原来的 0.01%~0.30% 修订为 0.005%~0.30%,并相应修订了允许差。

——为简化操作手续,增加了抗坏血酸作为第二种还原剂。

本标准非等效采用 ISO 1232:1976《主要用于铝生产的氧化铝 硅含量的测定 钼蓝光度法》,主要技术差异如下:

——将国际标准中关于试样的分解,称样 5 g 于大铂皿中用碳酸钠和硼酸熔融,制成 250 mL 或 500 mL 酸性试液从中分取测定,修改为称样 0.5 g 制成 100 mL 试液,溶剂和酸化试剂不变,用量相应缩减。

——国际标准控制显色酸度 pH 为 0.85~0.90,是在 pH 计指示下,测定每份试液的加酸量,然后另外分取试液按所测定的加酸量加酸显色。本部分通过试验采用固定加酸量的方法控制显色酸度,省去了用 pH 计逐个测定加酸量的手续。

——显色剂硅钼酸的显色速度和稳定性与温度有较大影响,国际标准规定了温度 18℃~35℃ 时的显色时间,修改后只规定了温度 20℃~25℃ 时显色时间为 10 min~15 min。

——磷钒共存时,由于形成磷钒钼酸产生正干扰,方法原理类似 ISO 1232:1976 加了注明。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.3—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:陈金魁、裴存燕、屈谓年、冯志好。

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 6609.3—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中二氧化硅含量的测定。测定范围:0.005%~0.30%。

2 方法原理

试料用碳酸钠-硼酸熔融,将熔融物用硝酸溶解后,在 pH 0.80~0.85 的硝酸介质中,使硅酸与钼酸形成硅钼杂多酸。然后,在酒石酸-硫酸介质中,用氨基磺酸或抗坏血酸选择还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 815 nm 处,测量其吸光度,借以测定二氧化硅量。

磷、钒共存($V_2O_5 + P_2O_5$) $\leq 0.02\%$ (质量分数)时对测定无影响。

3 试剂

3.1 硼酸:优级纯。

3.2 碳酸钠:无水,优级纯。

3.3 硫酸:(1+1)。

3.4 硝酸:(3.00 mol/L)。

3.5 混合酸:称取 33.0 g 酒石酸溶于水中,加水至 60 mL,混匀(必要时过滤)。加硫酸(3.3)至 1 000 mL,混匀。如溶液发黄需另配。

3.6 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 溶液(100 g/L):必要时过滤,如沉淀较多需重配。贮存于聚乙烯瓶中。

3.7 还原剂

3.7.1 还原剂一,氨基磺酸溶液:将 7.00 g 无水亚硫酸钠溶解于 50 mL 水中,加入 1.50 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($C_{10}H_9NO_4S$),搅拌使之溶解。在另一烧杯中,将 90.00 g 无水偏重亚硫酸钠($Na_2S_2O_5$)溶解于 900 mL 水中。将两种溶液合并,并稀释至 1 000 mL,混匀。使用前用慢速定量滤纸过滤。此溶液低温避光贮存于聚乙烯瓶中,可稳定 20 天。

3.7.2 还原剂二,抗坏血酸 $[C_6H_8O_6]$ 溶液(20 g/L):使用时配制。

3.8 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 基准试剂二氧化硅[预先用玛瑙研钵研细,于 1 000℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.6)中冷却至室温],置于铂坩埚中,加入 5.0 g 碳酸钠(3.2),搅匀,再覆盖 0.5 g,盖上坩埚盖,置于 950℃高温炉中熔融 12 min,取出稍冷。加入热水,低温加热待熔块松动后,将溶液和熔块移入聚四氟乙烯烧杯(4.3)中,用热水充分洗净坩埚和盖。将烧杯置于电热板(4.4)上,加热至熔块全部溶解后,取下冷却至室温。将溶液移入预先加有约 600 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 二氧化硅。

3.9 二氧化硅标准溶液:移取 25.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 25 μ g 二氧化硅。使用时配制。

3.10 基体溶液:称取 13.0 g 碳酸钠(3.2)缓慢加入预先盛有 253 mL 硝酸(3.4)的 1 000 mL 烧杯中,加入 36.8 g 硝酸铝 $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$ 、5.0 g 硼酸(3.1),加水至约 500 mL,加热煮沸,滴加高锰酸钾