



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。