

ICS 71.060.01
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 27813—2011

GB/T 27813—2011

无水氟化钾分析方法

Analytical methods of anhydrous potassium fluoride

中华人民共和国
国家标准
无水氟化钾分析方法
GB/T 27813—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 1 字数 20 千字
2012年4月第一版 2012年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44549 定价 18.00 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)68510107



GB/T 27813-2011

2011-12-30 发布

2012-06-01 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

附录 A
(规范性附录)

H-732 型离子交换树脂的预处理和再生

A.1 树脂的预处理

将树脂置于塑料容器中,用清水漂洗,直到排水清晰为止。用水浸泡树脂 12 h~24 h,使其充分膨胀。如为干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂突然急剧膨胀而破碎。用树脂体积 2 倍量的盐酸溶液(1+2)浸泡 2 h~4 h,并不时搅拌。也可将树脂装入柱中,用动态法使酸液以 5.0 mL/min~6.0 mL/min 的流速流过树脂层,然后用水自上而下(间以自下而上)洗涤树脂,直到流出液的 pH=4,再用氢氧化钠溶液(5 g/L~20 g/L)处理,处理后用水洗至微碱性,再一次用盐酸溶液(1+2)处理,使树脂变为氢型。最后用水洗至中性。

A.2 树脂的再生

每次样品洗脱分离完毕,用树脂体积 2 倍量的盐酸溶液(1+2)流过树脂床,使树脂再生。临用前用水先慢速洗涤树脂,然后以 5.0 mL/min~6.0 mL/min 流速洗至流出液为中性(用 pH 试纸检验),维持液面高于树脂层 1 cm,关闭交换柱,备用。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、多氟多化工股份有限公司、浙江省化工研究院有限公司、新乡市盛威生物有限公司、山东兴氟新材料有限公司。

本标准主要起草人:赵美敬、王健萍、方路、程焯、周鹏鹏、王松。

12.2.2 硝酸溶液:1+10(优级纯)。

12.2.3 混合标准溶液 A:1 mL 溶液各含砷(As)、铁(Fe)、铅(Pb)、铬(Cr)、硼(B)、钙(Ca)、镍(Ni) 0.02 mg 的混合标准溶液;

移取 2.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷、铁、铅、铬、硼、钙、镍标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(12.2.1)稀释至刻度,摇匀。有效期 6 个月~12 个月。

12.2.4 标准溶液 B:1 mL 溶液含硅(Si)0.05 mg;

移取 5.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(12.2.1)稀释至刻度,摇匀。有效期 6 个月~12 个月。

12.2.5 一级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

12.3 仪器、设备

12.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪器(ICP-AES)。

12.3.2 抗氟炬管。

12.3.3 高盐雾化器。

12.3.4 塑料烧杯(聚四氟乙烯)。

12.3.5 塑料容量瓶。

12.3.6 塑料单标线吸量管。

12.4 分析步骤

12.4.1 仪器的清洗

清洗所有器皿前应先去污,自来水冲洗,一级水冲洗,用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 h,一级水冲洗多次,晾干,防止灰尘污染。

12.4.2 试验溶液的制备

称取 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于塑料烧杯中,沿杯壁缓慢加入 100 mL 水,置于电热板上低温加热 10 min~20 min,溶解试样,冷却,用硝酸溶液(12.2.2)调至中性(用 pH 试纸检验),全部转移至 250 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。

12.4.3 工作曲线的绘制

取 4 个 50 mL 塑料容量瓶,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液 A,再分别加入 25.00 mL 试验溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用于测定砷、铁、铅、铬、硼、钙、镍含量。

再取 4 个 50 mL 塑料容量瓶,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 标准溶液 B,再分别加入 25.00 mL 试验溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用于测定硅含量。

12.4.4 仪器操作

在电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪器(ICP-AES)最佳的测定条件下,按表 1 给出的元素测定波长,利用标准加入法测定工作曲线中各待测元素的光谱强度,计算机根据所输入的相关数据,自动计算出各元素的浓度。测定每个样品间隙应用硝酸溶液(12.2.1)在线清洗 1 min~2 min。样品测定结束熄火前先用硝酸溶液(12.2.1)在线清洗 5 min~10 min,再用水在线清洗 5 min~10 min,以保护抗氟炬管。

无水氟化钾分析方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了无水氟化钾中氟化钾含量及各种杂质的分析方法。

本标准适用于无水氟化钾产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 安全提示

本分析方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上立即用水冲洗,严重者应立即治疗。氟化钾本身具有毒害性,腐蚀性较强,操作时应小心谨慎,佩戴防护用品。

4 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5 氟化钾含量的测定

5.1 方法提要

用水溶解试料,通过强酸性阳离子交换树脂进行交换,生成氢氟酸,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,得出结果。

5.2 试剂和材料

5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})\approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。