

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.3—2012
代替 YS/T 273.3—2006

YS/T 273.3—2012

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 3 部分：氟含量的测定

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 3: Determination of fluoride content

中华人民共和国有色金属
行业标准
冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法
第 3 部分：氟含量的测定
YS/T 273.3—2012

*
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 0.75 字数 15 千字
2012 年 12 月第一版 2012 年 12 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-24209 定价 16.00 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



YS/T 273.3-2012

2012-05-24 发布

2012-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

15 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

16 分析步骤

16.1 试料

称取 0.25 g 试样(15),精确至 0.000 1 g。

16.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

16.3 空白试验

随同试料做空白试验。

16.4 测定

16.4.1 称取 2 g 碳酸钠(13.1)置于铂坩埚(14.1)中,加入试料(16.1),小心地混匀,盖上铂盖。

16.4.2 将坩埚(16.4.1)放入到预先加热到 200 °C 的高温炉(14.2)中,然后升温到 800 °C ± 20 °C,熔融 20 min。取出,将坩埚的底部放入冷水槽中迅速冷却,将熔融物直接移入已经装有几颗玻璃球(直径 2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(14.4.1)中。

16.4.3 将 500 mL 容量瓶置于冷凝器(14.4.6)下收集蒸馏溶液。连接蒸馏烧瓶(14.4.1)和冷凝器(14.4.6)并开始通冷却水。盖上蒸馏烧瓶,经滴液漏斗(14.4.5)加入 50 mL 硫酸(13.4)或 30 mL 高氯酸(13.5)。同时加热已装有三分之二的水和几小块浮石的水蒸气发生器(14.3),水沸腾前蒸气调整管(14.3.2)打开着。将蒸馏烧瓶(14.4.1)用加热器(14.5)加热到 150 °C。借助管(14.3.2)上的弹簧夹调整蒸气流量,经管(14.3.1)以 250 g/h~300 g/h 流量通入蒸气,并维持蒸馏烧瓶(14.4.1)中的溶液温度在 150 °C ± 1 °C,并保持 90 min 收集蒸馏液约 400 mL,停止蒸馏。以水洗涤冷凝器,将收集瓶中的溶液稀释至刻度,混匀。

16.4.4 移入 50.00 mL 溶液(16.4.3)置于烧杯(14.7)中加入 50 mL 及 0.5 mL 茜素黄酸钠溶液(13.8),用氢氧化钠溶液(13.3)调整至溶液呈粉红色,在 pH 计(14.6)指示下,逐滴加入盐酸(13.2)调到 pH 在 4.9~5.2 之间(溶液呈黄色),加入 3 mL 茜素黄酸钠溶液(13.8)后,再用缓冲溶液(13.7)调到 pH 在 3.4 ± 0.1(约需缓冲溶液 1 mL 左右)。加入 0.5 mL 次甲基蓝溶液(13.9)。用硝酸钍标准溶液(13.7)滴定到刚刚出现蓝紫色为终点。

17 分析结果的计算

按式(4)计算氟的质量分数(%):

$$w(F) = \frac{c \times (V_3 - V_4)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_0 ——移取试料质量,单位为克(g);

c ——硝酸钍标准滴定溶液的实际浓度,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溶液的体积,单位为毫升(mL);

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 14 部分:

- 第 1 部分:重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分:烧减量的测定
- 第 3 部分:氟含量的测定
- 第 4 部分:EDTA 容量法测定铝含量
- 第 5 部分:火焰原子吸收光谱法测定钠含量
- 第 6 部分:钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量
- 第 7 部分:邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量
- 第 8 部分:硫酸钡重量法测定硫酸根含量
- 第 9 部分:钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量
- 第 10 部分:重量法测定游离氧化铝含量
- 第 11 部分:X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 12 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量
- 第 13 部分:试样的制备和贮存
- 第 14 部分:X 射线荧光光谱分析法测定元素含量

本部分为第 3 部分。

本部分是对 YS/T 273.3—2006 的修订,增加了氟氯化铅沉淀-硝酸汞容量法作为方法一,并将原蒸馏-硝酸钍容量法编辑性修改后作为方法二,仲裁方法采用方法一。

本部分代替 YS/T 273.3—2006。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分由内蒙古霍煤鸿骏铝业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中铝抚顺铝业有限公司、山东南山铝业有限公司、多氟多化工股份有限公司参加起草。

