

GB/T 21994.3—2008

氟的质量分数(%):	51.63	55.53	60.09
重复性限 r (%):	0.48	0.53	0.62

9.2 允许差

实验室之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/%
40~55	0.7
>55 ~62	0.8

10 质量保证与控制

应用标准样品,至少半年校核一次本部分的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

GB/T 21994.3—2008

ICS 77.040.30
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.3—2008

氟化镁化学分析方法 第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 3: Determination of fluoride content—
Distillation-thorium nitrate titration volumetric method



GB/T 21994.3—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32564

定价: 10.00 元

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第3部分:氟含量的测定
蒸馏-硝酸钍容量法
GB/T 21994.3—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷
*
书号:155066·1-32564 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

- 5.5 电热器:能控制温度 145℃±5℃。
- 5.6 pH计:配有玻璃电极。
- 5.7 硼硅玻璃锥形烧杯:容量 250 mL。

6 试样

试样应符合 GB/T 21994.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.1 g 干燥试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立的进行两次测定,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 称取 2 g 无水碳酸钠(4.1),置于铂坩埚(5.1)中,加入试料(7.1),小心地混匀,盖上铂盖子。将铂坩埚放入预先加热到 200℃ 的高温炉(5.2)中,然后升温到 800℃,熔融 20 min,取出,冷却,将熔融物直接移入已装有几颗玻璃球(直径 2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(5.4.1)中,用热水洗涤粘附在坩埚上的熔块,并入蒸馏烧瓶中。

7.4.2 将 500 mL 容量瓶置于蛇形冷凝管(5.4.6)下收集蒸馏液,连接蒸馏烧瓶(5.4.1)和蛇形冷凝管(5.4.6)并开始通冷却水。盖上蒸馏烧瓶,经滴液漏斗(5.4.5)加入 20 mL 硫酸(4.2),连接蒸汽发生瓶(5.3),待蒸馏烧瓶(5.4.1)的温度达到 150℃,通入蒸汽,维持蒸馏烧瓶(5.4.1)内溶液的温度在 145℃±5℃,待收集的蒸馏液达到 400 mL,停止蒸馏,以水洗涤冷凝管,将洗液收集,用水将 500 mL 容量瓶稀释到刻度,摇匀备用。

7.4.3 从 500 mL 容量瓶中移取 50.00 mL 溶液,置于锥形瓶中,加 5 滴茜素红 S 指示剂(4.3),用氢氧化钠溶液(4.4)调到红色,再用盐酸溶液(4.5)调到黄色,加 3 mL 醋酸(4.6),摇匀,加 2 滴次甲基兰指示剂(4.7),用硝酸钍标准溶液(4.8)滴定,滴定到溶液呈淡紫红色为终点。

8 分析结果的计算

按公式(2)计算氟的质量分数(%):

$$w(F) = \frac{c \times (V_3 - V_4) \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_0 ——试料量,单位为克(g);
- c ——硝酸钍标准滴定溶液的实际质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_3 ——滴定样品溶液时消耗硝酸钍标准的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——滴定空白试验溶液时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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)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:

5 仪器及设备

- 5.1 铂坩埚:上部直径 30 mm,下部直径 15 mm,高 30 mm。
- 5.2 高温炉:能控制温度 $800^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3 水蒸汽发生器:容积为 3 L 的烧瓶,塞子上插入三支内径为 6 mm 的玻璃管。
- 5.4 蒸馏器:用硼酸玻璃吹制,磨口接头,由以下部分组成。
- 5.4.1 蒸馏烧瓶:容积 250 mL,中心瓶颈直径 36 mm,侧面管径 20 mm,长 275 mm,两径距离 65 mm。
- 5.4.2 蒸馏柱:柱的第一个点组到最末一个点组距离 120 mm,共 11 点组,组距 12 mm。三个点在圆周上分布间隔为 120° 。
- 5.4.3 温度计护套。
- 5.4.4 温度计:范围 $0^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$,长 250 mm。
- 5.4.5 滴液漏斗:容积 100 mL。
- 5.4.6 蛇形冷凝器:长 400 mm。仪器装配示意图见图 1:

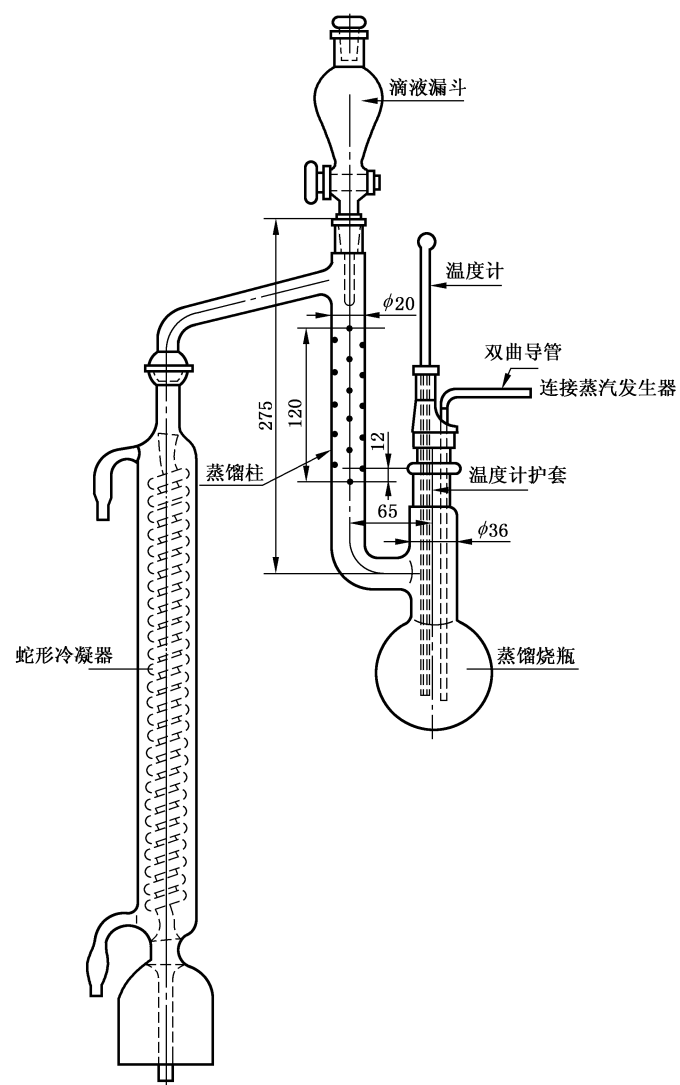


图 1 蒸馏装置示意图

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分:

- 第 1 部分:试样的制备和贮存;
- 第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;
- 第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;
- 第 4 部分:镁含量的测定 EDTA 容量法;
- 第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 7 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 8 部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 3 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位:多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人:黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。