

8 分析结果的计算

按公式(2)计算氟的质量分数(%):

$$w(\text{F})\% = \frac{C_{1/4\text{Th}(\text{NO}_3)_4} \times (V_3 - V_4) \times 18.998 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_3 ——滴定样品溶液时消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定空白试验溶液时消耗硝酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——移取试料的质量,单位为克(g);

18.998——氟的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

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)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

氟的质量分数(%):	43.91	44.23	44.41
重复线性 r (%):	0.37	0.04	0.15

9.2 允许差

实验室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/%
40.00~60.00	0.60

10 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品,每六个月校核一次本方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属行业标准

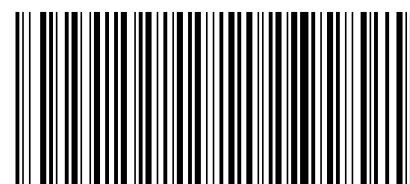
YS/T 535.2—2009
代替 YS/T 535.2—2006

氟化钠化学分析方法

第2部分:氟含量的测定

蒸馏-硝酸钍滴定容量法

Chemical analysis methods of sodium fluoride—
Part 2: Determination of fluorine content—
Distillation-thorium nitrate volumetric method



YS/T 535.2—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20368

定价: 14.00 元

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

135 °C ± 1 °C (精确控制温度) 并在约 90 min 内收集 400 mL 蒸馏液。然后将蒸馏烧瓶和蒸汽发生器断开。停止蒸馏, 洗涤冷凝器。稀释蒸馏液至刻度, 混匀。

单位为毫米

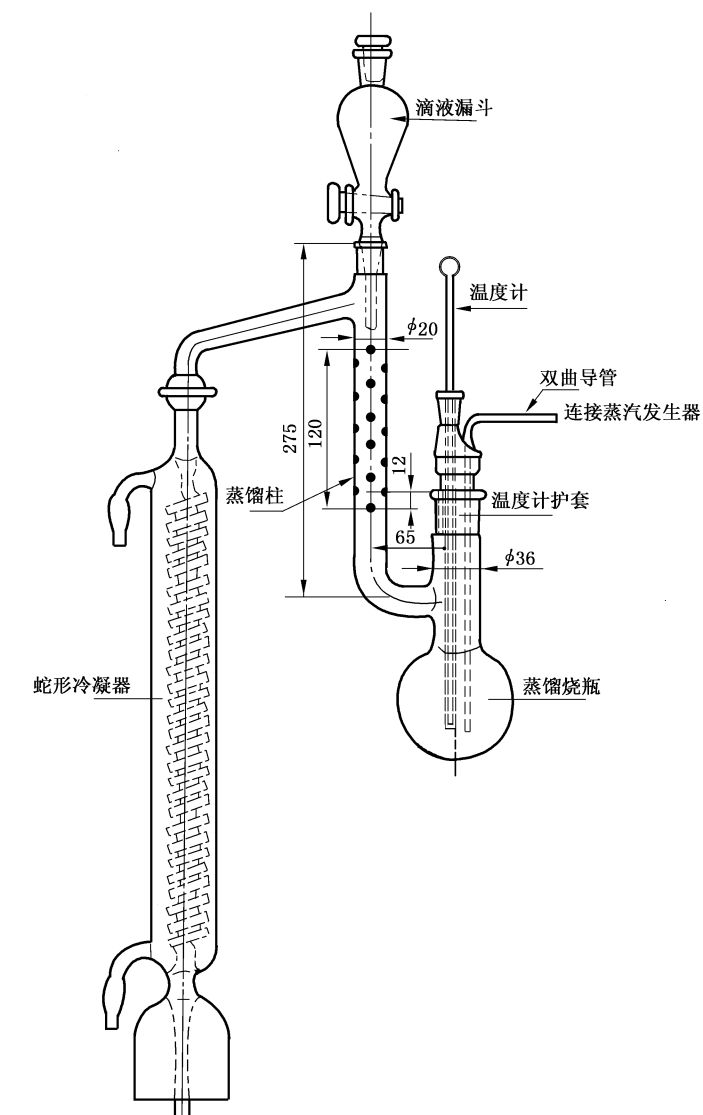


图 1 蒸馏装置示意图

7.4.3 移取 50.00 mL 蒸馏溶液(7.4.2)置于烧杯(5.5)中,加入 50 mL 水及 0.5 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),滴加氢氧化钠溶液(4.4)直到粉红色出现(变色 pH 范围为 6.6~6.8)。用 pH 计(5.4)检查,逐滴加入盐酸溶液(4.2)直到 pH 在 4.9~5.2 之间(溶液呈黄色)。加入 3 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),然后用 pH 计(5.4)再次检查,滴加缓冲溶液(4.5)直到 pH 为 3.4 ± 0.1 (约需缓冲溶液 1 mL 左右)。最后加 0.5 mL 次甲基蓝溶液(4.8)(绿色溶液)。用硝酸钍标准溶液(4.6)滴定到刚出现蓝紫色为终点。

