



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23944—XXXX  
代替 GB/T 23944—2009

## 无机化工产品中铝测定的通用方法 铬天青 S 分光光度法

Inorganic chemicals for products use—General method for the determination of  
aluminium—Chromazurol S-spectrophotometric method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：20220303)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 23944—2009《无机化工产品中铝测定的通用方法 铬天青S分光光度法》，与GB/T 23944—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了第1章范围中检测范围；
- b) 修改了6.3条内容；
- c) 修改了8.3条内容。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于2009年首次发布，本次为第一次修订。

# 无机化工产品中铝测定的通用方法

## 铬天青 S 分光光度法

**警告：**使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本文件规定了无机化工产品中铝测定的通用方法铬天青S分光光度法的方法提要和分析步骤。

本文件适用于无机化工产品中铝含量的测定，检测范围为0.000002 %~0.000016 %。附录A中列出了干扰元素。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试样经处理后，形成溶液，在pH约5.5的乙酸-乙酸钠缓冲介质中， $\text{Al}^{3+}$ 与铬天青S及溴化十六烷基三甲胺反应生成蓝色三元络合物，于分光光度计波长640 nm处测定吸光度，计算铝含量。

### 5 一般规定

试验用试剂和水，当未注明其他要求时，应为分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。试验用杂质标准溶液，当未注明其他要求时，均按HG/T 3696.2的规定制备。

### 6 试剂或材料

6.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH 为  $5.5 \pm 0.1$ ，称取 34.0 g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于 450 mL 水中，加入 2.0 mL 冰乙酸，用水稀释至 500 mL。

6.2 铬天青 S 溶液：0.25 g/L，称取 0.0500 g 铬天青 S 溶于 100 mL 无水乙醇中，用水稀释至 200 mL。

6.3 十六烷基三甲基溴化铵溶液：0.2 g/L，称取 0.0200 g 十六烷基三甲基溴化铵，用水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，轻轻摇匀。必要时加热助溶。

6.4 抗坏血酸溶液：10 g/L，称取 1.0 g 抗坏血酸，用水溶解，稀释至 100 mL（一星期内使用）。

6.5 铝标准储备溶液：1 mL 溶液含铝（Al）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝标准溶液（1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6 铝标准溶液：1 mL 溶液含铝（Al）0.001 mg，用移液管移取 1 mL 铝标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

## 7 仪器设备

分光光度计：带有光程为 1 cm 的比色皿。

## 8 试验步骤

### 8.1 试验溶液的制备

称样量和制备试验溶液的方法按相关产品标准中的规定进行。

### 8.2 空白试验溶液的制备

同时做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

### 8.3 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铝标准溶液，分别置于 50 mL 容量瓶中，分别加入 1.0 mL 抗坏血酸溶液、3.0 mL 溴化十六烷基三甲胺溶液，轻轻混匀，加入 3.0 mL 铬天青 S 溶液，轻轻混匀，加入 10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，摇匀后，用水稀释至刻度。

室温下放置 30 min，以空白试验溶液为参比，用 1 cm 比色皿，于 640 nm 波长处测量其吸光度。以加入铝标准溶液的质量（mg）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

### 8.4 测定

移取一定量的试验溶液（8.1）和同样体积的空白试验溶液（8.2），按操作步骤 8.3 从“分别加入 1.0 mL 抗坏血酸溶液……”开始进行操作，于工作曲线上查出对应的铝的质量。

## 9 试验数据处理

铝含量以铝（Al）的质量分数  $w$  计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times V}{m \times V_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$m_t$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铝的质量的数值，单位为毫克（mg）；  
 $m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铝的质量的数值，单位为毫克（mg）；  
 $V_t$ ——测定时移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；  
 $V$ ——配制试验溶液的总体积的数值，单位为毫升（mL）；  
 $m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。  
计算结果保留2位有效数字。

10 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对值符合产品标准规定。  
实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列的允许差。

表 1

铝的质量分数/%	允许差/%
0.0005～0.0015	0.0005
0.0015～0.0035	0.0010
0.0035～0.005	0.0020

附录 A  
(资料性)  
干扰离子的消除

- A.1 常见的阴离子如  $\text{PO}_4^{4-}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{HCO}_3^-$ 、 $\text{F}^-$ 、 $\text{SiO}_3^{2-}$ 、 $\text{Cl}^-$  等均不干扰测定。
- A.2 在测定过程中，如有离子干扰，可参照表 A.1 中给出的方法消除干扰，也可参照与所分析产品有关的标准中给出的方法消除干扰。

