

六氟化硫气体中可水解氟化物含量测定法

本方法是利用稀碱与六氟化硫气体在密封的玻璃吸收瓶中水解,所产生的氟化物离子用茜素-镧络合剂比色法或氟离子选择电极法测定。

1 仪器及设备

- 1.1 分光光度计 配备有 2 cm 或 4 cm 玻璃比色皿。
- 1.2 玻璃吸收瓶 1 000 mL,能承受真空 13.3 Pa。
- 1.3 球胆 大于 1 000 mL。
- 1.4 U 形水银压差计。
- 1.5 真空泵。
- 1.6 皮下注射器 10 mL 并配有一个 6 号注射针头。
- 1.7 酸度计。
- 1.8 玻璃电极。
- 1.9 甘汞电极。
- 1.10 氟离子选择电极。
- 1.11 电磁搅拌器。
- 1.12 盒式气压计。

2 试剂

- 2.1 茜素氟蓝(3-氨基甲基茜素-N,N-双乙酸)。
- 2.2 氢氧化铵溶液 密度 0.880 kg/m³。
- 2.3 乙酸铵溶液 20%(重量体积比)。
- 2.4 无水乙酸钠 分析纯。
- 2.5 冰乙酸 分析纯。
- 2.6 丙酮 分析纯。
- 2.7 氧化镧 含量 99.99%。
- 2.8 盐酸 0.1 mol/L。
- 2.9 盐酸 2 mol/L。
- 2.10 氟化钠 分析纯。
- 2.11 氢氧化钠溶液 0.1 mol/L。
- 2.12 氢氧化钠溶液 5 mol/L。
- 2.13 氯化钠 分析纯。
- 2.14 柠檬酸三钠(含两个结晶水)分析纯。

3 操作步骤

3.1 准备

3.1.1 茜素-镧络合试剂的配制

3.1.1.1 在 50 mL 烧杯中,称量 0.048 g(精确到 ± 0.001 g)茜素氟蓝(2.1 条),并加入 0.1 mL 氢氧化铵溶液(2.2 条),1 mL 乙酸铵溶液(2.3 条)及 10 mL 去离子水,使其溶解。

3.1.1.2 在 250 mL 容量瓶中,加入 8.2 g 无水乙酸钠(2.4 条)和冰乙酸溶液(6.0 mL 冰乙酸(2.5 条)和 25 mL 去离子水)使其溶解。然后将上述茜素氟蓝溶液定量地移入容量瓶中,并边摇荡边缓慢地加入 100 mL 丙酮。

注:① 如果茜素氟蓝溶液中有沉淀物,需用滤纸将它过滤到 250 mL 容量瓶中,再用少量去离子水冲洗滤纸,滤液一并加到容量瓶中。

② 冲洗烧杯及滤纸的水量都应尽量少,否则最后溶液体积会超过 250 mL。

③ 加丙酮摇匀的过程中有气体产生,因此要防止溶液逸出,最后要把容量瓶塞子打开一下,以防崩开。

3.1.1.3 在 50 mL 烧杯中称量 0.041 g(精确到 ± 0.001 g)氧化镧(2.7 条),并加入 2.5 mL 盐酸(2.9 条),温和地加热以助溶解。再将该溶液定量地移入上述容量瓶中,将溶液充分混合均匀、静置,待气泡完全消失后,用去离子水稀释至刻度。

该试剂在 15~20℃ 下可保存一周,在冰箱冷藏室中可保存一个月。

3.1.2 氟化钠储备液(1 mg/mL)的配制

称 2.210 g(精确到 ± 0.001 g)干燥的氟化钠(2.10 条)溶于 50 mL 去离子水及 1 mL 氢氧化钠溶液(2.11 条)中,然后再定量地转移至 1 000 mL 的容量瓶中,用去离子水稀释至刻度。此溶液储存于聚乙烯瓶中。

3.1.3 氟化钠工作液 A(1 μ g/mL)的配制

当天使用时,取氟化钠储备液按体积稀释 1 000 倍。

3.1.4 氟化钠工作液 B(0.1 mol/L)的配制。

称 4.198 g(精确到 ± 0.001 g)干燥的氟化钠(2.10 条),溶于 50 mL 去离子水及 1 mL 氢氧化钠溶液(2.11 条)中,然后再定量地转移到 1 000 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度。