注 1: 滴定要在日光灯或荧光灯照明下进行,不要在钨丝灯照明下进行。

注 2: 也可使用光度法测定,移取 50.00 mL 蒸馏溶液(7.4.2)置于滴定比色皿(5.7)中,稀释至 100 mL。加入 3 mL 茜素磺酸钠溶液(4.7),按分析步骤 7.4.3 调整 pH 3.4 ± 0.1 后,于分光光度计波长 525 nm 处,用硝酸钍标准溶液(4.6)滴定至吸光度为 0.60 为终点。

中华人民共和国有色金属
行业标准
氟化钠化学分析方法
第 2 部分:氟含量的测定
蒸馏-硝酸钍滴定容量法
YS/T 535.2—2009

*

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 10 千字

2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-20368 定价 14.00 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

41.99——氟化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.7 茜素磺酸钠溶液(0.5 g/L)。

4.8 次甲基蓝溶液(0.5 g/L)。

5 仪器及设备

5.1 蒸汽发生器:约3 L容积的烧瓶,配有插入三支内径约为6 mm的玻璃管的塞子。

5.1.1 双曲导管:用以把蒸汽导入蒸馏烧瓶(5.2.1)中。

5.1.2 蒸汽调节管:露在外面的一端装上套有带螺旋夹的橡皮管。

5.1.3 安全管:长1 m。

5.2 蒸馏器:硼酸玻璃制。带有磨口接头,由以下部分组成:

5.2.1 蒸馏烧瓶:容积250 mL,中部瓶颈的直径为36 mm,侧面瓶径的长度为275 mm,直径为20 mm,两颈距离为65 mm。

5.2.2 蒸馏柱:有11个三点组,自第1点组到最末点组长为120 mm。三点围绕圆周间隔为120°。

5.2.3 温度计护套。

5.2.4 温度计:范围0℃~200℃,长250 mm。

5.2.5 滴液漏斗:容积100 mL。

5.2.6 蛇形冷凝器:长400 mm。

蒸馏装置示意图见图1。

5.3 电热器:能控制温度在150℃±1℃。

5.4 pH计:配有玻璃电极。

5.5 硼硅玻璃烧杯:锥形,容积250 mL。

5.6 滴定管:容积10 mL,分度0.02 mL。

5.7 滴定比色皿:光路长5 cm,宽5 cm,高7.5 cm。

6 试样

试样应符合YS/T 535.10—2009中4.2的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取0.2 g干燥试样(6),精确至±0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立进行两次测定,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 用20 mL~30 mL水将试料(7.1)移入装有数个玻璃球(直径为2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(5.2.1)中。

7.4.2 在冷凝器(5.2.6)下面放一支500 mL的容量瓶,以收集蒸馏溶液。连接蒸馏烧瓶(5.2.1)和冷凝器(5.2.6)并开始通冷却水。然后盖上蒸馏烧瓶,通过滴液漏斗(5.2.5)加入50 mL硫酸(4.3)或30 mL高氯酸(4.1)。在蒸汽发生器(5.1)中装入三分之二的水和几小块浮石并加热,在水沸腾以前,打开蒸汽调节管(5.1.2)。用电热器(5.3)加热蒸馏烧瓶(5.2.1)直到溶液温度达到150℃(用硫酸时)或135℃(用高氯酸时)。借助蒸汽调节管(5.1.2)上的螺旋夹调整蒸汽流量,以达到250 g/h~300 g/h速度,经双曲导管通入蒸汽,根据选择的蒸馏方法,保持蒸馏烧瓶(5.2.1)中的溶液温度在150℃±1℃或

前 言

YS/T 535《氟化钠化学分析方法》共分为10个部分:

——第1部分:湿存水含量的测定 重量法;

——第2部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法;

——第3部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第4部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第5部分:可溶性硫酸盐含量的测定 浊度法;

——第6部分:碳酸盐含量的测定 重量法;

——第7部分:酸度的测定 中和法;

——第8部分:水不溶物含量的测定 重量法;

——第9部分:氯含量的测定 浊度法;

——第10部分:试样的制备和贮存。

本部分为第2部分。

本部分代替YS/T 535.2—2006(原GB/T 8158.2—1987)。

本部分是对YS/T 535.2—2006《氟化钠化学分析方法 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟量》的修订,与YS/T 535.2—2006相比,增加了精密度和质量保证与控制等内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人:计春雷、周艳娜、张并立。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 535.2—2006(原GB/T 8158.2—1987)。