



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.21—2004

氧化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 丁基罗丹明 B 分光光度法 测定三氧化二镓含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Determination of gallium trioxide content—
Butyrodamine B 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 21 部分。

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郑州研究院起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司、中国铝业股份有限公司山西分公司参加起草。

本标准主要起草人:张晓春、张爱芬、石磊、张树朝。

本标准主要验证人:赵春晖、高风光、王新亮、贺誉清。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准为首次发布。



氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

丁基罗丹明 B 分光光度法测定三氧化二镓含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中三氧化二镓的测定方法。

本标准适用于氧化铝中三氧化二镓含量的测定。测定范围:0.0050%~0.060%。

2 方法原理

试样用碳酸钠-硼酸熔融,熔融物用 6.0 mol/L 盐酸溶解后,在 6.0 mol/L 盐酸介质中,三氯化钛还原三价铁离子,镓与丁基罗丹明 B 形成离子缔合物,以苯萃取,于分光光度计波长 565 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠(优级纯)。

3.2 硼酸(优级纯)。

3.3 苯。

3.4 三氯化钛溶液:150 g/L~200 g/L。

3.5 盐酸(6.0 mol/L):移取 500 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.6 丁基罗丹明 B 溶液(4 g/L):称取 0.400 g 丁基罗丹明 B 于 200 mL 烧杯中,用盐酸(3.5)溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,以盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀。

3.7 三氧化二镓标准贮存溶液:称取 0.2000 g 预先经 800℃ 灼烧 1 h 的三氧化二镓于 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(3.5),于水浴上加热至完全溶解,冷却,用盐酸(3.5)将溶液移入 200 mL 容量瓶中并以盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 三氧化二镓。

3.8 三氧化二镓标准溶液:移取 10.00 mL 三氧化二镓标准溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,以盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 三氧化二镓。用时现配。

3.9 三氧化二镓标准溶液:移取 10.00 mL 三氧化二镓标准溶液(3.8)于 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 三氧化二镓。用时现配。

4 仪器、装置及器具

4.1 铂坩埚:30 mL,带盖。

4.2 高温炉:1000℃ \pm 20℃。

4.3 干燥器:用新活性氧化铝作干燥剂。

4.4 分光光度计。

4.5 分液漏斗:125 mL。

5 试样

5.1 试样应通过 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(4.3)中冷却至室温。

的收集。

4 利用集装箱、槽罐车和筒仓的重力在卸料时取样

4.1 设备

4.1.1 任意合适的人工或机械设备。如阿基米德螺旋或倾斜的斜槽。

4.1.2 盛样容器,以塑料材质为宜。

4.2 步骤

4.2.1 批样的份样数量

4.2.1.1 容积小于 20 m^3 的容器:取四份具有代表性的份样,每份不少于 1 kg 。

4.2.1.2 容积 $20 \text{ m}^3 \sim 100 \text{ m}^3$ 的容器:每 10 m^3 容积取不少于 1 kg 的份样。

4.2.2 实验室样品

500 g (见 3.2.2)。

4.2.3 取样方法

在正常的卸料口、畅流的情况下取样,不在特别窄的某点上取样。

在从集装箱、筒仓、槽罐车连续流空的过程中,按一定的时间间隔取出等量的物料。然后根据要分析容器内不同位置的各个样品,或者只分析一个样品代表整个容器装载物的情况,进行样品的缩分或混合。

用人工或机械装置(4.1.1)在流动中取样,应小心避免样品发生任何遗洒或压力作用下样品的快速移动,始终注意不要让细颗粒被风吹走而造成样品的任何损失。

如果是机械方式取样,取样时应确保样品收集容器内无其他任何产品残留,在两次取样的时间间隔内,防止任何灰尘进入样品收集容器内。

将样品从样品收集容器转入四等分器或接受台时,应避免发生任何遗洒,应利用阿基米德螺旋或倾斜的斜槽(4.1.1)来移取样品。

避免使用加料漏斗或装料漏斗,取样后应避免样品堆积,否则会引起不同粒度大小的样品发生偏析。

为了将取样对大气环境的影响降到最低限度,应尽可能快地在防湿室内进行取样、缩分和最终样品的收集。

5 从氧化铝物料堆、船舱、开口筒仓、吨包装袋、槽罐车中取样

5.1 设备

5.1.1 用金属铝、金属铜、不锈钢或塑料制的阿基米德螺旋探针(有效填装长度 50 cm)。

5.1.2 阿基米德螺旋或倾斜的斜槽。

5.1.3 盛样容器,最好是塑料制的。

5.2 步骤

5.2.1 批样的份样数量

5.2.1.1 从容积超过 100 m^3 的物料堆、船舱、开口筒仓中取样:每批取 $10 \sim 15$ 个份样,每份不少于 1 kg 。

5.2.1.2 从吨包装袋中取样:每 120 吨取 20 个份样,每份不少于 1 kg 。

5.2.1.3 从槽罐车中取样:每个槽罐车中至少取 2 个份样,每份不少于 1 kg 。

5.2.2 实验室样品

500 g (见 3.2.2)。

5.2.3 步骤

利用取样探针(5.1.1)的整个长度,尽可能的在物料堆的整个顶部内垂直地进行取样。在其他情况

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差法求得:

$w(\text{Ga}_2\text{O}_3)$ (%)	0.0085	0.0156	0.0252	0.0405
重复性限 r (%)	0.0004	0.0007	0.0008	0.0017

8.2 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

$w(\text{Ga}_2\text{O}_3)$	允许差
0.005~0.030	0.002
>0.030~0.060	0.003

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用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。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

