



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.14—2004
代替 GB/T 6609.14—1986

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 镧-茜素络合酮分光光度法测定氟含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Determination of fluorine content—
Lanthanum-alizarincomplexone spectrophotometric 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 14 部分。

本标准是对 GB/T 6609.14—1986《氧化铝化学分析方法 镧-茜素络合酮光度法测定氟量》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 6609.14—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。

本标准起草人:冯志好、赵莎莉、屈谓年。

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 6609.14—1986。

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法

镧-茜素络合酮分光光度法测定氟含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中氟含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中氟含量的测定。测定范围:0.000 4%~0.025%。

2 方法原理

试料中的氟用高温水解法使其生成氟化氢与基体分离。用稀氢氧化钠溶液吸收后,加入镧-茜素络合酮显色溶液,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度,借以测定氟量。

3 试剂

3.1 盐酸(1+3)。

3.2 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

3.3 酚酞溶液(2g/L):称取酚酞 0.1 g 溶于 25 mL 无水乙醇中,加水至 50 mL,混匀。

3.4 镧溶液:称取 0.095 g 氧化镧[预先经 1 000℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.2)中冷却]置于烧杯中,加入 3 mL 盐酸(3.1),微热溶解后加水至 50 mL,混匀。

3.5 显色液:称取 0.200 g 茜素络合指示剂($C_{19}H_{15}NO_8$)置于 150 mL 干烧杯中,加入 2 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),搅拌溶解后,加水至 100 mL,加入 25 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$),搅拌使之溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 30 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL),在摇动下慢慢加入 500 mL 丙酮(ρ 0.79 g/mL)及 50 mL 镧溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀,贮存于棕色瓶中。

注:此溶液配制后,放置 8 h 后方可使用,使用前用中速定量滤纸过滤,在 25℃以下避光密闭保存至少可稳定三周。

3.6 氟标准贮存溶液:称取 0.221 0 g 高纯氟化钠[预先置于铂坩埚中,在 600℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.2)中,冷却至室温]置于 150 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氟。

3.7 氟标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准贮存溶液(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 氟。

4 仪器、装置及器具

4.1 测定装置见图 1。

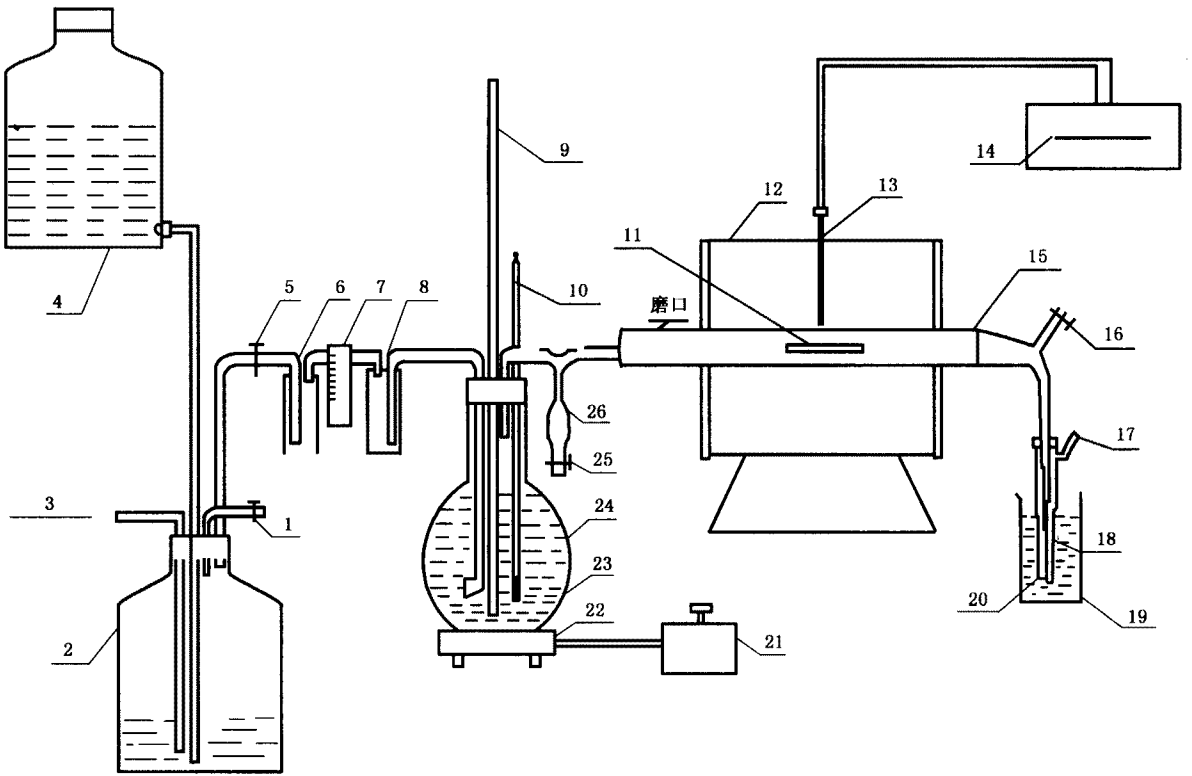
4.2 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 分光光度计。

