

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 535.2—2009
代替 YS/T 535.2—2006

氟化钠化学分析方法 第2部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法

Chemical analysis methods of sodium fluoride—
Part 2: Determination of fluorine content—
Distillation-thorium nitrate volumetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 535《氟化钠化学分析方法》共分为 10 个部分：

- 第 1 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法；
- 第 3 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：可溶性硫酸盐含量的测定 浊度法；
- 第 6 部分：碳酸盐含量的测定 重量法；
- 第 7 部分：酸度的测定 中和法；
- 第 8 部分：水不溶物含量的测定 重量法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 浊度法；
- 第 10 部分：试样的制备和贮存。

本部分为第 2 部分。

本部分代替 YS/T 535.2—2006(原 GB/T 8158.2—1987)。

本部分是对 YS/T 535.2—2006《氟化钠化学分析方法 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟量》的修订，与 YS/T 535.2—2006 相比，增加了精密度和质量保证与控制等内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人：计春雷、周艳娜、张并立。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 535.2—2006(原 GB/T 8158.2—1987)。

氟化钠化学分析方法

第2部分：氟含量的测定

蒸馏-硝酸钍滴定容量法

1 范围

本部分规定了氟化钠中氟含量的测定方法。

本部分适用于氟化钠中氟含量的测定。测定范围(质量分数):40%~60%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

YS/T 535.10—2009 氟化钠化学分析方法 第10部分 试样的制备与贮存

3 方法提要

试料在硫酸或高氯酸介质中,通水蒸气蒸馏分离氟,以茜素磺酸钠次甲基蓝作指示剂,用硝酸钍溶液滴定。

4 试剂

4.1 高氯酸(ρ 1.60 g/mL)。

4.2 盐酸溶液(0.06 mol/L)。

4.3 硫酸(2+1)。

4.4 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.5 缓冲溶液:pH 2.7。称取 9.45 g 氯乙酸,溶解于 50 mL 氢氧化钠溶液(1 mol/L)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.6 硝酸钍标准溶液,按如下步骤进行:

4.6.1 配制:称取 9.45 g 四水合硝酸钍 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 或质量相当的其他硝酸钍水合物溶于水中,并稀释至 1 L,混匀,次目标定。此溶液的浓度约为 0.068 摩尔每升($C_{1/4 \text{Th}(\text{NO}_3)_4} = 0.068 \text{ mol/L}$)。

4.6.2 标定:称取预先在 600 °C 灼烧并在干燥器中冷却过的特纯无水氟化钠 0.200 0 g,用 20 mL~30 mL 水移入装有数个玻璃球(直径 2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(5.2.1)中。以下按分析步骤 7.4.2~7.4.3 进行。同时做空白试验。

4.6.3 按公式(1) 计算硝酸钍标准溶液的浓度。

$$C_{1/4 \text{Th}(\text{NO}_3)_4} = \frac{m_1 \times 10^3}{(V_1 - V_2) \times 41.99} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$C_{1/4 \text{Th}(\text{NO}_3)_4}$ ——硝酸钍标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——标定时分取的氟化钠(4.6.2)的质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白实验时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

41.99——氟化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.7 茜素磺酸钠溶液(0.5 g/L)。

4.8 次甲基蓝溶液(0.5 g/L)。

5 仪器及设备

5.1 蒸汽发生器:约3 L容积的烧瓶,配有插入三支内径约为6 mm的玻璃管的塞子。

5.1.1 双曲导管:用以把蒸汽导入蒸馏烧瓶(5.2.1)中。

5.1.2 蒸汽调节管:露在外面的一端装上套有带螺旋夹的橡皮管。

5.1.3 安全管:长1 m。

5.2 蒸馏器:硼酸玻璃制。带有磨口接头,由以下部分组成:

5.2.1 蒸馏烧瓶:容积250 mL,中部瓶颈的直径为36 mm,侧面瓶径的长度为275 mm,直径为20 mm,两颈距离为65 mm。

5.2.2 蒸馏柱:有11个三点组,自第1点组到最末点组长为120 mm。三点围绕圆周间隔为120°。

5.2.3 温度计护套。

5.2.4 温度计:范围0℃~200℃,长250 mm。

5.2.5 滴液漏斗:容积100 mL。

5.2.6 蛇形冷凝器:长400 mm。

蒸馏装置示意图见图1。

5.3 电热器:能控制温度在150℃±1℃。

5.4 pH计:配有玻璃电极。

5.5 硼硅玻璃烧杯:锥形,容积250 mL。

5.6 滴定管:容积10 mL,分度0.02 mL。

5.7 滴定比色皿:光路长5 cm,宽5 cm,高7.5 cm。

6 试样

试样应符合YS/T 535.10—2009中4.2的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取0.2 g干燥试样(6),精确至±0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 用20 mL~30 mL水将试料(7.1)移入装有数个玻璃球(直径为2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(5.2.1)中。

7.4.2 在冷凝器(5.2.6)下面放一支500 mL的容量瓶,以收集蒸馏溶液。连接蒸馏烧瓶(5.2.1)和冷凝器(5.2.6)并开始通冷却水。然后盖上蒸馏烧瓶,通过滴液漏斗(5.2.5)加入50 mL硫酸(4.3)或30 mL高氯酸(4.1)。在蒸汽发生器(5.1)中装入三分之二的水和几小块浮石并加热,在水沸腾以前,打开蒸汽调节管(5.1.2)。用电热器(5.3)加热蒸馏烧瓶(5.2.1)直到溶液温度达到150℃(用硫酸时)或135℃(用高氯酸时)。借助蒸汽调节管(5.1.2)上的螺旋夹调整蒸汽流量,以达到250 g/h~300 g/h速度,经双曲导管通入蒸汽,根据选择的蒸馏方法,保持蒸馏烧瓶(5.2.1)中的溶液温度在150℃±1℃或

135 ℃±1 ℃(精确控制温度)并在约 90 min 内收集 400 mL 蒸馏液。然后将蒸馏烧瓶和蒸汽发生器断开。停止蒸馏,洗涤冷凝器。稀释蒸馏液至刻度,混匀。

