

ICS 71.100.10  
H 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.3—2004  
代替 GB/T 6609.3—1986

GB/T 6609.3—2004

## 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)

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  
钼蓝光度法测定二氧化硅含量  
GB/T 6609.3—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 0.5 字数 10 千字

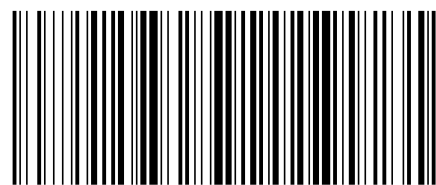
2004年6月第一版 2004年6月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-20939 定价 8.00 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 6609.3—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

溶液(1.0 g/L)至呈明显的红色并在 2 min 内不褪色,再过加 2 滴,加热至红色褪去。冷却后用水稀释至 1 000 mL,混匀。用中速定量滤纸过滤后备用。

#### 4 仪器、装置及器具

- 4.1 铂坩埚:30 mL,带盖。
- 4.2 高温炉:1 000℃±20℃。
- 4.3 聚四氟乙烯烧杯:150 mL,带盖。
- 4.4 电热板:用调压器控制加热温度不高于 250℃。
- 4.5 分光光度计。
- 4.6 干燥器:用活性氧化铝作干燥剂。
- 4.7 烘箱:300℃±10℃。

#### 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(4.6)中,冷却至室温。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

称取 0.500 0 g 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。

##### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂坩埚(4.1)中,加入 0.50 g 硼酸(3.1)和 1.30 g 碳酸钠(3.2),用铂勺搅匀,盖上坩埚盖,置于约 700℃的高温炉(4.2)中,升温至 1 000℃±20℃熔融 20 min,取出稍冷。空白试验直接在 1 000℃熔融 2 min~3 min 后,取出稍冷。

6.4.2 向坩埚中加入沸水,加热至近沸使熔块全部溶解,将溶液移入预先盛有 22.3 mL(空白试验则为 12.6 mL)硝酸(3.4)的 150 mL 聚四氟乙烯烧杯(4.3)中,坩埚用热水冲洗两次,用聚四氟乙烯棒搅拌使沉淀尽量溶解,坩埚和盖用 3.0 mL 硝酸(3.4)和热水充分洗净,洗涤液并入烧杯中,盖上表皿,置电热板(4.4)上加热至沸,待沉淀完全溶解后,取下,置冷水槽中冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗涤液并入容量瓶中,并用水稀释至刻度,混匀(此溶液也可用以测定氧化铁含量)。

6.4.3 分取 25.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,加入 2.4 mL 硝酸(3.4)[如试样中二氧化硅大于 0.12%时,分取 10.00 mL 试液,加 3.5 mL 硝酸(3.4),对应做空白试验],用水稀释至约 60 mL,混匀。

6.4.4 向容量瓶中加入 5.0 mL 钼酸铵溶液(3.6),用水冲洗瓶颈,并使体积为 70 mL,混匀。于 20℃~25℃放置 10 min~15 min,加入 15.0 mL 混合酸(3.5),混匀,立即加入 4.0 mL 氨基磺酸溶液(3.7.1)或 5.0 mL 抗坏血酸溶液(3.7.2),用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

6.4.5 将部分溶液移入 1 cm~2 cm 吸收池中,于分光光度计波长 815 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。

注:亦可用 2 cm~3 cm 吸收池,于波长 700 nm 处测量其吸光度。

6.4.6 将所测得试料溶液的吸光度,减去随同空白试验溶液的吸光度后,根据试料溶液的分取量,从对应基体溶液体积的工作曲线(6.5.1)或(6.5.2)上,查出相应的二氧化硅量。

## 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,熔剂和酸化试剂不变,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。