5 试样

5.1 试样粒度应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 300℃ \pm 10℃烘干 2 h,置于干燥器(4.2)中,冷却至室温。



- 1、16、17、25——螺旋夹；
- 2、4——稳压瓶（容积 20 L，稳压瓶 4 高于瓶 2 约 1.5 m，内盛约 10 g/L 氢氧化钠溶液）；
- 3——空气流（经数个串联的盛有 150 g/L 氢氧化钠溶液的洗气瓶净化）；
- 5——限流器；
- 6、8——空洗气瓶；
- 7——流量计；
- 9——安全管（高约 1.5 m）；
- 10——温度计；
- 11——铂舟（舟长 60 mm~80 mm，长钩用不锈钢条加工，用以推拉铂舟）；
- 12——管式炉（炉身长 220 mm。恒温控制器经过校正）；
- 13——热电偶；
- 14——恒温控制器；
- 15——石英管（见图 2，石英管两端露出炉外部分的长度 120 mm~130 mm，使用前按 6.3 检查空白值至稳定后方可使用）；
- 18——聚乙烯毛细管（出气口内径约 0.3 mm）；
- 19——冷却杯；
- 20——吸收管（见图 3）；
- 21——调压器；
- 22——电炉；
- 23——沙芯过滤器（滤孔孔径约 60 μm）；
- 24——蒸汽发生瓶（容积约 1 L，盛水约 950 mL，出汽瓶内一端内径应大于 7 mm）；
- 26——汽与水分离管（三通管内径应大于 5 mm）。

