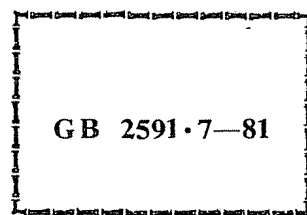


中华人民共和国

国家标准

氟碳铈镧矿精矿中氟量的测定

(硝酸钍容量法)



总则及一般规定按 GB 1467—78 执行外,另规定如下:(1) 分析试样在 105~110℃ 温度下烘干 2 小时后,放置干燥器中保存。(2) 试样的粒度需通过 180 目筛。(3) 熔样加盖。

1. 方法提要

试样加高氯酸,保持 130~140℃ 通水蒸汽进行蒸馏,使氟与其它共存元素分离。调整酸度后加入 pH3.1 缓冲溶液,以甲基百里酚蓝为指示剂,用硝酸钍标准溶液滴定,溶液由黄色变成蓝色为终点。

测定范围: 2~15%。

2. 试剂

高氯酸(比重 1.67)。

盐酸(1+200)。

氢氧化钠(2%)。

对硝基酚(0.2%)。

甲基百里酚蓝: 1 份甲基百里酚蓝与 100 份硝酸钾(预先在 110℃ 烘干)研细混匀。

缓冲溶液: 称 9.45 克氯乙酸溶于水,加 2.7 克氢氧化钠,用水稀释为 100 毫升, pH 应为 3.1 (±0.1) (用 pH 计校正之)。

高锰酸钾(4%)。

氟化钠标准溶液: 称取 2.2101 克预先在 120℃ 烘干过的氟化钠(一级)溶于水,移入 1000 毫升容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中保存,此溶液 1 毫升含 1 毫克氟。

硝酸钍标准溶液: 称取 7.3 克硝酸钍 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 以水溶解过滤于 1000 毫升容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

标定: 吸取 4 份氟标准溶液,每份 10.00 毫升,分别置于 300 毫升烧杯中,用水稀释至约 180 毫升,加 5 滴对硝基酚指示剂,滴加 2% 氢氧化钠至溶液呈黄色,然后滴加盐酸(1+200)至无色并过量 4 毫升,加 4 毫升缓冲溶液,加入适量甲基百里酚蓝指示剂,用硝酸钍标准溶液滴定,溶液由黄色变成蓝色即为终点。同时作空白试验。按下式求得对氟的滴定度。

$$T = \frac{W}{V - V_0}$$

式中: T ——硝酸钍标准溶液对氟的滴定度(克/毫升);

W ——吸取的氟标准溶液含氟量(克);

V ——滴定消耗硝酸钍标准溶液平均毫升数;

V_0 ——试剂空白消耗硝酸钍标准溶液毫升数。

3. 分析步骤

称取 0.1000 克试样^①置于 250 毫升蒸馏瓶中,用少量水洗净在瓶壁上的试样,加 15 毫升高氯酸,1~2 毫升高锰酸钾,以带有温度计和玻璃导气管的橡皮塞塞紧瓶口^②,与蒸汽瓶连接放在电炉上(装置如图所示)。加热,待温度升至 130℃ 时,通入水蒸汽保持 130~140℃ 进行蒸馏^③。控制蒸馏速

国家标准总局发布
中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施
冶金部包钢钢研所 起草