本部分方法一主要起草人:李志辉、邓素萍、张颖、原建昌、陈鸿钧。

本部分方法二主要起草人:薛旭金、施秀华、王建萍、箭颖、田振明。

本部分历次版本发布情况为:

YS/T 273.3—1994、YS/T 273.3—2006。

方法二 蒸馏-硝酸钍容量法

11 范围

本方法规定了冰晶石中氟含量的测定方法。

本方法适用于冰晶石中氟含量的测定。测定范围:50.00%~60.00%。

12 方法提要

试料用碳酸钠溶解。经硫酸-水蒸气蒸馏分离氟后,以茜素黄酸钠-次甲基蓝作指示剂,用硫酸钍溶液滴定。

13 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

13.1 无水碳酸钠(优级纯)。

13.2 盐酸(约 0.06 mol/L)。

13.3 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

13.4 硫酸(2+1)。

13.5 高氯酸(ρ 1.60 g/mL)。

13.6 缓冲溶液(pH2.7):称取 9.45 g 一氯乙酸,溶解于 50 mL 氢氧化钠(1.0 mol/L)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

13.7 硝酸钍标准溶液 [$c[\text{Th}(\text{NO}_3)_4]=0.068 \text{ mol/L}$]。

13.7.1 配制:称取 9.45 g 四水合硝酸钍 [$\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]用水溶解后稀释至 1 L,混匀,次日标定。

13.7.2 标定:称取 0.200 0 g 预先在 600 °C 灼烧并干燥器中冷却过的特纯无水氟化钠,用 20 mL~30 mL 水移入装有数个玻璃球(直径 2 cm~3 cm)的蒸馏烧瓶(14.4.1)中。以下按分析步骤 16.4.3~16.4.4 进行。同时做空白试验。

13.7.3 按式(3)计算硝酸钍标准溶液的浓度:

$$c\left[\frac{1}{4}\text{Th}(\text{NO}_3)_4\right]=\frac{m_1}{(V_1-V_2)\times 41.99}\times 10^3 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$c\left[\frac{1}{4}\text{Th}(\text{NO}_3)_4\right]$ ——硝酸钍标准滴定溶液的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——分取的氟化钠的质量,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);

计算结果表示至小数点后一位。

13.8 茜素黄酸钠溶液(0.5 g/L)。

13.9 次甲基蓝溶液(0.5 g/L)。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第 3 部分:氟含量的测定

方法一 氟氯化铅沉淀-硝酸汞容量法

1 范围

本方法规定了冰晶石中氟含量的测定方法。

本方法适用于冰晶石中氟含量的测定。测定范围:40.00%~60.00%。

2 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。

YS/T 273.13—2006 试样的制备和贮存

3 方法提要

试样以无水碳酸钾钠、石英砂混合,在高温下熔融,使硅与铝形成硅铝酸盐沉淀而与氟分离,在适当酸度下,加入氟铅离子,与氟形成氟氯化铅沉淀,溶于硝酸后,用硝酸汞标准溶液滴定氯离子量,间接算出氟含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 无水碳酸钾钠。

4.2 石英砂。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL):(1+3)。

4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL):2 mol/L。

4.6 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。

4.7 甲基橙:1 g/L 酒精溶液。

4.8 亚硝基亚铁氰化钠溶液:100 g/L。

4.9 盐酸(ρ 1.19 g/mL):0.1 mol/L。

4.10 乙酸铅溶液(120 g/L):称取 120 g 乙酸铅,溶于 800 mL 水中,加入 10 滴冰乙酸(4.6),用水稀释至 1 000 mL。

4.11 氯化钠标准溶液(0.10 mol/L):优级纯氯化钠在 105 °C \pm 5 °C 烘干 1.5 h,准确称取 5.846 g 倒入烧杯中,加入 150 mL 水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度摇匀。

4.12 氟氯化铅洗液:称取 0.2 g 氟化钠,溶于 100 mL 水中,加 100 mL 氯化钠标准溶液(4.11),2 mL 硝酸(4.5),10 滴冰乙酸(4.6),加热至 40 °C \pm 1 °C,在搅拌下加入 30 mL 乙酸铅溶液(4.10),放置