单位为毫米

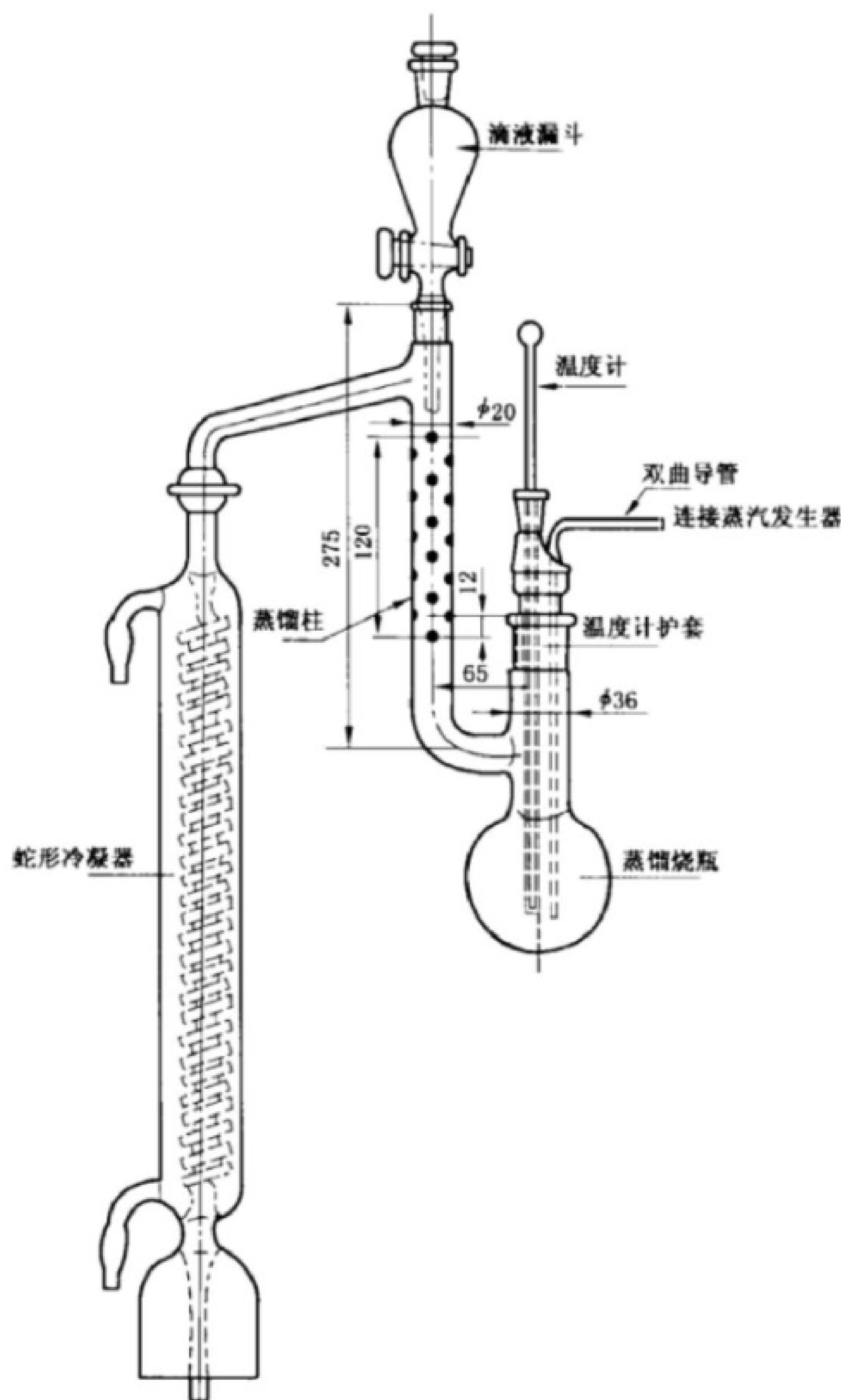


图 1 蒸馏装置示意图

7.4.3 移取 50.00 mL 蒸馏溶液(7.4.2)置于烧杯(5.5)中,加入 50 mL 水及 0.5 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),滴加氢氧化钠溶液(4.4)直到粉红色出现(变色 pH 范围为 6.6~6.8)。用 pH 计(5.4)检查,逐滴加入盐酸溶液(4.2)直到 pH 在 4.9~5.2 之间(溶液呈黄色)。加入 3 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),然后用 pH 计(5.4)再次检查,滴加缓冲溶液(4.5)直到 pH 为 3.4 ± 0.1 (约需缓冲溶液 1 mL 左右)。最后加 0.5 mL 次甲基蓝溶液(4.8)(绿色溶液)。用硝酸钪标准溶液(4.6)滴定到刚出现蓝紫色为终点。

注 1: 滴定要在日光灯或荧光灯照明下进行,不要在钨丝灯照明下进行。

注 2: 也可使用光度法测定,移取 50.00 mL 蒸馏溶液(7.4.2)置于滴定比色皿(5.7)中,稀释至 100 mL。加入 3 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),按分析步骤 7.4.3 调整 pH 3.4 ± 0.1 后,于分光光度计波长 525 nm 处,用硝酸钪标准溶液(4.6)滴定至吸光度为 0.60 为终点。

8 分析结果的计算

按公式(2)计算氟的质量分数(%):

$$w(\text{F})\% = \frac{C_{1/4\text{Th}(\text{NO}_3)_4} \times (V_3 - V_4) \times 18.998 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_3 ——滴定样品溶液时消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定空白试验溶液时消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——移取试料的质量,单位为克(g);

18.998——氟的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

9 精密度

9.1 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)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

氟的质量分数(%):	43.91	44.23	44.41
重复线性 r (%):	0.37	0.04	0.15

9.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

氟的质量分数/%	允许差/%
40.00~60.00	0.60

10 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品,每六个月校核一次本方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

