



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.9—2004
代替 GB/T 6609.9—1986

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 新亚铜灵光度法测定氧化铜含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Determination of cupric oxide content
—2,9-Dimethyl-1,10 phenanthroline photometric method

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 9 部分。

本标准是对 GB/T 6609.9—1986《氧化铝化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸铅光度法测定氧化铜量》的修订,本次修订主要有如下内容:

——分析方法由原来的“二乙基二硫代氨基甲酸铅光度法”修改为“新亚铜灵光度法”。

——测量范围由原来的 0.000 2%~0.014%修改为 0.000 1%~0.014 0%,并相应修改了允许差。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.9—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、中国有色金属标准工业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广西分公司起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院参加起草。

本标准主要起草人:何麒麟、杨韵屏。

本标准主要验证人:梁倩、郭永恒、王成英、刘战伟。

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 6609.9—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

新亚铜灵光度法测定氧化铜含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中氧化铜量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氧化铜量的测定。测定范围:0.000 1%~0.014 0%。

2 方法原理

试料用碳酸钠-硼酸熔融,热水浸取熔融物,盐酸酸化后用盐酸羟胺将铜(Ⅱ)还原为铜(Ⅰ),在pH4~5的溶液中,用三氯甲烷萃取铜(Ⅰ)与2,9-二甲基-1,10-菲罗啉形成的黄色络合物。于分光光度计波长460 nm处进行吸光度测定。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠:优级纯。

3.2 硼酸:优级纯。

3.3 三氯甲烷。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.6 盐酸羟胺溶液(100 g/L):用时配制。

3.7 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

3.8 新亚铜灵-乙醇溶液(1.0 g/L):称取0.10 g 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉溶于无水乙醇中,用无水乙醇稀释至100 mL,放置不少于12 h。

3.9 氧化铜标准贮存溶液:称取0.079 9 g 铜粉(99.9%),预先置于用新活性氧化铝作干燥剂的干燥器中干燥(24 h)于烧杯中,加入10 mL水和10 mL硝酸(1+1),盖上表皿,待溶解完全后,加热煮沸除去氮的氧化物,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.1 mg氧化铜。

3.10 氧化铜标准溶液:移取10.00 mL氧化铜标准贮存溶液(3.9)置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.01 mg氧化铜,用时配制。

3.11 氧化铜标准溶液:移取20.00 mL氧化铜标准溶液(3.10)置于50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含0.004 mg氧化铜,用时配制。

4 仪器、装置及器具

4.1 铂坩埚:30 mL~50 mL,带盖。

4.2 高温炉:1 000℃±20℃。

4.3 烘箱:300℃±10℃。

4.4 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

4.5 分光光度计。

5 试样

5.1 试样应通过0.125 mm孔径筛网。

5.2 试样应预先于 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h, 置于干燥器(4.4)中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5)和加入试剂。

表 1

氧化铜含量/%	试料/g	熔剂量/g		盐酸(3.4)量/mL		吸收池/ cm
		碳酸钠(3.1)	硼酸(3.2)	加入试样	加入随同 试样空白中	
0.000 1~0.002 0	1.000 0	2.600	1.000	22.0	12.0	2
>0.002 0~0.014 0	0.500 0	1.300	0.500	12.0	7.0	1

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 按表 1 称取试料和熔剂置于铂坩埚(4.1)中, 用铂勺搅匀, 盖上铂坩埚盖, 置于约 700°C 的高温炉(4.2)中, 缓慢升温至 $1000^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 熔融 20 min, 试样空白直接在 $1000^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 熔融 2 min~3 min。取出, 稍冷。向坩埚中加入沸水, 置于电热板上加热使熔块全部溶解。取下, 稍冷。移入预先按表 1 加有盐酸(3.4)的 100 mL 烧杯中, 坩埚用热水洗净, 洗涤液并入烧杯中。搅拌并加热溶解沉淀, 取下, 冷却至室温。

6.4.2 加入 10.0 mL 柠檬酸铵溶液(3.7), 混匀, 加入 5.0 mL 盐酸羟胺溶液(3.6), 混匀, 加入 5.0 mL 新亚铜灵-乙醇溶液(3.8), 混匀, 用氢氧化钠溶液(3.5)调节至刚果红试纸刚变红。将溶液移入 125 mL 分液漏斗中, 用水冲洗烧杯, 洗涤液并入分液漏斗中, 使溶液体积约为 70 mL, 摇匀。加入 10.00 mL 三氯甲烷(3.3), 振荡萃取 1 min, 静置分层。

6.4.3 用滤纸擦干漏斗颈, 将有机相按表 1 放入吸收池中, 在分光光度计波长 460 nm 处, 以三氯甲烷(3.3)作参比, 测定其吸光度。将测得吸光度减去空白试验溶液吸光度后, 从工作曲线上查得相应的氧化铜量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 当氧化铜含量不大于 0.002 0% 时: 于一组 125 mL 分液漏斗中分别加入 25 mL 水及 3.0 mL 盐酸(3.4), 再分别加入 0, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 氧化铜标准溶液(3.11), 摇匀, 加入 10.0 mL 柠檬酸铵溶液(3.7), 摇匀, 以下按 6.4.2 进行, 用滤纸擦干漏斗颈。将有机相放入 2 cm 吸收池中, 在分光光度计波长 460 nm 处, 以三氯甲烷(3.3)为参比, 测定其吸光度。将测得的吸光度减去试剂空白溶液吸光度后, 以氧化铜量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.5.2 当氧化铜含量大于 0.002 0% 时: 于一组 125 mL 分液漏斗中分别加入 25 mL 水及 3.0 mL 盐酸(3.4), 再分别加入 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00 mL 氧化铜标准溶液(3.10), 摇匀, 加入 10.0 mL 柠檬酸铵溶液(3.7), 摇匀, 以下按 6.4.2 进行, 用滤纸擦干漏斗颈, 将有机相放入 1 cm 吸收池中, 在分光光度计波长 460 nm 处, 以三氯甲烷(3.3)为参比, 测定其吸光度。将测得的吸光度减去试剂空白溶液吸光度后, 以氧化铜量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氧化铜含量 $w(\text{CuO})(\%)$:

$$w(\text{CuO}) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^3} \times 100$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的氧化铜量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

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)的情况不超过5%，重复性限(r)按以下数据采用线性内差法求得：

$w(\text{CuO})$ (%)	0.000 16	0.003 8	0.007 0	0.013 0
重复性限 r (%)	0.000 06	0.000 5	0.000 7	0.001 1

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

$w(\text{CuO})$	允许差
0.000 1~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.006 0	0.000 6
>0.006 0~0.010 0	0.001 2
>0.010 0~0.014 0	0.001 6

9 质量保证与控制

分析时，用国家标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用国家标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。