

中华人民共和国国家标准

离子交换膜法氢氧化钠中三氧化二铝含量的测定 分光光度法

GB/T 11200.2—89

Membrane process sodium hydroxide—Determination
of aluminium oxide content—Spectrometric method

本标准参照采用国际标准 ISO 6353/1—1982《化学分析试剂第一部分：通用方法》中的 GM9 规定的方法。

1 主题内容及适用范围

本标准规定了离子交换膜法氢氧化钠中三氧化二铝含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二铝含量为 0.000 1%~0.005% 的产品。

2 引用标准

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

3 原理

在 pH4~5 的乙酸介质中，铝与铝试剂（玫红三羧酸铵）生成微红色络合物，加入保护胶，使溶液颜色稳定，用分光光度计或目视比浊法测定吸光度。

4 试剂和材料

用分析纯试剂和二次蒸馏水或相应纯度的水。

4.1 盐酸(GB 622)溶液：15% (m/m)。量取 35 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL。

4.2 冰乙酸(GB 676)溶液：30% (m/m)。

4.3 抗坏血酸溶液：10% (m/m)。

4.4 乙酸铵(GB 1292)。

4.5 乙酸(GB 676)-乙酸铵(GB 1292)缓冲溶液：pH=4~5，按 GB 603 配制。

4.6 铝试剂溶液：0.05% (m/V)。称取 0.25 g 铝试剂(HGB 3331)和 5 g 阿拉伯树胶粉(4.7)，用温热水溶解，再加入 87 g 乙酸铵(4.4)，溶解后，加 145 mL 盐酸(4.1)，稀释至 500 mL，必要时过滤，使用期一个月。

4.7 阿拉伯树胶粉。

4.8 铝标准溶液：0.1 mg/mL。称取 1.759 g 硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (GB 1275)，置于烧杯中，加水溶解后，全部移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.9 铝标准溶液：0.01 mg/mL。吸取 50.0 mL 铝标准溶液(4.8)，注入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液在使用时配制。

5 仪器和设备

一般实验室仪器和分光光度计。

6 试样溶液的制备

称取 50 g 氢氧化钠试样,称准至 0.01 g,溶于 200 mL 水中,稀释至 250 mL(溶液 I)。

吸取 100 mL(溶液 I),用盐酸中和至中性(pH 试纸指示),冷却后,稀释至 200 mL(溶液 II)。

7 试验程序

7.1 空白试验

空白试验与样品测定同时进行,其测定手续和所用试剂量均与测定样品时相同,只是不加中和试样用的盐酸。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 标准比色液的配制

依次吸取 0.0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8, 2.0 mL 铝标准溶液(4.8),分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 乙酸(4.2)、1.0 mL 抗坏血酸(4.3),摇匀,再加 10.0 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.4),摇匀,然后加 3.0 mL 铝试剂(4.6),用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min 显色。

7.2.2 标准比色溶液吸光度的测定

用分光光度计(第 5 章)于波长 530 nm 处测定,以水调整分光光度计零点,选用 3 cm 吸收池进行吸光度测定。

7.2.3 标准曲线的绘制

从标准比色溶液吸光度中扣除试剂空白的吸光度,以 50 mL 标准比色溶液中铝的质量(μg)为横坐标,以其对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

8 试样溶液吸光度的测定

吸取 10 mL 试样溶液(第 6 章)的溶液 II,置于 50 mL 容量瓶中,加 1.0 mL 乙酸(4.2)、1.0 mL 抗坏血酸(4.3),摇匀,再加 10.0 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.4),摇匀,然后再加 3.0 mL 铝试剂(4.6),用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min 显色,以下按 7.2.2 进行。

9 试验结果的计算

由标准曲线(7.2.3)上查出所测试样吸光度相对应的铝的质量(μg),则三氧化二铝的百分含量(x)按下式计算:

$$x = \frac{250 \times 200 \times m_1}{m_0 \times 1000} \times 10^{-4} \times 1.8895 = \frac{50 m_1}{m_0} \times 1.8895$$

式中:1.8895——铝换算为三氧化二铝的系数;

m_0 ——试样质量,g;

m_1 ——由标准曲线(7.2.3)上查出所测试样吸光度相对应的铝质量, μg 。

10 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值不应超过 0.00025%。

取其平均值为测定结果。

附加说明：

本标准由全国化学标准化技术委员会提出。

本标准由化工部锦西化工研究院技术归口。

本标准由化工部锦西化工研究院负责起草。

本标准主要起草人范雨霞、吕兴军。