3.1.5 总离子调节液(缓冲溶液)的配制

将 57 mL 冰乙酸(2.5 条)溶于 500 mL 去离子水中,然后加入 58 g 氯化钠(2.13 条)和 0.3 g 柠檬酸三钠(2.14 条),用氢氧化钠溶液(2.12 条)将其 pH 调至 5.0~5.5,然后转移到 1 000 mL 容量瓶中并用去离子水稀释至刻度。

3.2 吸收方法

3.2.1 用手将球胆中的空气挤压干净,充满六氟化硫气体,再用手将球胆中的六氟化硫气体挤压干净,然后再充满六氟化硫气体。如此重复操作三次,使球胆内完全无空气,全部充满六氟化硫气体,旋紧螺旋夹 8。

3.2.2 将预先准确测量过体积(V)的玻璃吸收瓶及充满六氟化硫气体的球胆,按图 1 所示安装好取样系统。将真空三通活塞 2 和 3 分别旋到 a 和 d 的位置,开始抽真空。当 U 形水银压差计液面稳定后(真空度达 13.3 Pa 时)再继续抽 2 min,然后将真空活塞 2 旋到 b 的位置,将吸收瓶 1 与真空系统连接处断开,停止抽真空。

3.2.3 缓慢旋松螺旋夹 8,球胆中的六氟化硫气体缓慢地充满玻璃吸收瓶。将活塞 2 旋至 c 瞬间后再迅速旋至 b,使吸收瓶中的压力与大气压平衡。

3.2.4 用皮下注射器将 10 mL 氢氧化钠溶液(2.11 条)从胶管处缓慢注入玻璃吸收瓶中(此时要用手轻轻挤压充有六氟化硫气体的球胆,以使碱液全部注入)。随后将活塞 2 旋到 e 的位置,旋紧螺旋夹 8,取下球胆,紧握玻璃吸收瓶,在 1 h 内每

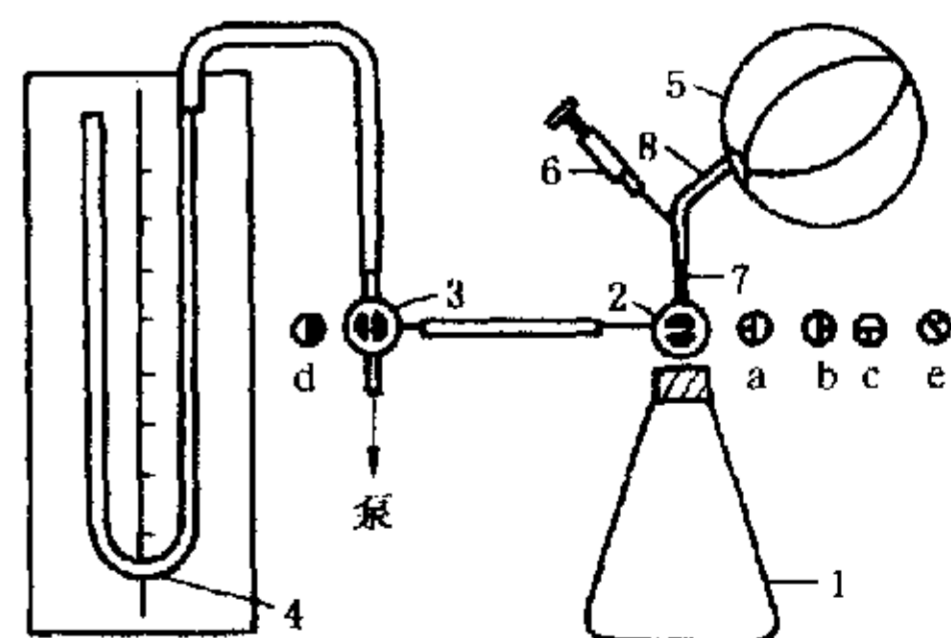


图 1 振荡吸收法取样系统示意
1—玻璃吸收瓶;2,3—真空三通活塞;
4—U 形水银压差计;5—球胆;6—皮下
注射器;7—上支管;8—螺旋夹