

铁矿石化学分析方法
镧-茜素络合脞光度法测定氟量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.27-86

Methods for chemical analysis of iron ores
The lanthanum alizarin complexon photometric
method for the determination of fluorine content

代替GB 1373-78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中氟量的测定。测定范围：0.1~3.0%。
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用高氯酸和磷酸在130~140℃通水蒸气蒸馏，使氟与共存元素分离，取部分蒸馏液在34%丙酮介质中，于pH4.7~4.9时，氟与镧-茜素络合脞螯合物生成紫蓝色的三元络合物，在波长620nm处测其吸光度。借此测定氟。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 高氯酸 (ρ 1.67 g/ml)。

2.3 磷酸 (ρ 1.70 g/ml)。

2.4 高锰酸钾溶液 (4%)。

2.5 氢氧化钠溶液 (10%)。

2.6 氢氧化钠溶液 (2%)。

2.7 氢氧化铵 (ρ 0.90 g/ml)。

2.8 乙酸 (1+8)。

2.9 丙酮。

2.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH4~4.2)：称取60g结晶乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水，加入115ml冰乙酸，加水稀释至1000ml，混匀，调整至pH4.1±0.1(用pH计校正)。

2.11 氯化镧溶液 (0.04 mol/l)：称取3.2581g氧化镧 (光谱纯)，加少量水，在搅拌下滴加盐酸(1+1)，加热溶解，取下冷却，用水稀释至500ml混匀。

2.12 显色剂：称取0.0965g茜素络合脞 (1,2-二羟基萘醌-3-甲胺-N,N-二乙酸，简称ALC)用几滴水润湿，加1ml氢氧化铵 (2.7)，搅拌使之溶解后，加入250ml丙酮 (2.9)、100ml乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH4.0~4.2)，混匀。加入12.5ml氯化镧溶液 (2.11)，用水稀释至500ml，混匀。此溶液至少可稳定一周。

2.13 酚酞乙醇溶液 (1%)。

2.14 氟标准溶液

2.14.1 称取0.2210g预先在120℃烘干的氟化钠 (优级纯)，置于1000ml容量瓶中加水溶解，并稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100.0μg氟。应移入塑料瓶中贮存。

2.14.2 移取100.0ml氟标准溶液 (2.14.1)，置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入塑料瓶中贮存。此溶液1ml含10.0μg氟。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μm ,如试样中结合水或易氧化物质含量高时,其粒度应小于160 μm 。

3.2 预干燥不影响试样组成者,应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样,在同一试验室,应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

称取0.1000g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 将试样(4.2)置于250ml分馏瓶中,用少量水洗净附于瓶壁之试样,加15ml高氯酸(2.2),1~2ml磷酸(2.3)。

4.5.2 加1~2ml高锰酸钾溶液(2.4)以装有温度计和玻璃导管的橡皮塞塞紧瓶口(注意勿使温度计和玻璃导管与瓶底接触)。与蒸汽瓶连接,接通冷却水,加热蒸馏,待温度升至130℃时通入水蒸气,保持蒸馏温度为130~140℃控制馏出液3~4ml/min,馏出体积达180ml左右时,停止蒸馏,取下承接的烧杯。

注:蒸馏温度应严格控制,低于130℃蒸馏不完全,温度过高高氯酸会冒烟馏出,影响测定。

4.5.3 通常按本法操作残渣已不含氟,对某些含有难溶含氟矿物的试样,操作如下:称取试样置于铁或镍坩埚中,加约2g过氧化钠(2.1),于700℃左右熔融,用尽量少的水浸取后,加20ml高氯酸(2.2),2ml磷酸(2.3),移入分馏瓶中,按4.5.2进行。

4.5.4 将馏出液移入250ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取试液5.00ml(氟量大于1%取2.00ml),置于50ml容量瓶中。

4.5.5 加1滴酚酞乙醇溶液(2.13),用氢氧化钠溶液(2.6)调至红色,再以乙酸(2.8)调至无色,加12ml丙酮(2.9)、10ml显色剂(2.12),用水稀释至刻度,混匀。放置30min后,将部分溶液移入2cm比色皿中。

4.5.6 以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长620nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的氟量。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50ml氟标准溶液(2.14.2)分别置于一组50ml容量瓶中,以下按4.5.5进行。以试剂空白为参比,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。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算氟的百分含量:

$$F(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的氟量, μg ;

m ——试样量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预干燥试样,则 $K=1$)。 A 是按 GB 6730.3—86

