

ICS 71.100.10  
H 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.18—2004  
代替 GB/T 6609.18—1986

GB/T 6609.18—2004

## 氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 N,N-二甲基对苯二胺分光光度法 测定硫酸根含量

Chemical analysis methods and  
determination of physical performance of alumina  
—Determination of sulfate content  
—N,N-dimethyl-P-phenylenediamine spectrophotometric method

中华人民共和国  
国家标准  
氧化铝化学分析方法  
和物理性能测定方法  
N,N-二甲基对苯二胺分光光度法  
测定硫酸根含量  
GB/T 6609.18—2004

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

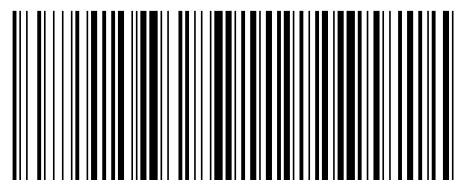
网址 www.bzcs.com  
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2004年6月第一版 2004年6月第一次印刷

\*  
书号:155066·1-20954 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 6609.18—2004

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 18 部分。

本标准是对 GB/T 6609.18—1986《氧化铝化学分析方法 N,N-二甲基对苯二胺光度法测定硫酸根含量》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 6609.18—1986。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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贵州分公司起草。

本标准主要起草人:刘祖同、王保生。

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 6609.17—1986。

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);  
 $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);  
 $V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

## 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:

$w(\text{SO}_4^{2-})$  (%) 0.074 1 0.180 0.752  
 重复性限  $r$  (%) 0.005 3 0.020 0.060

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1 %

$w(\text{SO}_4^{2-})$	允许差
0.005~0.010	0.003
>0.010~0.030	0.006
>0.030~0.060	0.010
>0.060~0.150	0.02

## 9 质量保证与控制

分析时,应用国家标准样品或行业级标样,校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

# 氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 N,N-二甲基对苯二胺分光光度法 测定硫酸根含量

## 1 范围

本标准规定了氧化铝中硫酸根含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中硫酸根含量的测定。测定范围:0.005%~0.15%。

## 2 方法原理

试料于聚四氟乙烯密封溶样器中,加盐酸恒温溶解后,移入蒸馏器中,加入氢碘酸-次磷酸钠还原液,通氮气加热蒸馏,使硫酸根还原为硫化氢,生成的硫化氢用乙酸锌溶液吸收。然后用N,N-二甲基对苯二胺溶液和三氯化铁溶液使生成次甲基蓝络合物,于分光光度计波长667 nm处测量其吸光度,借以测定硫酸根量。

## 3 试剂

- 3.1 盐酸:(8.0 mol/L),优级纯。
- 3.2 盐酸(1+1):优级纯。
- 3.3 盐酸(1+3):优级纯。
- 3.4 三氯化铁溶液(50 g/L):称取50 g三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于预先用1.5 mL硫酸(1+6)酸化的水中,用水稀释至1 000 mL,混匀。
- 3.5 过氧化氢(1+9)。
- 3.6 氢氧化钠溶液(20 g/L)。
- 3.7 还原剂溶液:取500 mL氢碘酸,加入125 mL冰乙酸与62 g次磷酸钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )置于提纯蒸馏器(4.2)中,通氮气并加热至沸,保持微沸状态3 h以上,冷却后盖好瓶塞,避光保存。
- 3.8 吸收液:称取20.0 g乙酸锌 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于已加有3~5滴冰乙酸的水中,再加入12.0 g乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),溶解后,用水稀释至1 000 mL,混匀。必要时过滤。
- 3.9 N,N-二甲基对苯二胺(PADA)溶液(2 g/L):称取1.00 g N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐( $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于硫酸(5.0 mol/L)中,移入500 mL容量瓶中,用硫酸(5.0 mol/L)稀释至刻度,混匀。
- 3.10 焦性没食子酸钾溶液:称取10 g焦性没食子酸溶于100 mL水中,加入100 mL氢氧化钾溶液(200 g/L),混匀。
- 3.11 高锰酸钾-氯化汞溶液:称取10 g氯化汞( $\text{HgCl}_2$ )和4 g高锰酸钾溶于200 mL水中,混匀。
- 3.12 硫酸根标准贮存溶液:称取1.181 4 g优级纯硫酸钾[预先经110℃干燥2 h后,置于干燥器(4.5)中冷却至室温],置于100 mL烧杯中,加水溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$ 硫酸根。

## 4 仪器、装置及器具

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 提纯蒸馏器(见图1)。