表 A.1 干扰离子及消除方法

元素	消除干扰方法（加入掩蔽剂、络合剂等）
Ag	柠檬酸盐，硫脲， $\text{CN}^-$ ， $\text{I}^-$ ， $\text{Cl}^-$ ， $\text{SCN}^-$ ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ， $\text{NH}_3$ 等。
As	柠檬酸盐，酒石酸盐， $\text{S}^{2-}$ ， $\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ， $\text{OH}^-$ 等。
Au	柠檬酸盐， $\text{CN}^-$ ， $\text{I}^-$ ， $\text{Br}^-$ ， $\text{Cl}^-$ ， $\text{CNS}^-$ ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ， $\text{NH}_3$ ，硫脲等。
B	酒石酸盐，柠檬酸盐，草酸盐，抗坏血酸，三磷酸盐， $\text{I}^-$ ， $\text{SCN}^-$ ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ， $\text{Cl}^-$ ， $\text{F}^-$ ， $\text{OH}^-$ 等。
Ba	柠檬酸盐，酒石酸盐， $\text{F}^-$ ， $\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$ ， $\text{PO}_4^{2-}$ 等。
Be	柠檬酸盐，酒石酸盐，乙酰丙酮， $\text{F}^-$ 等。
Bi	乙酸乙酯萃取，或氢溴酸与铋生成易挥发的溴化铋。
Ca	酒石酸盐，多磷酸盐， $\text{F}^-$ ， $\text{I}^-$ ， $\text{CN}^-$ ， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 等。
Cd	硫代硫酸钠，柠檬酸盐，酒石酸盐，丙二酸盐，邻菲罗啉等。
Co	离子交换，或柠檬酸盐，酒石酸盐，丙二酸盐，邻菲罗啉等。
Cr	强酸冒烟去除，或甲酸盐，乙酸盐，柠檬酸盐，酒石酸盐，抗坏血酸等。
Cu	盐酸羟胺，抗坏血酸+碘化钾，柠檬酸盐，酒石酸盐，邻菲罗啉，吡啶羧酸等。
Fe	抗坏血酸，柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，丙二酸盐，氨基磺酸，硫脲，乙酰丙酮，邻菲罗啉等。
Hg	乙酸乙酯萃取，或柠檬酸盐，酒石酸盐，抗坏血酸，抗坏血酸，硫脲等。
Mg	强酸冒烟去除，或柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，乙二醇，六偏磷酸盐等。
Mn	盐酸、氯化铵沉淀过滤去除，或柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐等。
Mo	柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，乙酰丙酮， $\text{F}^-$ ， $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$ ， $\text{H}_2\text{O}_2$ ， $\text{SCN}^-$ ，甘露醇，氧化为 $\text{MoO}_4^{2-}$ ，抗坏血酸，盐酸羟胺等。
Ni	氯仿萃取，或柠檬酸盐，酒石酸盐，丙二酸盐，邻菲罗啉，吡啶羧酸， $\text{F}^-$ ， $\text{SCN}^-$ ， $\text{CN}^-$ 等。
Pb	硫代硫酸钠。
Se	酒石酸盐，柠檬酸盐， $\text{F}^-$ ， $\text{I}^-$ ， $\text{SO}_2^{3-}$ ， $\text{S}^{2-}$ ，还原剂等。
Si	硝酸、氢氟酸溶解，高氯酸冒烟除硅，硫酸冒烟除硅；或氢氟酸—硝酸—硫酸处理，使游离硅及二氧化硅生成挥发性的四氟化硅逸出。

Sn	强酸冒烟去除，或柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐， $F^-$ ， $I^-$ ， $Cl^-$ ， $OH^-$ ， $PO_4^{3-}$ ，用溴水氧化等。
Ti	用氯仿萃取，或甘露醇，抗坏血酸，柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，乙酸盐，乙酰丙酮，葡糖酸盐，甘露醇， $H_2O_2$ 等。
V	硝酸或氢氟酸溶解，或酒石酸盐，草酸盐，抗坏血酸，盐酸羟胺，甘露醇等。
W	柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，甘露醇， $H_2O_2$ ，磷酸盐，还原剂等。
Zn	盐酸羟胺，柠檬酸盐，乙二醇，甘油，邻菲罗啉等。
Zr	柠檬酸盐，酒石酸盐，草酸盐，水杨酸盐，磺基水杨酸等。