《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时,则试样分析值有效,否则无效,应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差,不大于表1所列允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时,则应按附录A的规定,进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位,并按数字修约规则的规定修约至小数第三位或第二位。

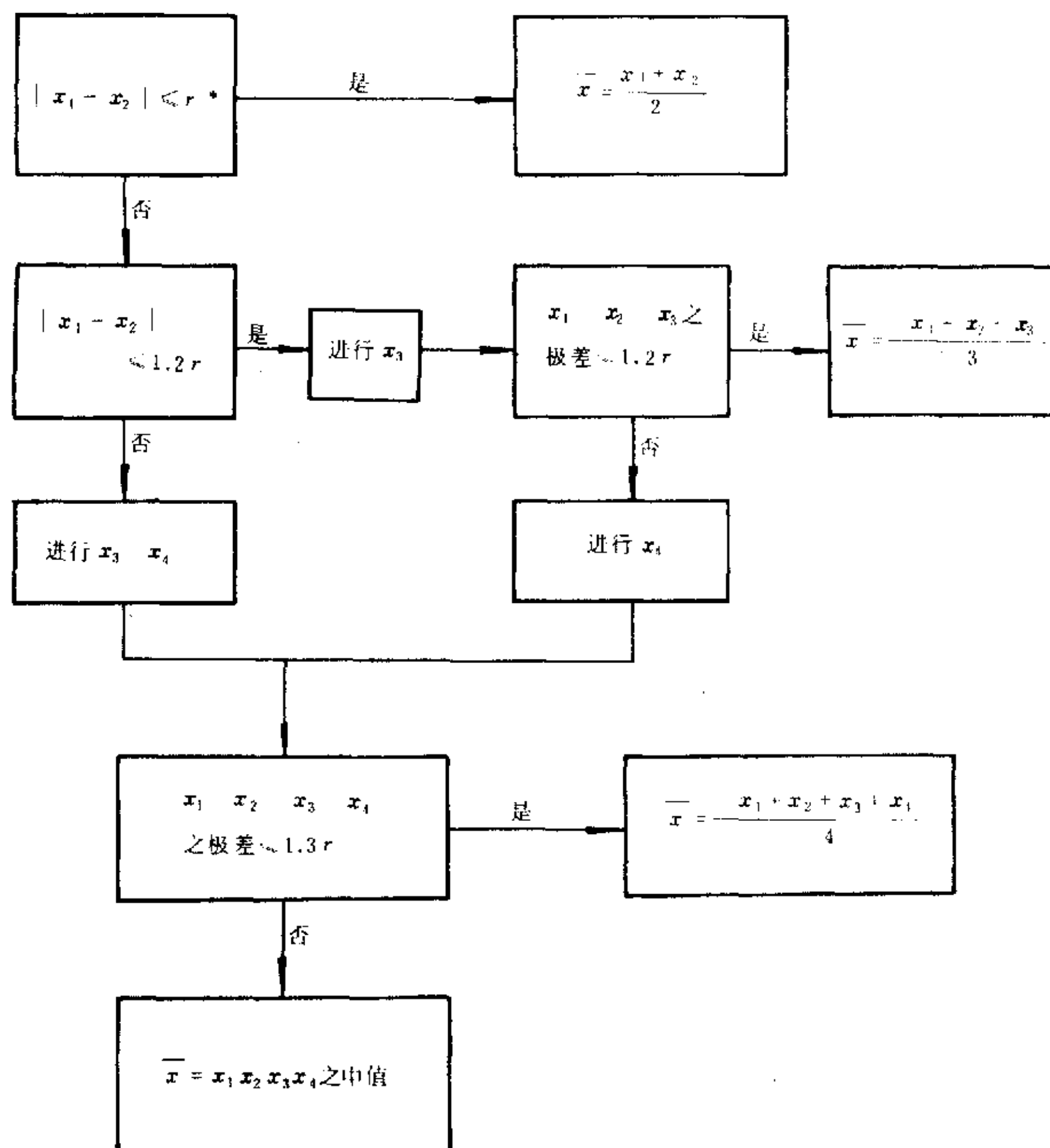
6 允许差

表 1

%

量 量	标样允许差	试样允许差
0.10 ~ 1.00	± 0.035	0.050
> 1.00 ~ 2.00	± 0.06	0.08
> 2.00 ~ 3.00	± 0.08	0.10

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由包钢钢研所起草。

本标准主要起草人张湘廷、陈钟镠。

*r即表1中所列允许差。