



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 614.4—2011

钆镁合金化学分析方法 第4部分：氟量的测定 水蒸气蒸馏分光光度法

Chemical analysis method of gadolinium-magnesium alloy—
Part 4: Determination of fluorine content—
Water vapor distillation spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国稀土
行业标准
钆镁合金化学分析方法
第4部分：氟量的测定
水蒸气蒸馏分光光度法
XB/T 614.4—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 010-68522006

2012年5月第一版

*

书号: 155066·2-23395

版权专有 侵权必究

前 言

XB/T 614《钕镁合金化学分析方法》共分 6 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：碳量的测定 高频-红外吸收法；
- 第 4 部分：氟量的测定 水蒸气蒸馏分光光度法；
- 第 5 部分：稀土杂质量的测定；
- 第 6 部分：铝、钙、铜、铁、镍、硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：包头稀土研究院。

本部分参加起草单位：赣州虔东稀土集团股份有限公司、湖南益阳鸿源稀土有限责任公司。

本部分主要起草人：刘春、崔爱端、曾清、姚南红、陈婕、赖志远、刘芳、许鸽鸣、肖红梅、万英英。

钆镁合金化学分析方法

第4部分:氟量的测定

水蒸气蒸馏分光光度法

1 范围

XB/T 614 的本部分规定了钆镁合金中氟量的测定方法。

本部分适用于钆镁合金中氟量的测定。测定范围为 0.010%~0.50%。

2 方法原理

试样中的氟经水汽蒸馏伴随高氯酸烟挥发,与其他元素分离,冷凝回收富集。以酚酞为指示剂,用氢氧化钠、盐酸调节馏分液至无色,以丙酮为稳定剂、茜素氨羧络合脞($C_{19}H_{15}NO_8$)为显色剂,水浴保温,在波长 630 nm 处测其吸光度。

3 试剂和材料

3.1 高氯酸(优级纯, $\rho=1.76$ g/mL)。

3.2 丙酮。

3.3 饱和氢氧化钠溶液(优级纯)。

3.4 氢氧化钠溶液(250 g/L)(优级纯)。

3.5 盐酸(1+1),(优级纯)。

3.6 盐酸(5+95),(优级纯)。

3.7 氨水(1+1),(优级纯)。

3.8 氧化镧溶液:称取 3.258 9 g 氧化镧($REO>99.5\%$, $La_2O_3/REO>99.9\%$)于 250 mL 烧杯中,加少量水,滴加盐酸(3.5)至氧化镧刚好溶解。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液浓度为 0.04 mol/L。

3.9 乙酸-乙酸钠溶液:称取 120 g 乙酸钠于 250 mL 烧杯中,用适量水将其溶解,将溶液移入 2 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 乙酸,用水稀释至刻度,混匀。溶液 $pH\approx 5.3$ 。

3.10 茜素氨羧络合脞显色剂:称取 0.048 2 g 茜素氨羧络合脞于 250 mL 烧杯中,加入 1 mL 氨水(3.7)将其溶解。依次加入 125 mL 丙酮(3.2)、6.25 mL 氧化镧溶液(3.8)和 50 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.9),移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11 氟标准贮存溶液:准确称取 0.565 9 g 氟化钠($>99.95\%$, $105\text{ }^\circ\text{C}$ 烘干 1 h)于 250 mL 烧杯中,用适量水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此氟标准贮存溶液浓度为 1 mg/mL,保存于塑料瓶中。

3.12 氟标准溶液:准确分取 10.00 mL 氟标准贮存溶液(3.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此氟标准溶液浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$,保存于塑料瓶中。

3.13 酚酞为指示剂(10 g/L):1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(3+2)中。