注：新石英管可用洗涤法或灼烧法处理。旧石英管内层防止与水接触，否则加热时易断裂。

图 1 测定装置示意图

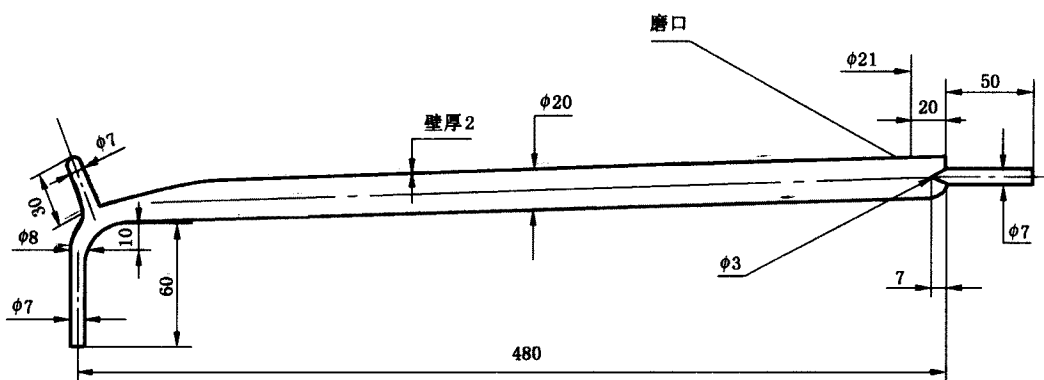


图 2 石英管

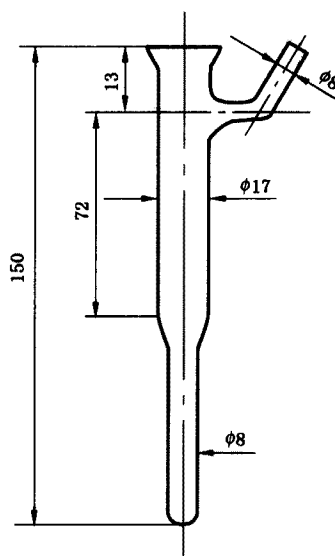


图 3 吸收管

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

氟含量/%	试料/g
0.000 4~0.001	4.000 0
>0.001~0.005	1.000 0
>0.005~0.010	0.500 0
>0.01~0.025	0.200 0

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(单独使用一支石英管),将空铂舟(11)装入石英管(15)中,按 6.4.1~6.4.5 进行空白试验,直至空白值稳定后,取其两次吸光度的平均值。

6.4 测定

6.4.1 于一支吸收管(20)中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.2),按图 1 与仪器连接,检查仪器是否严密不漏气。将螺旋夹(16)旋紧,打开限流器(5)。在管(23)及管(20)中无气泡通过,表明仪器严密不漏气。将炉温升至 500℃,蒸汽发生瓶(24)的水温用调压器(21)控制于 85℃~90℃。

6.4.2 将试料(6.1)置于铂舟中,铺匀,试料厚度不大于 5 mm,启开石英管磨口塞,将铂舟放入石英管内,用长钩将舟推至高温区,立即塞紧磨口塞,通气(流速为 70 mL/min~80 mL/min),逐渐将炉温升至 1 150℃±20℃,保持 50 min,停气。启开磨口塞,打开螺旋夹(16),立即用少量水洗涤石英管弯嘴处三次,每次洗涤后用吸气球抽吸收管出气口(17),将洗液吸入吸收管中。

注:为防止氢氟酸或四氟化硅和水气一起凝结在石英管两端,升温时适当移动石英管,使两端温度保持在 80℃~110℃。

6.4.3 取下吸收管,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,毛细管及吸收管用水洗净,洗液并入主液,向容量瓶加入 1 滴酚酞溶液(3.2),滴加盐酸(3.1)至无色,并过量 1 滴。振荡,驱逐可能存在的二氧化碳。然后滴加氢氧化钠溶液(3.2)至呈稳定的红色。

6.4.4 加入 20.00 mL 显色液(3.5),用水稀释至刻度,混匀,放置 20 min。

6.4.5 将部分溶液移至 1 cm 吸收池中,于分光光度计波长 620 nm 处,以随同试剂空白为参比,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的氟量。

6.5 工作曲线的绘制

于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00,12.00 mL 氟标准溶液(3.7),加入 20.00 mL 显色液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。放置 20 min。将部分溶液移至 1 cm 吸收池中,于分光光度计波长 620 nm 处,以随同试料空白试验溶液为参比,测量其吸光度,以氟量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算氟含量 $w(\text{F})(\%)$:

$$w(\text{F}) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的氟量,单位为微克(μg);

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)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:

$w(\text{F})(\%)$	0.001 1	0.008 6	0.012
重复性限 $r(\%)$	0.000 3	0.001 3	0.002

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

%

$w(F)$	允许差
0.000 4~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 5	0.000 6
>0.002 5~0.006 0	0.001 2
>0.006 0~0.010 0	0.001 8
>0.010 0~0.028 0	0.002 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。
